POLYTECHNIQUE MONTRÉAL
affiliée à l'Université de Montréal

Développement d'un montage de résonance ferromagnétique en fonction de la température pour l'étude des couches minces de CoFeCrB

GABRIEL ST-ONGE
Département de génie physique

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

Décembre 2025

© Gabriel St-Onge, 2025.

POLYTECHNIQUE MONTRÉAL
affiliée à l'Université de Montréal

Ce mémoire intitulé :

Développement d'un montage de résonance ferromagnétique en fonction de la température pour l'étude des couches minces de CoFeCrB

présenté par **Gabriel ST-ONGE**
en vue de l'obtention du diplôme de *Maîtrise ès sciences appliquées*
a été dûment accepté par le jury d'examen constitué de :

Stéphane KÉNA-COHEN, président
David MÉNARD, membre et directeur de recherche
Arthur YELON, membre

DÉDICACE

À tous mes proches,
merci de m'avoir supporté tout au long de mes études

REMERCIEMENTS

Je tiens à remercier particulièrement David et Christian qui m'ont guidé et supporté tout au long du projet. Je veux aussi remercier Yanik qui a joué un rôle important dans le support technique du projet. Également, je souhaite remercier mes collègues du laboratoire Angélique, Marianne et Henri pour leur aide et leur support moral.

Sinon, je souhaite remercier ma conjointe, ma mère, mon père et ma sœur pour n'avoir jamais douté de moi et pour m'avoir encouragé à faire ce qui me passionnait. Ils ont chacun, à leur façon, participé à la réussite de ce projet à travers leurs actions ou leurs pensées.

Finalement, je veux remercier le *Conseil de recherches en sciences naturelles et en génie du Canada* et le *Fonds de recherche du Québec* pour leur soutien financier.

RÉSUMÉ

Ce projet de maîtrise de recherche présente les étapes de réalisation d'un montage expérimental pour mesurer la résonance ferromagnétique en fonction de la température et son application à l'étude des couches minces de CoFeCrB. Le projet est en quelque sorte une suite des travaux de K. Oguz et de C. Lacroix sur l'étude de l'ajout de Cr dans des couches minces de CoFeB dans le contexte de jonctions tunnels magnétiques. Premièrement, dans ses travaux, K. Oguz émet l'hypothèse que le CoFeCrB permettrait de diminuer le courant critique nécessaire au renversement de l'aimantation par couplage de spins en raison de sa plus faible aimantation à saturation. Il a observé une diminution quasi linéaire de l'aimantation à saturation en fonction de la concentration de Cr dans les couches minces magnétiques. Ensuite, les travaux de C. Lacroix ont mis en lumière l'impact de la substitution de Cr sur les mécanismes de relaxation magnétiques qui ont aussi une influence sur le courant critique. Il a observé une augmentation de la largeur de résonance en fonction de la concentration de Cr dans les échantillons, ce qui vient contrer une partie de l'avantage de la diminution de l'aimantation à saturation. Les travaux actuels s'intéressent ensuite à la dépendance des mécanismes de relaxation en fonction de la température de l'échantillon. Cette étude en température des couches minces de CoFeCrB est nécessaire pour mieux identifier l'origine exacte des mécanismes de relaxation observés par C. Lacroix. Donc, l'objectif principal du projet est de développer un montage de résonance ferromagnétique en fonction de la température afin d'étudier la condition de résonance et les mécanismes de relaxation dans des couches minces de CoFeCrB avec des concentrations différentes de Cr.

Un montage complet, permanent et automatisé de résonance ferromagnétique en fonction de la température a été développé. Ce montage permet des mesures à large bande entre 26.5 GHz et 40 GHz à des températures entre 4 K et 300 K. Ce montage utilise un aimant supraconducteur de 9.4 T comme source de champ magnétique externe pour la saturation de l'échantillon, donc des mesures à plus hautes fréquences peuvent être envisagées. La température de l'échantillon est contrôlée par une insertion à température variable munie d'un circuit fermé d'hélium refroidi. L'excitation et la détection est effectuée à l'aide d'un circuit micro-onde composé d'un adaptateur coaxial-guide d'onde court-circuité, d'une diode et d'un amplificateur à détection synchone. Une bobine de modulation a été conçue afin de moduler le champ magnétique externe. L'automatisation de la prise de mesures avec *LabView* a permis l'exécution du plan de 240 mesures de résonance ferromagnétique durant 7 semaines.

Le processus d'analyse des données s'appuie sur un formalisme basé sur la résolution de l'équation de Landau-Lifshitz-Gilbert, tenant compte des différents champs effectifs d'anisotropie magnétique présents dans le matériau à l'étude. Cette analyse a permis d'extraire les paramètres clés des matériaux en fonction de la température, soit le champ effectif interne H_{eff}, la constante de Gilbert α, la constante de diffusion 2 magnons Γ_0 et la constante de variation du champ interne $\Delta\theta$. Les valeurs observées à température ambiante ont permis de valider les performances du montage et de vérifier la reproductibilité des mesures de C. Lacroix. Cette comparaison a permis d'identifier certaines limites du montage, comme la difficulté de garantir l'orientation du champ magnétique externe par rapport à la couche mince et la présence d'un signal d'arrière plan ne provenant pas de l'échantillon. Les paramètres clés α, Γ_0 et $\Delta\theta$ n'ont démontré aucune dépendance claire en fonction de la température, mais une dépendance en fonction de la concentration de Cr est observée telle que rapportée par C. Lacroix. La dépendance du champ effectif interne H_{eff} en fonction de la température a pu être expliquée par la dépendance en température de l'aimantation à saturation M_s selon une loi de puissance et par la dépendance en température linéaire de la constante d'anisotropie de surface K_s. Le comportement observé de α en fonction de la température semble indiquer que la relaxation intrinsèque est principalement due à l'interaction spin-orbite et que la conductivité électrique est dominée par les impuretés et le désordre.

Des travaux futurs en lien avec ce projet sont proposés pour compléter l'étude et pour mieux conclure sur le comportement des mécanismes de relaxation dans les couches minces de CoFeCrB, soit des mesures à plus haute fréquence entre 40 GHz et 65 GHz et peut-être même jusqu'à 110 GHz, des mesures de la conductivité électrique en fonction de la température et des mesures de l'aimantation à saturation en fonction de la température.

ABSTRACT

This master's research project presents the steps involved in the development of an experimental setup to measure ferromagnetic resonance as a function of temperature and its application to the study of CoFeCrB thin films. The project is, in a way, a continuation of the work of K. Oguz and C. Lacroix on the study of substituting Cr in CoFeB thin films in the context of magnetic tunnel junctions. First, in his work, K. Oguz hypothesized that CoFeCrB would reduce the critical current required for magnetization reversal by spin coupling due to its lower saturation magnetization. He observed a nearly linear decrease in saturation magnetization as a function of Cr concentration in the magnetic thin films. Subsequently, C. Lacroix's work highlighted the impact of Cr substitution on magnetic relaxation mechanisms, which also influence the critical current. He observed an increase in resonance width with increasing Cr concentration in the samples, which partially offsets the advantage of the decreasing saturation magnetization. Current work then focuses on the temperature dependence of relaxation mechanisms. This temperature dependent study of CoFeCrB thin films is necessary to better identify the precise origin of the relaxation mechanisms observed by C. Lacroix. Therefore, the main objective of the project is to develop a temperature dependent ferromagnetic resonance setup to study the resonance conditions and the relaxation mechanisms in CoFeCrB thin films with varying Cr concentrations.

A complete, permanent, and automated temperature dependent ferromagnetic resonance setup has been developed. This setup enables broadband measurements between 26.5 GHz and 40 GHz at temperatures between 4 K and 300 K. It uses a 9.4 T superconducting magnet as the external magnetic field source for sample saturation, thus allowing measurements at higher frequencies. The sample temperature is controlled by a variable temperature insert with a cooled helium closed circuit. Excitation and detection are performed using a microwave circuit consisting of a shorted coaxial-waveguide adapter, a diode, and a lock-in amplifier. A modulation coil was designed to modulate the external magnetic field. Automating the measurements with *LabView* enabled the execution of 240 ferromagnetic resonance measurements over a 7 week period.

The data analysis process relies on a formalism based on solving the Landau-Lifshitz-Gilbert equation, taking into account the various effective magnetic anisotropy fields present in the material under study. This analysis allowed the extraction of key material parameters as a function of temperature, like the effective internal field H_{eff}, the Gilbert damping con-

stant α, the two magnon scattering constant Γ_0, and the internal field variation constant $\Delta\theta$. The values observed at room temperature validated the performance of the setup and verified the reproducibility of C. Lacroix's measurements. This comparison identified certain limitations of the setup, such as the difficulty of ensuring the orientation of the external magnetic field relative to the sample and the presence of a background signal not originating from the sample. The key parameters α, Γ_0, and $\Delta\theta$ showed no clear temperature dependence, but a dependence on Cr concentration was observed, as reported by C. Lacroix. The temperature dependence of the internal effective field H_{eff} could be explained by the power law temperature dependence of the saturation magnetization M_s and by the linear temperature dependence of the surface anisotropy constant K_s. The observed behavior of α as a function of temperature seems to indicate that intrinsic relaxation is mainly due to spin-orbit interaction and that the electrical conductivity is dominated by impurities and disorder.

Future work related to this project is proposed to complete the study and to better conclude on the behavior of relaxation mechanisms in CoFeCrB thin films, namely measurements at higher frequencies between 40 GHz and 65 GHz and perhaps even up to 110 GHz, measurements of electrical conductivity as a function of temperature and measurements of saturation magnetization as a function of temperature.

TABLE DES MATIÈRES

DÉDICACE iii

REMERCIEMENTS iv

RÉSUMÉ v

ABSTRACT vii

LISTE DES TABLEAUX xii

LISTE DES FIGURES xiii

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS xviii

LISTE DES ANNEXES xx

CHAPITRE 1 INTRODUCTION 1
1.1 Résonance ferromagnétique 1
1.2 Contexte de recherche 2
1.2.1 Thèse de doctorat de K. Oguz 2
1.2.2 Article publié par Christian Lacroix et al. 3
1.2.3 Mémoire actuel 5
1.3 Objectifs de recherche 5
1.4 Plan du mémoire 6

CHAPITRE 2 THÉORIE 7
2.1 Introduction aux concepts généraux de la résonance ferromagnétique 7
2.2 Condition de résonance 10
2.3 Mécanismes de relaxation 13
2.3.1 Mécanisme de relaxation intrinsèque 14
2.3.2 Mécanisme de relaxation D2M 15
2.3.3 Mécanisme de relaxation dû aux variations locales 16
2.3.4 Mécanismes de relaxation autres 17
2.3.5 Résumé des deux cas limites 17
2.4 Dépendance du champ effectif interne en fonction de la température 18
2.5 Paramètres importants pour l'étude des couches minces de CoFeCrB 19

CHAPITRE 3 MÉTHODES EXPÉRIMENTALES 21
3.1 Introduction aux méthodes expérimentales pour mesurer la résonance ferromagnétique 21
3.1.1 Méthodes de saturation par champ magnétique appliqué 21
3.1.2 Méthodes d'excitation 22
3.1.3 Méthodes de détection 24
3.2 Contraintes et spécifications du développement du montage 25
3.3 Développement du montage 27
3.3.1 Saturation par champ magnétique continu 27
3.3.2 Contrôle de la température 30
3.3.3 Excitation 34
3.3.4 Détection 38
3.3.5 Modulation du champ magnétique externe 40
3.3.6 Acquisition 43
3.3.7 Automatisation des mesures 44
3.4 Autres éléments du développement du montage 46
3.5 Caractéristiques des échantillons de CoFeCrB 49
3.6 Plan de mesure 52
3.7 Méthode d'analyse des données 54
3.8 Analyse d'incertitude 56
3.8.1 Sources d'incertitude 56
3.8.2 Incertitude sur les paramètres provenant de régressions non-linéaires 57
3.8.3 Propagation de l'incertitude à l'aide de la méthode Monte Carlo . . . 58

CHAPITRE 4 PRÉSENTATION ET DISCUSSION DES RÉSULTATS 60
4.1 Présentation et analyse des données brutes 60
4.1.1 Pics de résonance en fonction de la température 60
4.1.2 Retrait du signal d'arrière plan 63
4.1.3 Champ de résonance et largeur de résonance en fonction de la température 64
4.2 Comparaison des résultats à température ambiante 69
4.2.1 Condition de résonance 69
4.2.2 Largeur de résonance 72
4.3 Résultats en fonction de la température 76
4.3.1 Paramètres clés du CoFeCrB en fonction de la température 76
4.3.2 Comportement du champ effectif en fonction de la température . . . 81

4.4 Discussion sur les mécanismes de relaxation dans les couches minces de CoFeCrB 85

CHAPITRE 5 CONCLUSION 88
5.1 Synthèse des travaux 88
5.1.1 Montage de résonance ferromagnétique en fonction de la température 88
5.1.2 Étude des couches minces de CoFeCrB 89
5.2 Limites de la solution proposée 90
5.2.1 Limites du montage 90
5.2.2 Limites de l'étude des couches minces de CoFeCrB 91
5.3 Travaux futurs 92

RÉFÉRENCES 94

ANNEXES 96

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 3.1 Limites des rampes de champ pour chaque échantillon mesuré 29

Tableau 3.2 Liste des fréquences exactes utilisées pour les mesures de chaque échantillon 37

Tableau 3.3 Propriétés magnétiques des échantillons à $T = 290$ K. 50

Tableau 3.4 Paramètres clés pour la largeur de résonance des échantillons à $T = 290$ K. 51

Tableau 4.1 Comparaison entre les paramètres clés trouvées lors de l'analyse des données et ceux présentés dans l'article de C. Lacroix à température ambiante. 75

Tableau 4.2 Aimantations à saturation des couches minces de CoFeCrB rapportées par C. Lacroix et par K. Oguz. 81

Tableau 4.3 Paramètres du comportement en température de l'aimantation à saturation et de la constante d'anisotropie de surface. 85

LISTE DES FIGURES

Figure 2.1 Précession forcée. 8

Figure 2.2 Schéma d'un signal typique de résonance ferromagnétique. 9

Figure 2.3 Système de coordonnées utilisé où les variables sont définies dans le texte. 11

Figure 2.4 (a) Cas limite correspondant au champ externe parallèle à la couche mince, soit $\theta_H = \pi/2$. (b) Cas limite correspondant au champ externe perpendiculaire à la couche mince, soit $\theta_H = 0$. 13

Figure 3.1 (a) Tige contenu à l'intérieur de l'insertion à température variable avec le cylindre complètement à droite. (b) Plan rapproché du cylindre d'environ 48 mm de diamètre et 125 mm de longueur devant contenir les composantes. 26

Figure 3.2 Schéma du montage complet où les instruments, les composants RF et les connexions sont représentés. Les connexions sont séparés en trois catégories, soit les câbles coaxiaux 2.92 mm acheminant les micro-ondes (vert), les câbles coaxiaux BNC acheminant des voltages continus ou à très basse fréquence (rouge) et les câbles de communication acheminant les commandes (bleu). 28

Figure 3.3 Schéma de l'intérieur de l'insertion à température variable où l'adaptateur, la bobine de modulation, le capteur de température *Cernox* et l'échantillon sont représentés. Les connections sont aussi représentées et utilisent la même convention de couleurs que dans la figure 3.2. Les deux orientations de l'échantillon sont représentées, soit lorsque le champ externe est parallèle à l'échantillon (gauche) et lorsque le champ externe est perpendiculaire à l'échantillon (droite). 28

Figure 3.4 Schéma simplifié du circuit en boucle fermée d'hélium refroidi servant à contrôler la température de l'insertion où la valve, l'élément chauffant, la pompe et le réservoir sont montrés. 31

Figure 3.5 (a) Le support de capteur de température installé sur l'adaptateur avec les fils d'alimentation et de mesure du capteur *Cernox* sortant du côté. (b) Les mêmes composantes désinstallées afin d'observer l'emplacement du capteur de température *Cernox*. 32

Figure 3.6 (a) Premier côté de la boîte de transfert avec le connecteur à 12 broches *Fischer* où le numéro des broches est indiqué. (b) Deuxième côté de la boîte de transfert avec les 12 connecteurs BNC où le numéro de la broche correspondante est indiqué. 33
Figure 3.7 (a) L'adaptateur coaxial-guide d'onde avec la plaque d'aluminium installée au bout de la partie guide d'onde. (b) Les mêmes composantes désinstallées afin d'observer l'échantillon installé sur la face intérieur de la plaque d'aluminium. L'orientation du champ magnétique alternatif micro-onde **h** est aussi représenté. 35
Figure 3.8 (a) La source micro-onde placée sur une tablette près du haut de l'insertion afin de minimiser la longueur du câble coaxial en orange. (b) Le circulateur branché directement dans la source afin d'éviter d'utiliser un autre câble coaxial et la diode branchée directement dans le port de sortie du circulateur. 36
Figure 3.9 La disposition de l'adaptateur, du support de capteur de température et du câble coaxial à l'intérieur du cylindre allant au fonds de l'insertion au cœur de l'aimant pour l'orientation du champ magnétique continu parallèle à la couche mince. 38
Figure 3.10 Image du cylindre dans lequel la bobine de modulation a été intégrée où la coquille en aluminium, le support central en téflon et les fils d'alimentation de la bobine sont montrés. 41
Figure 3.11 Les connecteurs hermétiques BNC permettant d'alimenter la bobine ainsi que les plaques d'aluminium permettant de les installer à l'interface de l'insertion. 43
Figure 3.12 (a) La face de la boîte de transfert avec les 16 connecteurs BNC et leur numéro d'identification. (b) L'intérieur de la boîte de transfert avec la carte d'acquisition et la feuille indiquant la correspondance entre les broches et les connecteurs BNC. 45
Figure 3.13 (a) La bobonne d'hélium en bleu et le réservoir du circuit isolé d'hélium en vert. (b) Le tuyau à gauche qui connecte la bobonne à la pièce en «T», la valve en bleu permettant de pomper le tuyau et le connecteur rapide à droite servant à directement remplir le réservoir. 47
Figure 3.14 La structure de métal autour du montage permettant de ranger les câbles en hauteur et la tablette permettant d'installer les instruments près du haut de l'insertion. 48

Figure 3.15 (a) Le côté extérieur de l'interface pour l'insertion avec les 5 connecteurs. (b) Le côté intérieur de l'interface pour l'insertion. 49
Figure 4.1 Exemple de signaux de sortie du LIA bruts en fonction du champ magnétique externe pour deux températures pour l'échantillon CFB0 à 32.5 GHz avec le champ magnétique parallèle à la couche mince. . . . 61
Figure 4.2 Exemple de signaux de sortie du LIA combinés en fonction du champ magnétique externe pour deux températures pour l'échantillon CFB0 à 32.5 GHz avec le champ magnétique parallèle à la couche mince. . . 62
Figure 4.3 Exemple de signaux de sortie du LIA combinés en fonction du champ magnétique externe pour deux températures pour l'échantillon CFB0 à 26.5 GHz avec le champ magnétique perpendiculaire à la couche mince. 62
Figure 4.4 Comparaison entre une mesure avec et sans l'échantillon à l'intérieur de l'adaptateur. 64
Figure 4.5 Régressions non linéaires pour retirer l'arrière plan indésirable pour (a) l'échantillon CFB0 à 32.5 GHz et à 125 K avec le champ magnétique parallèle à la couche mince et (b) l'échantillon CFB0 à 26.5 GHz et à 125 K avec le champ magnétique perpendiculaire à la couche mince. (c) et (d) Signaux en X résultants du retrait de l'arrière plan pour les exemples (a) et (b) respectivement. 65
Figure 4.6 Résultat de la régression non linéaire sur le pic de résonance de l'échantillon CFB0 à 32.5 GHz et à 125 K avec le champ magnétique parallèle à la couche mince. 66
Figure 4.7 Le champ de résonance en fonction de la température pour les 3 échantillons et les deux orientations, soit lorsque le champ externe est parallèle (noir) et perpendiculaire (bleu) à la couche mince. 68
Figure 4.8 La largeur de résonance en fonction de la température pour les 3 échantillons et les deux orientations, soit lorsque le champ externe est parallèle (noir) et perpendiculaire (bleu) à la couche mince. 69
Figure 4.9 Comparaison entre les fréquences en fonction des champs de résonance (points) et les conditions de résonance prédites par les paramètres de l'article de C. Lacroix (courbes) à température ambiante pour l'orientation parallèle (noir) et perpendiculaire (bleu). 70
Figure 4.10 Résultats des régressions sur la condition de résonance à température ambiante pour l'orientation parallèle (noir) et perpendiculaire (bleu) qui prend en compte l'angle du champ externe. 72

Figure 4.11 Comparaison entre les largeurs de résonance mesurées en fonction de la fréquence (points) et celles prédites par les paramètres de l'article de C. Lacroix (courbes) à température ambiante pour l'orientation parallèle (noir) et perpendiculaire (bleu). 73
Figure 4.12 Résultats des régressions sur les largeurs de résonance en fonction de la fréquence à température ambiante pour l'orientation parallèle (noir) et perpendiculaire (bleu). 74
Figure 4.13 Champ effectif interne en fonction de la température pour les 3 échantillons. 77
Figure 4.14 Angle entre le champ externe et la normale de la couche mince en fonction de la température lors des mesures perpendiculaires pour les 3 échantillons. 77
Figure 4.15 Constante de Gilbert en fonction de la température pour les 3 échantillons. 78
Figure 4.16 Constante de diffusion 2 magnons (D2M) en fonction de la température pour les 3 échantillons. 79
Figure 4.17 Constante de variation du champ interne en fonction de la température pour l'échantillon CFB0. 80
Figure 4.18 Largeur de résonance autre en fonction de la température pour les 3 échantillons. 80
Figure 4.19 Comparaison entre les points expérimentaux de champ effectif interne et les courbes de champ effectif interne prédites par les lois de puissance d'aimantation à saturation en fonction de la température pour les 3 échantillons. 83
Figure 4.20 Constante d'anisotropie de surface en fonction de la température pour les 3 échantillons. 84
Figure 4.21 Résultats des régressions non linéaires sur le champ effectif interne en fonction de la température en considérant l'aimantation à saturation comme une loi de puissance et la constante d'anisotropie de surface comme une droite pour les 3 échantillons. 85
Figure 4.22 Taux de relaxation magnétique en fonction de la température pour les 3 échantillons. 87
Figure A.1 (a) État du laboratoire de magnétisme lors de la livraison du système cryogénique en 2021. (b) État du laboratoire de magnétisme à la fin du présent projet de maîtrise en 2025. 96

Figure B.1 L'erreur relative de l'incertitude de la pente et de l'ordonnée à l'origine en fonction du nombre d'itérations Monte Carlo. 98

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS

Sigles

M_s	Aimantation à saturation
$\mathbf{M}$	Vecteur d'aimantation
$\mathbf{H_{in}}$	Vecteur de champ interne
$\mathbf{h}$	Vecteur de faible champ magnétique alternatif
γ	Ratio gyromagnétique
μ_0	Perméabilité du vide
α_{tot}	Paramètre d'amortissement phénoménologique total
g	Facteur g magnétique
μ_B	Magnéton de Bohr
$\hbar$	Constante de Planck réduite
ω_{res}	Fréquence angulaire de résonance
U	Énergie libre interne
θ	Angle polaire des coordonnées sphériques
ϕ	Angle azimutal des coordonnées sphériques
θ_0	Angle polaire du vecteur d'aimantation à l'équilibre
ϕ_0	Angle azimutal du vecteur d'aimantation à l'équilibre
$\mathbf{H}$	Vecteur de champ externe
U_z	Énergie Zeeman
H_0	Module du champ externe
θ_H	Angle polaire du vecteur de champ externe
ϕ_H	Angle azimutal du vecteur de champ externe
U_{an}	Énergie d'anisotropie magnétique uniaxiale
K_{eff}	Constante d'anisotropie effective
H_{eff}	Champ d'anisotropie effectif interne
N	Facteur de forme
K_s	Constante d'anisotropie de surface
ΔH	Largeur de résonance totale
ΔH_α	Largeur de résonance due au mécanisme de relaxation intrinsèque
ΔH_{2m}	Largeur de résonance due à la diffusion 2 magnons
ΔH_θ	Largeur de résonance due aux fluctuations locales du champ interne
ΔH_0	Largeur de résonance due aux mécanismes de relaxation autres

α	Constante de Gilbert
k	Module de vecteur d'onde
Γ_0	Constante de diffusion 2 magnons
H_{res}	Champ magnétique de résonance
$\Delta\theta$	Constante de variation du champ interne
T	Température
M_{s0}	Aimantation à saturation à T=0 K
T_c	Température de Curie
β	Exposant caractéristique
K_{s0}	Constante d'anisotropie de surface à T=0 K
A_1	Amplitude du pic de résonance
ϕ_{mix}	Angle de mixage
A_2	Arrière plan du pic de résonance
b_i	Paramètres de régression
χ^2	Hypersurface de l'erreur quadratique
A	Matrice de courbure
C	Matrice de covariance
α_{b_i}	Incertitudes des paramètres de régression

Abréviations

FMR	Ferromagnetic Resonance
LLG	Landau-Lifshitz-Gilbert
YIG	Yttrium Iron Garnet
CFB0	$Co_{40}Fe_{40}B_{20}$
CFB4	$Co_{40}Fe_{36}Cr_4B_{20}$
CFB8	$Co_{40}Fe_{32}Cr_8B_{20}$
CFB18	$Co_{40}Fe_{22}Cr_{18}B_{20}$
EPR	Electron Paramagnetic Resonance
NMR	Nuclear Magnetic Resonance
D2M	diffusion 2 magnons
RF	Radio Frequency
VNA	Vector Network Analyzer
LIA	Lock-in Amplifier
PID	Proportional-Integral-Derivative
NI	National Instruments

LISTE DES ANNEXES

Annexe A Évolution du laboratoire de magnétisme 96
Annexe B Justification du nombre d'itérations Monte Carlo pour l'analyse d'incertitude 97

CHAPITRE 1 INTRODUCTION

1.1 Résonance ferromagnétique

La résonance ferromagnétique (FMR) est un phénomène physique bien connu depuis le milieu du 20^{e} siècle. En effet, après la Seconde Guerre mondiale, plusieurs documents reliés à la recherche radar ou micro-onde ont été déclassifiés. Ces recherches contenaient notamment plusieurs observations de comportements non expliqués pour les matériaux magnétiques. À cette époque, la résonance magnétique était déjà connue dans certains matériaux magnétiques. En 1935, la résonance magnétique avait été expliquée dans l'article publié par Landau et Lifshitz où ils posent l'hypothèse que la résonance ferromagnétique est causé par la précession de Larmor [1]. Dans cet article, ils proposent une équation décrivant la dynamique de l'aimantation dans un solide lors de la résonance. La première observation et la découverte de la résonance ferromagnétique est souvent attribuée au physicien James Griffiths en 1946 lorsqu'il observe une condition de résonance significativement différente de celle prédite par la précession de Larmor [2]. L'explication formelle du phénomène arrive en 1948 avec l'article de Charles Kittel où il introduit le concept de champ effectif important causé par l'anisotropie dans les matériaux ferromagnétiques [3]. Finalement, en 1955, Thomas Gilbert va raffiner la théorie de Landau et Lifshitz et va proposer une nouvelle forme de l'équation de Landau-Lifshitz en modifiant le terme d'amortissement [4]. Cette nouvelle forme de l'équation est appelé l'équation de Landau-Lifshitz-Gilbert (LLG). L'équation LLG est aujourd'hui utilisée pour décrire la dynamique de l'aimantation dans les solides lors de la résonance ferromagnétique.

Aujourd'hui, la résonance ferromagnétique est surtout utilisée comme méthode de caractérisation pour des matériaux ferromagnétiques. En effet, l'étude de ce phénomène physique permet de mieux comprendre les différents mécanismes présents dans les solides ferromagnétiques, tels que les différentes contributions au champ effectif. La variation des trois paramètres expérimentaux importants de la résonance ferromagnétique permet de distinguer ces différentes contributions et de connaître leur importance relative. Effectivement, en faisant varier la fréquence d'excitation micro-onde, l'angle entre le champ externe et l'échantillon ou la température de l'échantillon, il est possible d'étudier les différentes sources d'anisotropie et les différentes contributions aux mécanismes de relaxation.

La résonance ferromagnétique peut aussi être exploitée dans le but de concevoir des dis-

positifs tels que des oscillateurs de référence dans le domaine micro-onde ou des capteurs de champ magnétique ultrasensible. Le matériau de prédilection pour ces applications est le grenat de fer et d'yttrium (YIG). En effet, le YIG est le matériau ferromagnétique ayant le plus faible largeur de résonance connue. Cet attribut permet son utilisation dans des applications où la sensibilité et l'exactitude sont essentielles. D'autres applications pourraient nécessiter des attributs différents comme une anisotropie élevée ou un champ effectif très élevé. La caractérisation des matériaux à l'aide de la résonance ferromagnétique permet de faire avancer la recherche des matériaux ferromagnétiques vers ces applications.

1.2 Contexte de recherche

Ce projet de recherche mené dans le cadre d'une maîtrise de recherche au laboratoire de magnétisme de Polytechnique Montréal est la suite d'une série de travaux ayant débutés en 2010. En effet, l'idée pour ce projet de recherche est née à la suite de la publication d'un article de Christian Lacroix et al. en 2023 [5], qui est un professionnel de recherche au Laboratoire de Supraconductivité et Magnétisme (LSM). Ces travaux faisait suite à la thèse de doctorat d'un collaborateur nommé Kaan Oguz du *Trinity College* à Dublin, en Irlande [6]. L'origine et le contexte du présent projet de recherche est alors présenté dans les sous-sections suivantes.

1.2.1 Thèse de doctorat de K. Oguz

Les travaux en lien avec le présent projet de maîtrise débutent donc avec la thèse de doctorat de Kaan Oguz rédigée en 2010 et dont le sujet était le renversement de l'aimantation par couplage de spins dans des jonctions tunnels magnétiques à base de CoFeB et de MgO [6]. Les jonctions tunnels magnétiques sont des dispositifs magnétorésistifs composés de deux couches ferromagnétiques séparées par une couche isolante très mince permettant le passage d'un courant à travers le dispositif par effet tunnel. Une des couches ferromagnétiques possède une aimantation fixée tandis que l'autre possède une aimantation libre. Ainsi, le dispositif possède deux états résistifs distincts, soit lorsque les aimantations des deux couches sont parallèles et antiparallèles. La présence de ces deux états contrôlables par le champ magnétique externe ou par le courant traversant le dispositif permet d'envisager l'utilisation de ces jonctions tunnels dans des applications de mémoires magnétiques (MRAM). En effet, il est possible de renverser l'aimantation de la couche libre avec un champ magnétique externe, mais il est aussi possible de renverser l'aimantation en appliquant un courant assez fort et en exploitant le phénomène de couplage de spin entre les deux couches ferromagnétiques. Ce courant spécifique est appelé le courant critique J_c et il peut être exprimé par l'équation

$$J_c \propto \alpha M_s \left(H_0 + H_{eff}\right) / \eta \tag{1.1}$$

où α est la constante de relaxation magnétique, M_s est l'aimantation à saturation de la couche ferromagnétique et η est l'efficacité d'injection de spins [7]. La prémisse initiale de K. Oguz était de trouver de potentiels matériaux magnétiques permettant de réduire ce courant critique nécessaire au renversement de l'aimantation par couplage de spin dans ces jonctions tunnels. Il a donc émis l'hypothèse qu'il fallait trouver un matériau ferromagnétiques ayant une plus faible aimantation à saturation M_s que le CoFeB utilisé, ce qui permettrait de réduire le courant critique. Pour ce faire, il a proposé de substituer des atomes de Fe par des atomes de Cr dans des couches minces amorphes de CoFeB. Il a choisi un matériau ferromagnétique amorphe, car leur aimantation est plus facile à contrôler. Selon lui, cette substitution permettrait de réduire significativement l'aimantation à saturation.

Ainsi, dans le cadre de son doctorat, il a fabriqué des couches minces de CoFeCrB avec plusieurs concentrations de Cr. Une étude des propriétés magnétiques de ces échantillons en fonction de la concentration de Cr a ensuite été effectuée. Effectivement, des courbes d'hystérésis ont été mesurées pour chaque échantillon afin de trouver leur aimantation à saturation M_s. Une diminution quasi linéaire de l'aimantation à saturation en fonction de la concentration de Cr a pu être observée. Il a pu conclure que la substitution de Cr dans les couches minces de CoFeB permet effectivement de réduire l'aimantation à saturation et a étudié l'effet de la concentration de Cr sur le fonctionnement des jonctions tunnels magnétiques.

1.2.2 Article publié par Christian Lacroix et al.

À la suite des travaux de K. Oguz, un aspect important de la caractérisation des couches minces de CoFeCrB n'avait pas été étudié. En effet, en plus de l'aimantation à saturation, les mécanismes de relaxation magnétiques influencent le courant critique nécessaire au renversement de l'aimantation. Cet effet se manifeste à travers la constante de relaxation magnétique α dans l'équation 1.1. Ainsi, pour compléter l'étude, C. Lacroix s'est intéressé à l'effet de la substitution de Cr sur les mécanismes de relaxation. Il cherchait à comprendre le potentiel compromis entre la diminution de l'aimantation à saturation et l'augmentation de la largeur de résonance en fonction de la concentration de Cr. Il a alors publié les résultats de cette étude dans un article publié en 2023 [5].

Pour réussir cet objectif, de nouvelles couches minces de CoFeCrB amorphes ont été fabriquées avec des concentrations de Cr de 0%, 4%, 8% et 18%. Ceux-ci ont nommés respec-

tivement CFB0, CFB4, CFB8 et CFB18 par simplicité. Ces échantillons étaient de forme carrée d'environ 1 mm x 1 mm et avaient une épaisseur de 30 nm. Une caractérisation complète de ces échantillons a ensuite été effectuée. Premièrement, une analyse aux rayons X a permis de confirmer l'épaisseur des échantillons et l'absence de structure cristalline. Ensuite, une analyse de la conductivité a permis de mesurer la résistivité des échantillons en fonction de la concentration de Cr. Finalement, des courbes d'hystérésis ont été mesurées pour trouver l'aimantation à saturation de chaque échantillon.

Ensuite, dans le cadre de l'étude des mécanismes de relaxation en fonction de la concentration de Cr, des mesures de résonance ferromagnétique ont été effectuées en variant la fréquence d'excitation micro-onde et l'angle entre le champ externe et l'échantillon. Pour les mesures en fonction de la fréquence, deux orientations limites des échantillons ont permis de distinguer les mécanismes de relaxation, soit l'orientation où le champ externe est parallèle à la couche mince et l'orientation où le champ externe est perpendiculaire à la couche mince. L'analyse de la condition de résonance a permis de calculer le champ effectif et le ratio gyromagnétique de chaque échantillon. Avec la valeur du champ effectif et de l'aimantation à saturation, C. Lacroix a pu quantifier la constante d'anisotropie de surface présente dans les couches minces. L'analyse de la largeur de résonance a permis de distinguer les différentes contributions aux mécanismes de relaxation, soit la relaxation intrinsèque, la diffusion 2 magnons et la fluctuation locale du champ interne.

Ainsi, le comportement de la résonance ferromagnétique en fonction de la fréquence et de l'angle est très bien détaillé dans l'article de C. Lacroix et cela pour chaque concentration de Cr. Il est à noter par contre que l'entièreté de ces mesures ont été effectuées à température ambiante. Cette étude a permis de conclure que la largeur de résonance augmente en fonction de la concentration de Cr. Cette augmentation de la relaxation magnétique vient en partie contrer l'effet de la diminution de l'aimantation à saturation sur la détermination du courant critique. Cela dit, une conclusion de l'article explique que la majorité de la relaxation extrinsèque est due à la diffusion 2 magnons et que celle-ci peut être limitée par la diminution des défauts.

Un autre résultat important de l'article de C. Lacroix est en lien avec la nature de la relaxation magnétique intrinsèque des couches minces de CoFeCrB. En effet, l'étude a mis en lumière le fait que le taux de relaxation magnétique est inversement proportionnel à la résistivité de l'échantillon, ce qui est caractéristique de la relaxation magnétique dominée par les défauts dans le matériau. Ce comportement est généralement observé à basse température

où les phonons sont négligeables et donc les défauts sont dominants. Comme l'étude de C. Lacroix a été effectuée seulement à température ambiante, une étude des mécanismes de relaxation en fonction de la température est nécessaire pour bien comprendre la nature de la relaxation magnétique.

1.2.3 Mémoire actuel

À la suite des travaux de C. Lacroix, une étude de la résonance ferromagnétique en fonction de la température de l'échantillon était nécessaire pour finaliser l'étude des couches minces de CoFeCrB et bien comprendre la nature de la relaxation magnétique. En effet, une étude du taux de relaxation magnétique en fonction de la température pourrait confirmer ou infirmer l'hypothèse émise par C. Lacroix que la relaxation des couches minces de CoFeCrB est dominée par les défauts jusqu'à température ambiante. Cette analyse n'a pas été effectuée par C. Lacroix, car les capacités expérimentales nécessaires pour faire des mesures de résonance ferromagnétique en contrôlant la température de l'échantillon n'existaient pas au laboratoire de magnétisme. Ainsi, le présent projet de maîtrise a été mis en place pour combler ce besoin. Premièrement, il fallait développer un montage permettant d'effectuer ces mesures et deuxièmement, il fallait effectuer ces mesures avec les mêmes échantillons que dans les travaux de C. Lacroix. La réalisation de ce projet permettrait donc de compléter l'étude de couches minces de CoFeCrB et de conclure sur l'utilisation de ce matériau pour la fabrication de jonction tunnels magnétiques.

1.3 Objectifs de recherche

L'objectif principal du projet est de développer un montage de résonance ferromagnétique en fonction de la température afin d'étudier la condition de résonance et les mécanismes de relaxation dans des couches minces de CoFeCrB avec des concentrations différentes de Cr. Afin de réaliser cet objectif, le projet se sépare en deux sous-objectifs :

1. Développer un montage complet, permanent et automatisé permettant de prendre des mesures FMR à large bande (26.5 GHz à 40 GHz) à des températures allant de 4 K à 300 K avec un aimant supraconducteur de 9.4 T et pour des échantillons à faible signal.
2. Étudier la condition de résonance et les différents mécanismes de relaxations en fonction de la température dans les 3 échantillons de CoFeCrB à deux orientations différentes.

1.4 Plan du mémoire

Suivant cette introduction, le présent mémoire est séparé en 4 chapitres.

- Chapitre 2 - Théorie : Ce chapitre présente tout d'abord les principaux concepts théoriques de la résonance ferromagnétique. Ensuite, il présente les principales équations qui décrivent la résonance ferromagnétique, plus particulièrement, les équations qui décrivent les différents mécanismes de relaxations présents dans des couches minces de matériaux amorphes. De plus, la dépendance de l'aimantation à saturation en fonction de la température est présentée. Finalement, ce chapitre présente les paramètres clés à analyser dans le cadre de l'étude des couches minces de CoFeCrB.
- Chapitre 3 - Méthodes expérimentales : Ce chapitre présente tout d'abord les méthodes expérimentales les plus répandues pour la résonance ferromagnétique. Ensuite, il présente tout le processus de développement du montage, soit les choix et les contraintes de conception ainsi que les spécifications finales du système. Les principales caractéristiques des échantillons sont rapportées dans ce chapitre. De plus, le plan de mesure pour l'étude complète des couches minces de CoFeCrB est détaillé. Finalement, ce chapitre présente les bases de l'analyse des données ainsi que les bases théoriques et la méthodologie de l'analyse d'incertitude effectuée lors cette étude.
- Chapitre 4 - Présentation et discussion des résultats : Ce chapitre présente les résultats des mesures effectuées avec le nouveau montage ainsi que toutes les étapes de l'analyse des données brutes jusqu'à l'analyse d'incertitudes. La première partie de ce chapitre est une comparaison des résultats avec ceux contenus dans l'article de C. Lacroix [5] pour valider les performances du système et assurer la reproductibilité des mesures. Finalement, la seconde partie porte sur le comportement des différents paramètres clés de la résonance ferromagnétique en fonction de la température.
- Chapitre 5 - Conclusion : Ce chapitre rapporte les répercussions des résultats obtenus dans ce projet sur l'étude des couches minces de CoFeCrB. Aussi, il présente les limites et les améliorations possibles du montage ainsi que les travaux futurs pour finaliser l'analyse de ces matériaux.

CHAPITRE 2 THÉORIE

2.1 Introduction aux concepts généraux de la résonance ferromagnétique

La résonance ferromagnétique (FMR) est un principe physique présent dans les matériaux ferromagnétiques, analogue à la résonance paramagnétique électronique (EPR) ou la résonance magnétique nucléaire (NMR) qui sont des concepts généralement plus connus. La résonance ferromagnétique dépend de la présence d'une aimantation macroscopique **M** dans le matériau ferromagnétique. Cette aimantation macroscopique est due à la présence de domaines magnétiques où tous les moments magnétiques élémentaires sont alignées en raison de l'énergie d'échange. En présence d'un champ magnétique externe, ces domaines magnétiques vont commencer à se combiner et à s'aligner les uns après les autres avec le champ externe, plus celui-ci devient fort. Lorsque tous les domaines magnétiques se sont combinés et alignés, il y a l'apparition de l'état de saturation où l'aimantation macroscopique est maximale. Le module de cette aimantation macroscopique dans cet état est appelée l'aimantation à saturation M_s. Même si la résonance est possible dans un état de non saturation, la résonance ferromagnétique est presque toujours mesurée lorsque le matériau magnétique est saturé. La saturation permet non seulement de simplifier l'analyse théorique, car elle permet de considérer l'aimantation comme un vecteur de norme constante, mais aussi de mieux sonder les propriétés magnétiques du matériau en partie grâce à une plus forte aimantation.

Le phénomène de la résonance ferromagnétique s'explique par la précession de l'aimantation macroscopique autour du champ interne. Il est à noter que le champ interne $\mathbf{H_{in}}$ est la somme du champ externe et des champs internes locaux causés par exemple par l'effet de forme ou l'anisotropie. Les principales contributions aux champs locaux pour des matériaux ferromagnétiques sont le champ de désaimantation dû aux interactions dipolaires qui dépendent de la forme de l'échantillon, le champ effectif d'anisotropie magnétocristalline uniaxial ou cubique dû à la structure cristalline de l'échantillon et le champ effectif d'anisotropie de surface dû aux interfaces de l'échantillon. Lors d'une précession libre, c'est-à-dire sans la présence d'une excitation, l'aimantation finit par s'aligner tout simplement avec le champ interne et il n'y a pas de résonance. Or, lorsque le matériau est soumis à une excitation sous la forme d'un champ magnétique alternatif **h** perpendiculaire au champ interne, l'aimantation continue de tourner autour du champ interne à la fréquence de l'excitation **h**, c'est une précession forcée. Un schéma de cette précession forcée est présenté dans la figure 2.1.

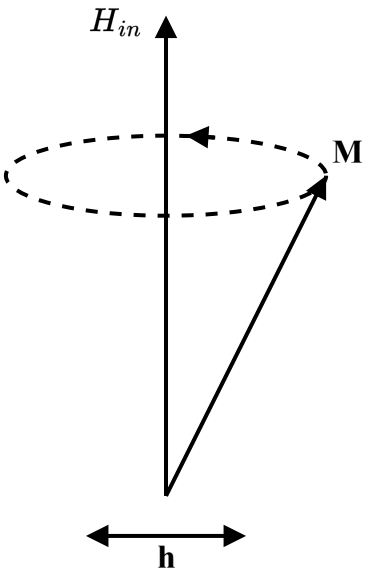


FIGURE 2.1 Précession forcée.

En particulier, il existe une combinaison spécifique de fréquence d'excitation et de module du champ interne pour laquelle l'amplitude de la précession est maximale. Cette relation est appelé la condition de résonance ferromagnétique et dépend du matériau. Pour la plupart des matériaux ferromagnétiques, la condition de résonance est étudiée dans les fréquences micro-ondes (8-110 GHz) et dans les champs internes de 0 à 5 T. La fréquence de résonance peut être plus élevée mais il faut un champ interne de plus en plus élevé pour satisfaire la condition et les limites expérimentales de la plupart des aimants commerciaux sont atteintes.

Ainsi, il faut rassembler trois composantes importantes pour obtenir une résonance ferromagnétique : un échantillon ferromagnétique, un fort champ magnétique externe et un faible champ magnétique alternatif perpendiculaire au champ interne. Il existe plusieurs manières différentes de réunir ces trois composantes, elles seront présentées brièvement dans la section 3.1.La méthode de détection de la résonance ferromagnétique la plus courante est de mesurer la variation d'absorption de l'échantillon lors de la résonance. La figure 2.2 présente un schéma d'un signal typique de résonance ferromagnétique. Les paramètres à identifier pour caractériser le signal de résonance ferromagnétique sont le champ de résonance H_{res} et la largeur de résonance ΔH. Les paramètres expérimentaux les plus importants pour l'étude de la résonance ferromagnétique sont la fréquence d'excitation micro-onde, l'angle entre le champ externe et l'échantillon ainsi que la température de l'échantillon. La variation de ces paramètres importants lors de mesures de résonance ferromagnétique permet de faire l'étude complète des mécanismes magnétiques de l'échantillon.

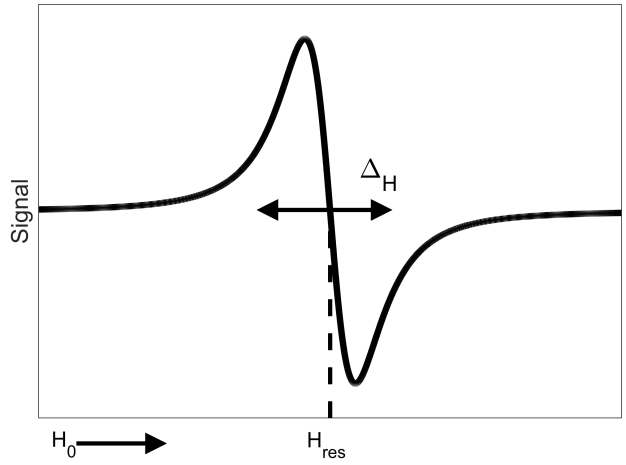


FIGURE 2.2 Schéma d'un signal typique de résonance ferromagnétique.

Tel que mentionné dans la section 1.1, la dynamique de l'aimantation lors de la précession forcée est décrite par l'équation LLG. Cette équation permet de déterminer la relation exacte entre le vecteur d'aimantation et le vecteur de champ interne lors de la résonance ferromagnétique. Dans le cadre de ce projet, l'état de saturation est toujours assumé, ce qui implique un module constant de l'aimantation égal à M_s et l'équation LLG prend donc la forme

$$\frac{d\mathbf{M}}{dt} = -\mu_0\gamma\mathbf{M} \times \mathbf{H_{in}} + \frac{\alpha_{tot}}{M_s}\mathbf{M} \times \frac{d\mathbf{M}}{dt} \tag{2.1}$$

où $\mathbf{M}$ est le vecteur d'aimantation, M_s est l'aimantation à saturation, $\mathbf{H_{in}}$ est le vecteur du champ interne, γ est le ratio gyromagnétique, μ_0 est la perméabilité du vide et α_{tot} est le paramètre d'amortissement phénoménologique total. Le paramètre α_{tot} est considéré constant, ce qui est cohérent avec l'hypothèse d'une aimantation à module constant. Le ratio gyromagnétique γ est

$$\gamma = \frac{g\mu_B}{\hbar} \tag{2.2}$$

où g est la facteur g magnétique, μ_B est le magnéton de Bohr et $\hbar$ est la constante de Planck réduite. Le ratio gyromagnétique γ possède les unités de rad/s·T tandis que le paramètre d'amortissement α_{tot} ne possède pas d'unités. Le champ interne $\mathbf{H_{in}}$ dans l'équation 2.1 est le champ présent à l'intérieur du matériau magnétique soit la somme du champ externe et des différents champs locaux. Le premier terme de l'équation LLG correspond à la précession de l'aimantation autour du champ interne et le second terme correspond aux pertes

magnétiques qui causent l'amortissement de la précession. L'analyse de cette équation pour un matériau donné permet de déterminer la condition de résonance de ce matériau ainsi que ces mécanismes de relaxation.

2.2 Condition de résonance

La condition de résonance est la relation la plus importante dans l'analyse de la résonance ferromagnétique. Cette équation définit le lien direct entre la fréquence de résonance et le champ de résonance. À partir de l'équation LLG, il y a deux grandes approches pour trouver la condition de résonance, soit l'approche de Kittel qui consiste à résoudre directement l'équation différentielle à l'aide de plusieurs approximations et hypothèses ou l'approche de Smit-Suhl qui consiste à passer par l'énergie interne et qui est plus générale [8]. Par souci de généralité, l'approche présentée dans ce mémoire sera celle de Smit-Suhl [9].

La condition de résonance donnée par l'approche de Smit-Suhl est

$$\omega_{res} = \frac{\gamma}{M_s \sin\theta_0} \left[\frac{\partial^2 U}{\partial \theta^2} \frac{\partial^2 U}{\partial \phi^2} - \left(\frac{\partial^2 U}{\partial \theta \partial \phi} \right)^2 \right]^{1/2}_{\theta_0, \phi_0} \tag{2.3}$$

où U est l'énergie libre interne, θ et ϕ sont les angles du vecteur d'aimantation en coordonnées sphériques et θ_0 et ϕ_0 sont les angles du vecteur d'aimantation à l'équilibre. Ainsi, pour trouver la condition de résonance, il suffit de trouver l'expression appropriée de l'énergie libre interne pour l'échantillon à l'étude pour ensuite déterminer la position à l'équilibre de l'aimantation. Il est à noter que les vecteurs seront toujours exprimés en coordonnées sphériques avec le système de coordonnées standard, soit l'axe $+x$ comme référence pour l'angle ϕ et l'axe $+z$ comme référence pour l'angle θ. Aussi, il est noter que la couche mince est positionnée dans le plan xy dans système de coordonnées. Le système de coordonnées utilisé tout au long de ce mémoire est présenté dans la figure 2.3.

Dans le cas des couches minces de CoFeB avec des substitutions de Cr, la première contribution à l'énergie libre interne est l'énergie Zeeman due à l'interaction entre le champ externe $\mathbf{H}$ et l'aimantation $\mathbf{M}$, soit

$$\begin{aligned} U_z &= -\mu_0 \mathbf{M} \cdot \mathbf{H} \\ &= -\mu_0 M_s H_0 \left(\sin\theta \sin\theta_H \cos\phi \cos\phi_H + \sin\theta \sin\theta_H \sin\phi \sin\phi_H + \cos\theta \cos\theta_H \right) \\ &= -\mu_0 M_s H_0 \left(\sin\theta \sin\theta_H \cos\phi + \cos\theta \cos\theta_H \right) \qquad \text{avec} \quad \phi_H = 0. \end{aligned} \tag{2.4}$$

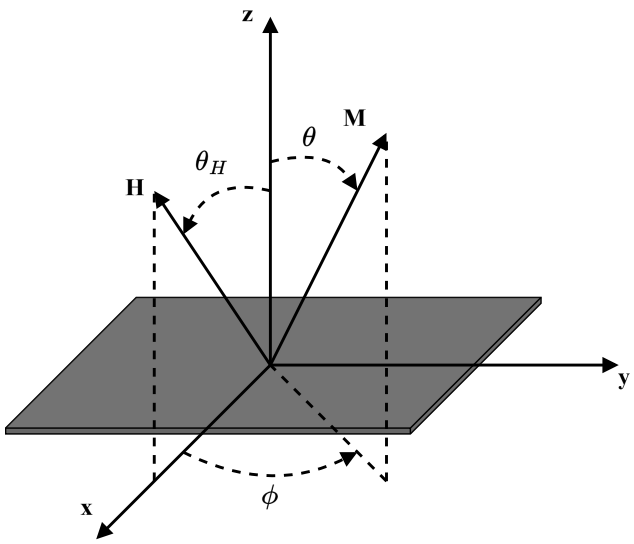


FIGURE 2.3 Système de coordonnées utilisé où les variables sont définies dans le texte.

Comme la couche mince peut être considérée comme un plan infini, la position azimutale du champ externe **H** n'affecte en rien le phénomène physique, seul l'angle entre le champ externe et la normale à la couche mince importe, soit l'angle θ_H. Ainsi, par simplicité, $\phi_H = 0$ est choisit. La deuxième contribution à l'énergie libre interne est l'énergie d'anisotropie magnétique uniaxiale, soit

$$U_{an} = -K_{eff} \sin^2 \theta. \tag{2.5}$$

Ici, les contributions à l'énergie d'anisotropie magnétique ont été combinées dans une constante d'anisotropie effective K_{eff}. Il est à noter K_{eff} est une constante positive. Cette constante d'anisotropie effective peut être convertie en un champ d'anisotropie effectif interne H_{eff} avec l'équation

$$K_{eff} = \frac{\mu_0 M_s H_{eff}}{2}. \tag{2.6}$$

Le champ effectif interne est une manière phénoménologique de représenter l'anisotropie magnétique dans un échantillon magnétique. Dans le cas de notre étude, les couches minces de CoFeCrB possèdent deux contributions à l'anisotropie magnétique uniaxiale, soit le champ de désaimantation dû à l'effet de forme et l'anisotropie de surface dû aux interfaces [5]. Il est noter que comme les couches minces de CoFeB sont essentiellement amorphes, alors l'anisotropie magnétocristalline est négligeable. Ainsi, la constante d'anisotropie effective

peut être exprimée avec l'équation

$$K_{eff} = \frac{\mu_0 N M_s^2}{2} + K_s \tag{2.7}$$

où N est le facteur de forme et K_s est la constante d'anisotropie de surface. Comme son nom l'indique, le facteur de forme N dépend de la forme de l'échantillon, mais aussi de l'orientation du champ externe. Pour une sphère par exemple, le facteur de forme est $N = 1/3$ et pour une couche mince, il est égal à 1 si le champ externe est perpendiculaire à la couche et est presque nul si le champ externe est parallèle à la couche [8]. C'est pour cette raison que pour une couche mince, l'anisotropie de forme peut être considérée comme une anisotropie uniaxiale selon l'axe perpendiculaire à la couche mince. Ainsi, l'énergie libre interne à utiliser dans l'équation 2.3 pour trouver la condition de résonance est

$$U = -\mu_0 M_s \left[H_0 \left(\sin\theta \sin\theta_H \cos\phi + \cos\theta \cos\theta_H \right) + \frac{H_{eff}}{2} \sin^2\theta \right] \tag{2.8}$$

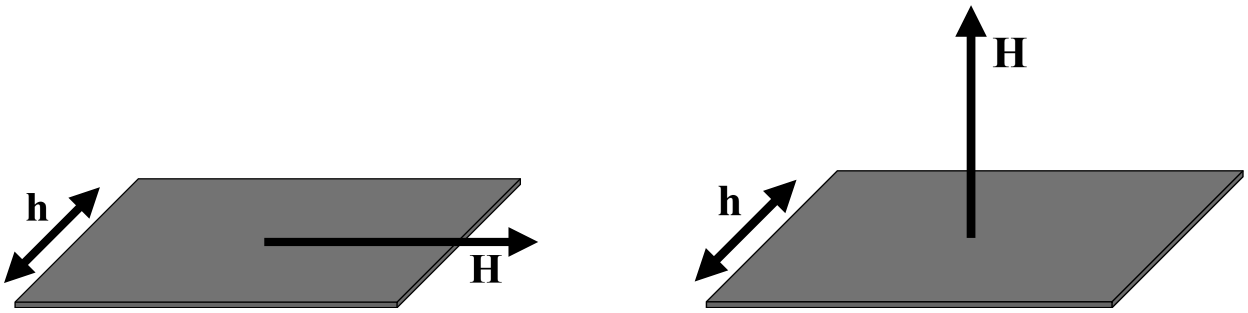
Il faut maintenant trouver la position d'équilibre de l'aimantation en minimisant l'énergie libre interne. Il faut donc trouver les premières dérivées de l'équation 2.8 par rapport aux angles θ et ϕ. Ces dérivées permettent de trouver les angles d'équilibre θ_0 et ϕ_0, soit

$$\begin{aligned} \frac{\partial U}{\partial \theta} = 0 \quad &\longrightarrow \quad \sin 2\theta_0 = 2\frac{H_0}{H_{eff}} \sin\left(\theta_0 - \theta_H\right) \\ \frac{\partial U}{\partial \phi} = 0 \quad &\longrightarrow \quad \phi_0 = 0 \end{aligned} \tag{2.9}$$

Il est noter que l'équation pour trouver l'angle θ_0 est transcendante, il va donc falloir la résoudre numériquement. Il ne reste plus qu'à évaluer les trois dérivées secondes de l'énergie libre interne aux angles d'équilibre pour trouver la condition de résonance. Ainsi, la condition de résonance générale pour les couches minces de CoFeCrB est

$$\omega_{res} = \gamma \left[\left(\left(\mu_0 H_0\right)^2 \cos\left(\theta_0 - \theta_H\right) - \mu_0^2 H_0 H_{eff} \cos 2\theta_0 \right) \frac{\sin\theta_H}{\sin\theta_0} \right]^{1/2}. \tag{2.10}$$

À des fins de validation et d'intérêt pour la suite du mémoire, il est important de s'intéresser aux deux cas limites correspondant au champ externe parallèle à la couche mince, soit $\theta_H = \pi/2$ et au champ externe perpendiculaire à la couche mince, soit $\theta_H = 0$. Ces deux cas limites sont illustrés dans la figure 2.4. Il est intéressant de souligner que, pour les deux cas, le champ externe **H** est toujours perpendiculaire au champ alternatif **h**, une condition nécessaire à la résonance ferromagnétique.



(a) (b)

FIGURE 2.4 (a) Cas limite correspondant au champ externe parallèle à la couche mince, soit $\theta_H = \pi/2$. (b) Cas limite correspondant au champ externe perpendiculaire à la couche mince, soit $\theta_H = 0$.

Dans ces deux cas limites, la condition de résonance se simplifie à

$$\begin{aligned} \omega_{res} &= \gamma\mu_0 \left[H_0^2 + H_0 H_{eff}\right]^{1/2} \qquad \text{avec} \quad \theta_H = \pi/2 \\ \omega_{res} &= \gamma\mu_0 \left(H_0 - H_{eff}\right) \qquad\qquad \text{avec} \quad \theta_H = 0. \end{aligned} \tag{2.11}$$

Les équations 2.11 sont exactement celles attendues pour les deux cas limites de la résonance ferromagnétique dans une couche mince. Il est à noter que pour le cas $\theta_H = 0$, il ne suffit pas que de substituer θ_H dans l'équation 2.10 en raison du terme $\sin\theta_H / \sin\theta_0$ qui est indéterminé dans ce cas. Le terme problématique doit être substituer à l'aide de l'équation 2.9.

2.3 Mécanismes de relaxation

Les différents mécanismes de relaxation présents dans les couches minces ferromagnétiques se manifestent dans la largeur en champ du pic de résonance, soit ΔH. Il est à noter que dans ce mémoire, la largeur de résonance est représentée par la largeur complète à la mi-hauteur du pic de résonance. Plus de détails sur l'analyse du pic de résonance mesuré expérimentalement sera présentée dans la section 3.7. Dans le cas des couches minces de CoFeCrB, quatre contributions à la largeur de résonance sont considérées [5]. Donc, la largeur de résonance est donnée par l'équation

$$\Delta H = \Delta H_\alpha + \Delta H_{2m} + \Delta H_\theta + \Delta H_0. \tag{2.12}$$

où ΔH_α est considéré comme le mécanisme de relaxation intrinsèque déterminé par la constante de Gilbert, ΔH_{2m} est le mécanisme de relaxation dû au processus de D2M, ΔH_θ est le mécanisme de relaxation dû aux fluctuations des propriétés magnétiques de la couche mince et, finalement, ΔH_0 est un terme qui comprend toutes les autres contributions qui ne sont pas inclus dans les autres termes. Il est à noter que seul le terme ΔH_α est intrinsèque aux matériaux magnétiques et donc ne peut pas être éliminer. Ainsi, même avec des matériaux parfaits et sans défauts, la largeur de résonance est limitée inférieurement par ΔH_α.

2.3.1 Mécanisme de relaxation intrinsèque

Le terme ΔH_α peut être trouvé avec la même approche que la condition de résonance, soit en passant par l'équation LLG et ensuite en utilisant l'approche Smit-Suhl avec l'énergie libre interne et en supposant que α_{tot} dans l'équation 2.1 n'est associé qu'aux mécanismes de relaxation intrinsèques [8]. Avec cette approche, la largeur de résonance intrinsèque est donnée par l'équation

$$\Delta H_\alpha = \frac{\alpha\gamma}{M_s(\partial\omega_{res}/\partial H_0)}\left(\frac{\partial^2 U}{\partial\theta^2} + \frac{\partial^2 U}{\partial\phi^2}\frac{1}{\sin^2\theta}\right)_{\theta_0,\phi_0} \tag{2.13}$$

où α est la constante de Gilbert. La constante de Gilbert α est un paramètre phénoménologique représentant l'amortissement intrinsèque aux matériaux magnétiques. En utilisant les équations 2.8 et 2.10 trouvées précédemment et en simplifiant le plus possible, la largeur de résonance intrinsèque devient

$$\begin{aligned}
\Delta H_\alpha =& \frac{A}{B} \\
A =& \frac{2\alpha}{\mu_0}\left(\frac{\omega_{res}}{\gamma}\right)^3\left[\left(\frac{\omega_{res}\sin\theta_0}{\gamma\mu_0 H_0\sin\theta_H}\right)^2 + 1\right] \\
B =& \left(\frac{\omega_{res}}{\gamma}\right)^4\left(\frac{1}{\mu_0 H_0}\right)^2\frac{\sin\theta_0}{\sin\theta_H} + \left(\frac{\omega_{res}}{\gamma}\right)^2\frac{\cos\theta_0}{\sin\theta_0}\sin\left(\theta_0-\theta_H\right) \\
&+ \left[\left(\mu_0 H_0\right)^2 - \mu_0^2 H_0 H_{eff}\left(\cos\left(\theta_0+\theta_H\right) + \sin\left(\theta_0-\theta_H\right)\sin 2\theta_0\right)\right]\frac{\sin\theta_H}{\sin\theta_0}
\end{aligned} \tag{2.14}$$

À des fins de validation, il est important de s'intéresser aux deux cas limites correspondant au champ externe parallèle à la couche mince, soit $\theta_H = \pi/2$ et au champ externe perpendiculaire à la couche mince, soit $\theta_H = 0$. Dans ces deux cas limites, le terme ΔH_α se simplifie à

$$\begin{aligned} \Delta H_\alpha &= \frac{2\alpha\omega_{res}}{\mu_0\gamma} \qquad \text{avec} \quad \theta_H = \pi/2 \\ \Delta H_\alpha &= \frac{2\alpha\omega_{res}}{\mu_0\gamma} \qquad \text{avec} \quad \theta_H = 0. \end{aligned} \tag{2.15}$$

Les deux cas limites donnent la même relation, soit une droite en fonction de la fréquence partant de l'origine et ayant une pente proportionnelle à la constante de Gilbert α, ce qui est attendu. Il est à noter que pour le cas $\theta_H = 0$, il ne suffit pas que de substituer θ_H dans l'équation 2.14 en raison du terme $\sin\theta_H/\sin\theta_0$ qui est indéterminé dans ce cas. Le terme problématique doit être substituer à l'aide de l'équation 2.9.

2.3.2 Mécanisme de relaxation D2M

Le terme ΔH_{2m} représente la contribution D2M à la largeur de résonance, soit le processus par lequel un magnon uniforme de vecteur d'onde $k = 0$ diffuse vers un magnon dégénéré de vecteur d'onde $k \neq 0$ [10]. Ce processus est généralement dû aux défauts présents dans le matériau. La contribution D2M à la largeur de résonance est donnée par l'équation

$$\begin{aligned} \Delta H_{2m} =& \frac{\gamma\mu_0\Gamma_0}{(\partial\omega_{res}/\partial H_0)}\mathrm{Re}\{\theta_c\} \\ \theta_c =& \arcsin\left(\sqrt{\frac{H_{eff}\cos^2\theta_0 - H_0\cos(\theta_0-\theta_H)}{H_0\cos(\theta_0-\theta_H)+H_{eff}\sin^2\theta_0}\frac{\cos 2\theta_0}{\sin^2\theta_0}}\right) \end{aligned} \tag{2.16}$$

où Γ_0 est la constante de D2M avec des unités de T. En utilisant l'équation 2.10 trouvée précédemment et en simplifiant le plus possible, la largeur de résonance D2M devient

$$\begin{aligned} \Delta H_{2m} =& \Gamma_0\frac{C}{B}\mathrm{Re}\{\theta_c\} \\ C =& \frac{2}{\mu_0 H_0}\left(\frac{\omega_{res}}{\gamma}\right)^3\frac{\sin\theta_0}{\sin\theta_H} \\ \theta_c =& \arcsin\left(\sqrt{\frac{H_{eff}\cos^2\theta_0 - H_0\cos(\theta_0-\theta_H)}{H_0\cos(\theta_0-\theta_H)+H_{eff}\sin^2\theta_0}\frac{\cos 2\theta_0}{\sin^2\theta_0}}\right) \end{aligned} \tag{2.17}$$

où B est la même expression que dans l'équation 2.14. Il est toujours important de s'intéresser aux deux cas limites correspondant au champ externe parallèle à la couche mince, soit $\theta_H = \pi/2$ et au champ externe perpendiculaire à la couche mince, soit $\theta_H = 0$. Dans ces deux cas limites, le terme ΔH_{2m} se simplifie à

$$\begin{aligned} \Delta H_{2m} &= 2\Gamma_0 \frac{\left(\frac{\omega_{res}}{\gamma}\right)\mu_0 H_0}{\left(\frac{\omega_{res}}{\gamma}\right)^2 + (\mu_0 H_0)^2} \arcsin\left(\sqrt{\frac{H_0}{H_0 + H_{eff}}}\right) \qquad \text{avec} \quad \theta_H = \pi/2 \\ \Delta H_{2m} &= 0 \qquad\qquad\qquad\qquad\qquad\qquad\qquad\qquad\qquad\qquad\qquad\qquad\qquad\qquad \text{avec} \quad \theta_H = 0. \end{aligned} \tag{2.18}$$

Il est à noter que pour des angles θ_H près de 0, le terme ΔH_{2m} disparaît, car la variable θ_c devient imaginaire. En effet, il n'y a pas de magnons $k = 0$ dégénérés dans ce cas donc la diffusion devient impossible. Ainsi, pour les configurations expérimentales où le champ externe est perpendiculaire ou presque à la couche mince, il n'y a pas de contribution D2M à la largeur de résonance.

2.3.3 Mécanisme de relaxation dû aux variations locales

Le terme ΔH_θ est la contribution des variations locales du champ interne dans la couche mince à la largeur de résonance [11]. Ces variations locales sont généralement dues à la structure polycristalline du matériau. Les couches minces de CoFeCrB étudiées sont essentiellement amorphes, donc cette contribution ne devrait pas être présente. Cela dit, l'échantillon CFB0 est suspecté d'avoir subi une légère cristallisation lors de sa fabrication, ce qui fait qu'il est polycristallin et ainsi, cette contribution sera présente seulement pour cet échantillon. La contribution des variations locales du champ interne est données par l'équation

$$\Delta H_\theta = \frac{\partial H_{res}}{\partial \theta_H} \Delta\theta \tag{2.19}$$

où $\Delta\theta$ est la constante de variation du champ interne. Comme pour les autres contributions, en utilisant l'équation 2.10 trouvée précédemment et en simplifiant le plus possible, la largeur de résonance ΔH_θ devient

$$
\begin{aligned}
\Delta H_\theta =& \frac{D}{E}\Delta\theta \\
D =& H_0^2 H_{eff}\left[\sin\left(\theta_0+\theta_H\right)+\cos\left(\theta_0-\theta_H\right)\left(\sin 2\theta_0+\cos 2\theta_0\left(\frac{\cos\theta_0}{\sin\theta_0}-2\frac{\cos\theta_H}{\sin\theta_H}\right)\right)\right] \\
&+ H_0^3\cos^2\left(\theta_0-\theta_H\right)\left(\frac{\cos\theta_H}{\sin\theta_H}-\frac{\cos\theta_0}{\sin\theta_0}\right)+H_0 H_{eff}\cos^2 2\theta_0\frac{\cos\theta_H}{\sin\theta_H} \\
E =& H_0 H_{eff}\left[\cos\left(\theta_0+\theta_H\right)+\sin\left(\theta_0-\theta_H\right)\left(\sin 2\theta_0+\cos 2\theta_0\frac{\cos\theta_0}{\sin\theta_0}\right)\right] \\
&- H_0^2\left(1+\cos\left(\theta_0-\theta_H\right)\sin\left(\theta_0-\theta_H\right)\frac{\cos\theta_0}{\sin\theta_0}\right)-\left(H_0\cos\left(\theta_0-\theta_H\right)-H_{eff}\cos 2\theta_0\right)^2
\end{aligned}
\tag{2.20}
$$

Il est toujours important de s'intéresser aux deux cas limites correspondant au champ externe parallèle à la couche mince et au champ externe perpendiculaire à la couche mince. Dans ces deux cas limites, le terme ΔH_θ se simplifie à

$$
\begin{aligned}
\Delta H_\theta &= 0 \qquad \text{avec} \quad \theta_H = \pi/2 \\
\Delta H_\theta &= 0 \qquad \text{avec} \quad \theta_H = 0.
\end{aligned}
\tag{2.21}
$$

Dans les deux cas limites, cette contribution disparaît totalement en raison du terme de dérivée partielle dans l'équation 2.19 qui devient nul. En effet, les configurations avec le champ externe parallèle et perpendiculaire à la couche mince correspondent respectivement au minimum et au maximum du champ de résonance par rapport à l'angle du champ externe.

2.3.4 Mécanismes de relaxation autres

Finalement, le terme ΔH_0 permet de prendre en compte les autres contributions à la largeur de résonance qui ne sont pas inclus dans les autres termes, soit les contributions qui ne dépendent ni de la fréquence ni de l'angle. Ce terme est présenté et est essentiel à l'analyse des données plus tard, mais il n'est pas associé explicitement à un mécanisme spécifique dans le cadre de cette étude.

2.3.5 Résumé des deux cas limites

Pour finir, il est important de faire un résumé des différents termes présents dans les deux cas limites. Ainsi, la largeur de résonance dans les deux cas limites est donnée par l'équation

$$\begin{aligned} \Delta H &= \Delta H_\alpha + \Delta H_{2m} + \Delta H_0 \qquad \text{avec} \quad \theta_H = \pi/2 \\ \Delta H &= \Delta H_\alpha + \Delta H_0 \qquad\qquad\quad \text{avec} \quad \theta_H = 0. \end{aligned} \tag{2.22}$$

Ce résumé démontre bien l'importance des deux configurations limites pour l'analyse de couches minces ferromagnétiques amorphes. En effet, généralement la configuration où le champ externe est perpendiculaire à couche mince est utilisé pour caractériser le mécanisme de relaxation intrinsèque au matériau en faisant varier la fréquence. Ensuite, la configuration où le champ externe est parallèle à la couche mince est utilisé pour caractériser le mécanisme de relaxation dû au processus D2M.

2.4 Dépendance du champ effectif interne en fonction de la température

En examinant l'équation 2.10, il est clair que la condition de résonance pour les couches de CoFeCrB est déterminée en grande partie par le paramètre H_{eff} qui est propre au matériau. Effectivement, le champ effectif interne est une représentation phénoménologique de l'anisotropie et donc va avoir un effet plus ou moins important sur la dynamique de l'aimantation en fonction de son module, soit le paramètre H_{eff}. En combinant les équations 2.6 et 2.7, il est possible d'obtenir une expression explicite pour le champ effectif, soit

$$H_{eff} = NM_s + \frac{2K_s}{\mu_0 M_s}. \tag{2.23}$$

L'équation 2.23 permet de bien faire ressortir les paramètres qui déterminent le module du champ effectif interne, soit N, M_s et K_s. Le facteur de forme N est une constante égale à 1 dans le cas d'un champ de désaimantation perpendiculaire à une couche mince, il peut donc être omis de l'équation. Ainsi, le champ effectif est entièrement déterminé par l'aimantation à saturation M_s et la constante d'anisotropie de surface K_s. Il est donc important de s'intéresser au comportement de ces paramètres en fonction de la température.

Le comportement en température de l'aimantation à saturation pour des matériaux ferromagnétiques est généralement bien décrit par une loi de puissance, parfois appelée une loi de Bloch [8, 12]. Ainsi, l'aimantation à saturation en fonction de la température est donnée par l'équation

$$M_s = M_{s_0}\left[1 - \left(\frac{T}{T_c}\right)^{\beta}\right] \tag{2.24}$$

où M_{s_0} est l'aimantation à saturation à $T = 0$ K, T_c est la température de Curie et β est l'exposant caractéristique. Dans la forme classique de la loi de puissance, soit la loi de Bloch, l'exposant caractéristique β est égal à 3/2. La loi de Bloch est exacte pour les matériaux isotropes, mais une déviation importante à la loi de Bloch est observée pour des matériaux anisotropes. Pour ces matériaux, il est généralement accepté de faire varier la valeur de l'exposant caractéristique pour mieux représenter la dépendance en température. Ainsi, chaque matériau anisotrope possède un exposant caractéristique propre. Finalement, la température de Curie T_c est propre à chaque matériau ferromagnétique et correspond à la température où les domaines magnétiques cessent d'être alignés ce qui engendre une perte de l'aimantation spontanée, soit $M_s = 0$.

Le comportement en température de la constante d'anisotropie de surface est généralement plus difficile à prévoir, car elle dépend des matériaux utilisés et de la méthode de fabrication. Cela dit, dans la littérature, certains ont tenté d'étudier cette dépendance pour des couches minces de CoFeB. Pour des températures beaucoup plus basses que la température de Curie T_c, la constante d'anisotropie de surface semble diminuer en fonction de la température proportionnellement à une droite [12]. Ainsi, il est possible d'extrapoler et de faire l'hypothèse que, dans le cas de couches minces de CoFeCrB, la constante d'anisotropie de surface K_s diminue en fonction de la température en suivant une droite, soit l'expression

$$K_s = mT + K_{s_0} \tag{2.25}$$

où la pente m est négative et K_{s_0} est la constante d'anisotropie de surface à $T = 0$ K. Dans le cas des couches minces de CoFeCrB, il est impossible de faire des prédictions sur les valeurs des paramètres m et K_{s0}.

2.5 Paramètres importants pour l'étude des couches minces de CoFeCrB

À la lumière des sections 2.2 et 2.3, l'étude du comportement des couches minces de CoFeCrB en fonction de la température se résume à l'analyse du comportement de certains paramètres clés en température, et cela pour chacun des échantillons. L'analyse du comportement en température de ces paramètres donnent une indication sur les différents phénomènes physiques présents dans le matériau ainsi que leur dépendance en température. Voici la liste de ces paramètres clés :

— H_{eff} : Le module du champ d'anisotropie effectif interne est un représentation de l'anisotropie présente dans le matériau et détermine presque entièrement la condition

de résonance. Ce paramètre dépend de l'aimantation à saturation M_s et de la constante d'anisotropie de surface K_s tel que discuté dans la section 2.4.

— α : La constante de Gilbert est une représentation directe de l'intensité de la relaxation intrinsèque présente dans le matériau.

— Γ_0 : La constante de D2M est une représentation directe de l'intensité du phénomène de D2M due aux défauts présents dans le matériau.

— $\Delta\theta$: La constante de variation du champ interne est une représentation directe de l'intensité des variations du champ interne dues aux micro-cristaux présents dans le matériau.

Ainsi, l'analyse des résultats en fonction de la température et la discussion de ces résultats mettra l'emphase sur ces 4 paramètres clés dans la section 4.3.1.

CHAPITRE 3 MÉTHODES EXPÉRIMENTALES

Une étude complète de la résonance ferromagnétique et des mécanismes de relaxations d'un matériau doit comprendre des mesures en fonction de la fréquence d'excitation, de l'angle entre le champ externe et l'échantillon et de la température de l'échantillon. Tel que mentionné dans la section 1.2, l'article [5] de C. Lacroix présente des mesures détaillées en fonction de la fréquence et de l'angle de trois échantillons différents de CoFeCrB. Cependant, des mesures en fonction de la température n'ont pas pu être présentées en raison des limites techniques du laboratoire. Ainsi, afin de compléter l'étude de ce matériau et d'augmenter considérablement les capacités expérimentales du laboratoire, un montage de résonance ferromagnétique en fonction de la température a été conçu et développé dans le cadre de ce projet. Ce chapitre présente donc les choix de conception, les détails techniques et les spécifications du système permettant de réaliser le premier sous-objectif présenté à la section 1.3. Cela dit, comme préambule, la section 3.1 présente une vue globale des différentes méthodes expérimentales disponibles pour mesurer la résonance ferromagnétique.

3.1 Introduction aux méthodes expérimentales pour mesurer la résonance ferromagnétique

Il existe une multitude de méthodes expérimentales qui permettent de combiner les trois composantes essentielles de la résonance ferromagnétique, soit un échantillon ferromagnétique, un fort champ magnétique externe et un faible champ magnétique alternatif perpendiculaire au champ interne. Ces méthodes expérimentales peuvent être séparées en différentes catégories représentant des fonctions cruciales du montage. Un résumé des différentes options présentes dans la littérature pour les trois plus importantes catégories est présenté dans les sous-sections suivantes.

3.1.1 Méthodes de saturation par champ magnétique appliqué

La saturation de l'échantillon est effectuée par un fort champ externe appliqué à un angle précis. Cet angle entre le champ externe et l'échantillon est très important pour la définition de la condition de résonance. Aussi, il faut généralement un champ externe beaucoup plus élevé pour des mesures FMR que pour des mesures EPR classiques en raison des champs internes considérables pour la plupart des matériaux. Il y a quelques manières différentes de produire un fort champ externe.

Si le champ de résonance est plutôt faible, il est possible d'utiliser un aimant permanent comme source de champ externe, mais les capacités sont limités. Les meilleurs aimants permanents sont limités à un champ d'environ 1 T et sont très difficile à ajuster. Cette méthode est plutôt utilisé dans les composants où il faut un champ externe constant, stable et compacte.

Sinon, la méthode la plus répandue pour produire un fort champ externe est l'utilisation d'un électro-aimant. Cette méthode est parfaite pour l'étude de la résonance ferromagnétique, car elle permet une grande flexibilité en terme de module de champ tout en étant facile d'utilisation et accessible. La plupart des systèmes commerciaux peuvent atteindre un champ continu maximal entre 1 T et 2 T. L'utilisation d'un électro-aimant est généralement adéquate pour la plupart des études de résonance ferromagnétique dans les fréquences entre 8 GHz et 40 GHz.

Par contre, pour les études à haute fréquence, soit entre 40 GHz et 110 GHz, ou pour des matériaux ayant une très forte anisotropie magnétique, il faut une source de champ externe plus fort, car le champ de résonance est beaucoup plus élevé. Dans ces cas, l'utilisation d'un aimant supraconducteur est souhaitable pour atteindre un champ continu maximal de 9 T à 18 T. Certains systèmes très spécialisés peuvent même atteindre jusqu'à 25 T. Cela dit, l'utilisation et l'entretien d'un système supraconducteur est beaucoup plus difficile et dispendieux. Ainsi, le choix de la source de fort champ externe adéquate dépend de l'échantillon à mesurer, des fréquences à mesurer et des limites du montage ou du laboratoire.

3.1.2 Méthodes d'excitation

L'excitation est effectuée par un faible champ alternatif perpendiculaire au champ interne. C'est dans cette catégorie qu'il y a le plus grand nombre d'options. Il existe une multitude de manières de produire un faible champ magnétique alternatif à l'aide d'une grande variétés de composantes RF. La seule limitation est que la méthode choisie soit compatible avec les fréquences micro-ondes nécessaires à la résonance ferromagnétique. Seuls les trois options les plus utilisées seront présentées dans cette section, soit la cavité micro-onde, le guide d'onde et le circuit coplanaire.

La cavité micro-onde est souvent utilisée en raison de son énorme facteur de qualité qui permet une grande densité d'énergie et une meilleure sensibilité. Le principal inconvénient de l'utilisation d'un cavité est la limitation des fréquences mesurables, car ce n'est pas une

méthode à large bande. La cavité possède généralement que quelques fréquences de résonance propre dépendamment de la manière dont elle est excitée, ce qui veut dire que pour mesurer plusieurs fréquences, il faut plusieurs cavités différentes. Aussi, la position exacte de l'échantillon dans la cavité est très importante pour assurer la bonne orientation du champ magnétique alternatif sur l'échantillon et cette position peut parfois être difficile à atteindre et à maintenir. Or, pour les études où des mesures à une seule fréquence sont nécessaires, l'utilisation de la cavité micro-onde pour exciter l'échantillon est la méthode optimale.

Le guide d'onde court-circuité est souvent utilisé en raison de sa facilité d'utilisation, de son accessibilité et de ses faibles pertes. Aussi, le guide d'onde permet une opération dans une bande spécifique de fréquences. Les bandes utilisées au laboratoire pour la résonance ferromagnétique sont les bandes X (8-12 GHz), Ku (12-18 GHz), K (18-26.5 GHz), Ka (26.5-40 GHz), V (50-75 GHz) et W (75-110 GHz). La plupart du temps, le guide d'onde est utilisé en configuration court circuit avec l'échantillon placé au fond du guide d'onde, ce qui garantit la bonne orientation du champ magnétique alternatif. La principale limite de cette méthode est l'espace nécessaire pour la plupart des guides d'onde et qu'il faut des guides différents pour chaque bande. Ainsi, le guide d'onde permet des mesures à large bande et nécessite généralement une plus faible puissance micro-onde en raison des faibles pertes comparativement aux câbles coaxiaux.

Finalement, le circuit coplanaire est souvent utilisé en raison de ses capacités de mesures à très large bande et de sa conception très flexible. À l'aide d'une bonne conception, il est possible d'atteindre des très grandes largeurs de bande qui permettent ainsi d'avoir un seul composant pour effectuer des mesures à basse fréquence comme à haute fréquence. Cela dit, les circuits coplanaires possèdent généralement beaucoup plus de pertes que les guides d'onde métalliques, ce qui nécessite un plus grande puissance micro-onde. La principale limitation de cette méthode est le module du champ magnétique alternatif qui peut être trop faible pour certains échantillons à faible signal. Ainsi, le circuit coplanaire est préférable pour des mesures à très large bande et pour des échantillons à fort signal.

En résumé, le choix de la méthode d'excitation dépend surtout du nombre de fréquences à mesurer. Cela dit, il existe plusieurs variantes des méthodes présentées dans cette section qui peuvent être plus spécialisées à une application précise. Par exemple, il existe plusieurs formes de cavités, plusieurs configurations de guides d'onde et de composants RF et une grande quantité de géométries possibles pour concevoir un circuit coplanaire. C'est pour cette raison que cette catégorie possède une plus grande liberté expérimentale.

3.1.3 Méthodes de détection

La détection est une fonction primordiale dans l'étude de la résonance ferromagnétique. C'est souvent la méthode de détection qui distingue les grandes méthodes expérimentales dans la littérature. Il existe deux méthodes de détection qui sont utilisés dans presque toutes les applications, soit l'utilisation d'un analyseur de réseau vectoriel (VNA) et l'utilisation d'un amplificateur à détection synchrone (LIA).

L'analyseur de réseau vectoriel est un instrument performant pour la caractérisation de circuits RF. C'est un instrument à deux ports (Port 1 et Port 2) qui envoie une rampe de fréquence micro-onde dans le circuit par le port 1 ou le port 2 et qui mesure le signal entrant dans le port 1 et le port 2. Il est ainsi possible d'obtenir les paramètres S_{11}, S_{12}, S_{21} et S_{22} qui caractérisent la réflexion et le transmission dans les deux sens du circuit. Le principal avantage de cet instrument est qu'il permet de mesurer la réponse en fréquence d'un circuit RF très rapidement. Cette méthode permet de mesure la résonance ferromagnétique, car lors de la résonance l'impédance du circuit va significativement changer. Les désavantages de cette méthode de détection sont la faible puissance micro-onde que ces instruments peuvent générés et l'énorme dépendance de la qualité des résultats sur la qualité de la calibration effectuée.

L'amplificateur à détection synchrone est un instrument performant utilisé dans plusieurs domaines expérimentaux pour la détection de faibles signaux souvent cachés dans le bruit. C'est un instrument qui utilise une modulation du signal entrant pour isoler et extraire seulement la partie du signal entrant qui est à la fréquence de référence. Le principal avantage de cette méthode est sa capacité à détecter de très faibles signaux à travers le bruit. Aussi, l'instrument possède plusieurs réglages qui permettent d'améliorer davantage la qualité de la mesure. Les désavantages de cette méthode sont la nécessité d'un plus grand nombre de composantes dans le montage, telles qu'une source externe de micro-ondes, une source de modulation, une bobine de modulation et une diode de conversion entre les micro-ondes et le signal continu. Aussi, cette méthode de détection ajoute une légère complexité dans l'analyse des données qui est importante à prendre en considération. En raison de la détection basée sur la modulation du signal, l'amplificateur à détection synchrone mesure en fait la dérivée du signal proportionnel au paramètre modulé. Dans le cas de la résonance ferromagnétique, c'est le champ externe qui est modulé et donc, le LIA mesure la dérivée du signal par rapport au champ externe.

Ainsi, le choix de la méthode de détection dépend surtout de l'échantillon à mesurer et des limites du montage.

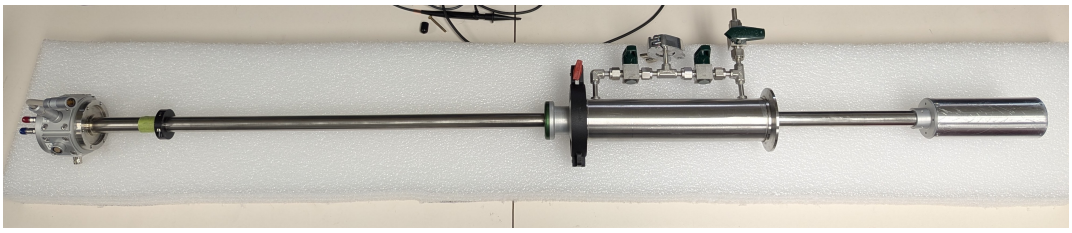
3.2 Contraintes et spécifications du développement du montage

Au commencement du projet, plusieurs contraintes ont dirigé la conception du montage. Ces contraintes étaient principalement reliées à la nature des échantillons à mesurer ainsi qu'à l'aimant supraconducteur à utiliser pour la saturation et la gestion de la température.

En effet, en 2021, le laboratoire de magnétisme a reçu la livraison d'un aimant supraconducteur avec un système cryogénique intégré. L'utilisation de cet aimant supraconducteur est primordial pour la réussite de ce projet en raison de deux aspects importants. Premièrement, un aspect expérimentale essentielle à ce projet est la capacité de pouvoir faire des mesures en fonction de la température de l'échantillon. Or, cet aimant supraconducteur possède un système cryogénique intégré permettant de contrôler la température de l'échantillon entre 2 K et 300 K. Ce système cryogénique prend la forme d'une insertion à température variable connectée à un circuit d'hélium refroidi. Deuxièmement, l'étude des couches minces de CoFeCrB effectuée dans ce projet nécessite un fort champ externe pouvant aller jusqu'à 3 T. Ce fort champ magnétique est nécessaire pour des mesures à hautes fréquences. Ainsi, l'aimant supraconducteur est le seul instrument disponible au laboratoire pouvant atteindre un aussi fort champ magnétique continu. Pour ces deux raisons, l'aimant supraconducteur est contraint de faire partie du développement du montage. De plus, le développement du montage autour de l'aimant supraconducteur permet d'augmenter considérablement les capacités expérimentales du laboratoire.

Tel que mentionné dans la section 1.2, les échantillons mesurés sont des couches minces ferromagnétiques avec une épaisseur de 30 nm et une surface de 1 mm x 1 mm. La très faible quantité de matériau ferromagnétique présent dans les échantillons se traduit par un très faible signal de résonance ferromagnétique. Ainsi, la méthode de mesure choisie devait être compatible avec ce faible signal lors de la résonance ferromagnétique, tout en permettant des mesures à large bande.

Aussi, l'aimant supraconducteur utilisé dans ce projet pour la saturation de l'échantillon ainsi que le contrôle de la température imposait des limites concrètes en lien avec l'espace disponible au cœur de l'aimant. À l'intérieur de l'insertion à température variable, l'espace est limité à un cylindre d'environ 48 mm de diamètre et 125 mm de longueur. Ainsi, toutes les composantes du montage devant être près de l'échantillon devaient pouvoir rentrer dans cet espace limité. Le cylindre devant contenir toutes les composantes est présenté dans la figure 3.1.



(a)



(b)

FIGURE 3.1 (a) Tige contenu à l'intérieur de l'insertion à température variable avec le cylindre complètement à droite. (b) Plan rapproché du cylindre d'environ 48 mm de diamètre et 125 mm de longueur devant contenir les composantes.

Aussi, en raison de la nature hermétique d'un système cryogénique de contrôle de la température, l'interface entre l'intérieur et l'extérieur de l'insertion à température variable devait être totalement hermétique. La seule solution accessible au laboratoire dans les délais du projet pouvant respecter cette contrainte était une interface coaxiale hermétique avec des connecteurs type V de 1.85 mm de chaque côté.

Finalement, certaines spécifications du montage ont été imposées par les deux sous-objectifs présentés à la section 1.3. Premièrement, le montage devait être permanent, donc presque la totalité des pièces nécessaires ont été achetées ou fabriquées pour qu'elles soient partie intégrante du montage dans le futur. Le montage devait aussi permettre des mesures à large bande dans la bande Ka, soit entre 26.5 GHz à 40 GHz. Une capacité de faire des mesures à plusieurs fréquences était essentielle pour bien compléter l'étude de la condition de résonance et des mécanismes de relaxation du CoFeCrB. Pour finir, le montage devait être automatisé. En effet, la réalisation du deuxième sous-objectif demande un grand nombre de mesures avec plusieurs paramètres à modifier entre celles-ci. Ainsi, l'automatisation de la prise de mesures était un aspect important de la gestion du temps et de la charge de travail. La conception

du montage devait donc s'aligner avec l'ensemble de ces contraintes et de ces spécifications.

3.3 Développement du montage

Le développement du système complet de résonance ferromagnétique en fonction de la température permet de réaliser le premier sous-objectif du projet, présenté à la section 1.3. La conception du montage doit cependant respecter les contraintes et les spécifications présentées dans la section 3.2. La figure 3.2 présente un schéma du montage complet avec les instruments et les composantes utilisés à la fin du développement du système. Le schéma présente aussi les différentes connexions entre les éléments et leur couleur représente la nature de la connexion, soit les câbles coaxiaux pour le transport des micro-ondes, les câbles coaxiaux pour les voltages à basses fréquences et les câbles de communication entre les instruments et l'ordinateur. Le schéma du montage présente l'ensemble des fonctions essentielles du système de résonance ferromagnétique en fonction de la température. En effet, plusieurs composantes ou connexions complémentaires telles que les circuits d'hélium et le système de refroidissement ont été abstraites de ce schéma par souci de lisibilité.

La figure 3.3 présente un schéma de l'intérieur de l'insertion à température variable afin de compléter le schéma précédent du montage complet. Il est à noter que ce schéma représente seulement le fond de l'insertion qui est au cœur de l'aimant supraconducteur. En réalité, l'insertion à température variable possède une hauteur d'environ 1100 mm. Le schéma présente toutes les composantes devant être au cœur de l'aimant avec l'échantillon ainsi que les connexions nécessaires. La même convention de couleur de connexions que dans la figure précédente est utilisée dans cette figure. Finalement, ce schéma présente aussi la disposition des éléments pour les deux orientations mesurées.

Les choix de conception et les détails sur chacun des éléments des figures 3.2 et 3.3 seront présentés dans les sous-sections suivantes. Les sous-sections sont séparées selon les fonctions essentielles du système.

3.3.1 Saturation par champ magnétique continu

La saturation magnétique de l'échantillon dans le système de résonance ferromagnétique est effectuée par aimant supraconducteur. Ce type d'aimant a été choisi pour le développement de ce montage pour deux raisons principales. Premièrement, les aimants supraconducteurs permettent de générer des champs continus beaucoup plus forts que des électroaimants classiques, ce qui permet aussi des mesures à hautes fréquences. Deuxièmement, les aimants supraconducteurs sont accompagnés de systèmes de refroidissement cryogénique pour refroi-

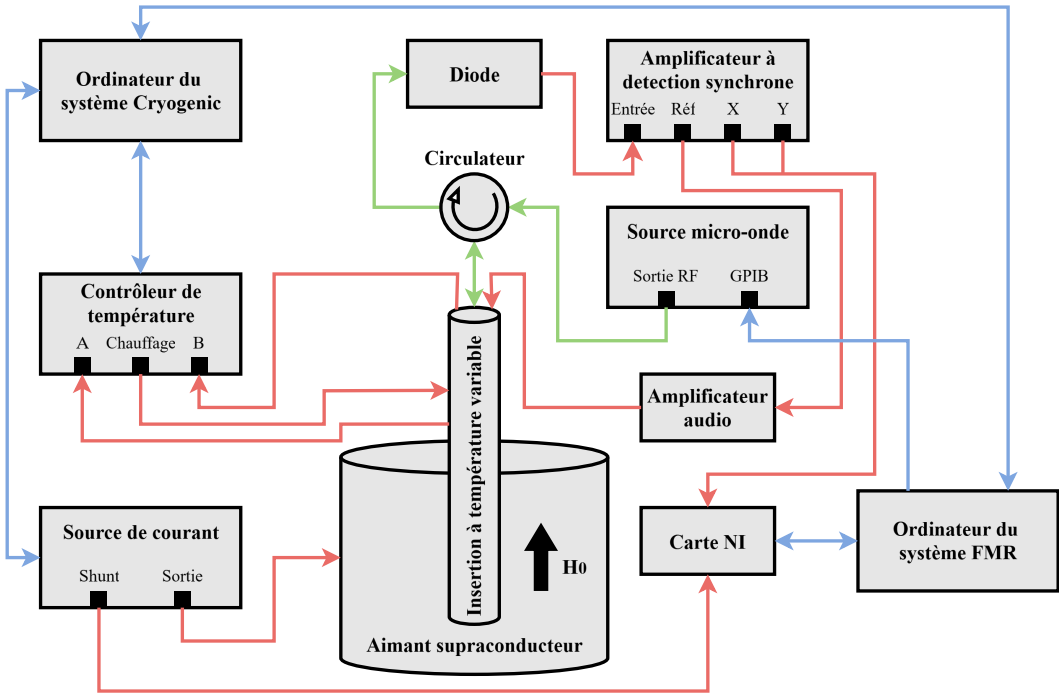


FIGURE 3.2 Schéma du montage complet où les instruments, les composants RF et les connexions sont représentés. Les connexions sont séparés en trois catégories, soit les câbles coaxiaux 2.92 mm acheminant les micro-ondes (vert), les câbles coaxiaux BNC acheminant des voltages continus ou à très basse fréquence (rouge) et les câbles de communication acheminant les commandes (bleu).

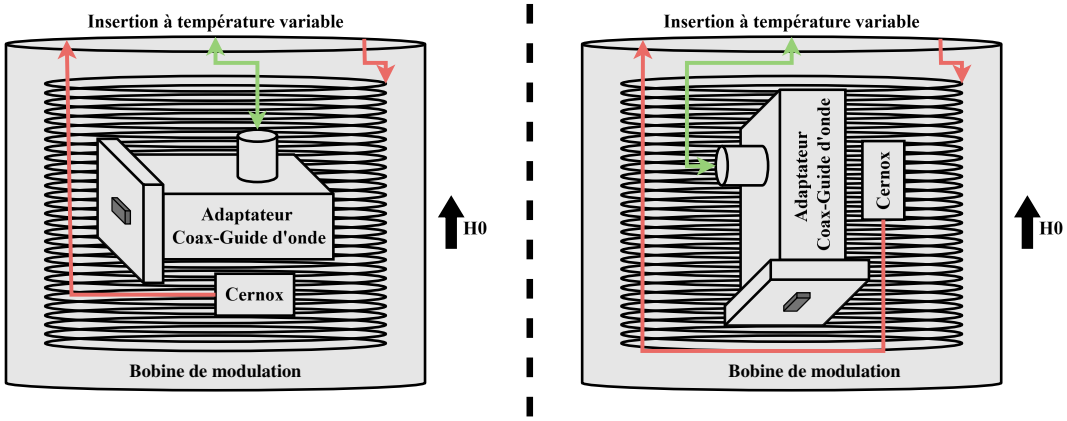


FIGURE 3.3 Schéma de l'intérieur de l'insertion à température variable où l'adaptateur, la bobine de modulation, le capteur de température *Cernox* et l'échantillon sont représentés. Les connections sont aussi représentées et utilisent la même convention de couleurs que dans la figure 3.2. Les deux orientations de l'échantillon sont représentées, soit lorsque le champ externe est parallèle à l'échantillon (gauche) et lorsque le champ externe est perpendiculaire à l'échantillon (droite).

dir la bobine de matériau supraconducteur en dessous de sa température critique. Ainsi, ce système de refroidissement peut aussi être utilisé pour refroidir l'échantillon. Malgré que la majorité des systèmes commerciaux ont un cryostat distinct au cœur de l'aimant, l'aimant supraconducteur utilisé dans ce montage possèdent un système cryogénique complètement intégré sous la forme d'une insertion à température variable permettant de contrôler la température de l'échantillon.

Le système d'aimant supraconducteur cryogénique utilisé dans le montage est celui de l'entreprise *Cryogenic Limited*. C'est un système d'aimant supraconducteur cryogénique complet avec tous les instruments et le logiciel intégrés. L'aimant supraconducteur peut générer un champ continu pouvant aller jusqu'à 9.4 T. Ce champ continu est contrôlé par une source de courant spécialement conçue par l'entreprise pour ce système. Cette source de courant permet de modifier le champ continu à l'aide d'une rampe de courant à pente constante. La pente de cette rampe de courant est directement reliée au taux de changement du champ externe sur l'échantillon. Cette pente est un paramètre modifiable dans le logiciel de contrôle de l'aimant. Pour l'ensemble des mesures de ce projet, une rampe de champ continu ayant une pente de 1.748 mT/s a été utilisée. Aussi, il est à noter qu'une rampe de champ décroissante est utilisée lors des mesures de résonance ferromagnétique. En effet, il est important d'atteindre le champ magnétique maximal avant de démarrer la mesure afin de s'assurer que l'échantillon est saturé. De plus, il est important de mentionner que le champ magnétique continu nécessaire à la saturation de l'échantillon est très différent selon l'orientation de la couche mince. Effectivement, lorsque le champ continu est perpendiculaire à la couche mince, un champ beaucoup plus fort est nécessaire pour saturer l'échantillon en raison de l'anisotropie. À l'opposé, lorsque le champ continu est parallèle à la couche mince, un champ plus faible est nécessaire, car il est plus facile d'aligner tous les domaines magnétiques dans le sens de la couche mince. Cela dit, les limites des rampes de champ utilisées pour chaque échantillon sont présentés dans le tableau 3.1.

Tableau 3.1 Limites des rampes de champ pour chaque échantillon mesuré

Échantillon	**Champ maximal** [mT]	**Champ minimal** [mT]
CFB0 parallèle	900	350
CFB4 parallèle	900	350
CFB8 parallèle	950	400
CFB0 perpendiculaire	3 000	2 250
CFB4 perpendiculaire	2 750	2 000
CFB8 perpendiculaire	2 550	1 800

Cette source de courant est aussi équipé d'un mécanisme de sécurité pouvant détecter les fluctuations rapides de la résistivité de la bobine supraconductrice pour empêcher tous dommages à l'aimant. Finalement, la source de courant possède une sortie analogique permettant de mesurer le courant passant dans la bobine et par conséquent le champ au cœur de l'aimant. Cette sortie permet de mesurer un voltage calibré directement proportionnel au courant dans la bobine à l'aide d'une résistance de précision. La calibration du champ au cœur de l'aimant en fonction du voltage mesuré est de 1.949 mT/mV. C'est à l'aide de cette sortie analogique que le champ continu appliqué à l'échantillon a pu être mesuré en temps réel lors des mesures de résonance ferromagnétique.

3.3.2 Contrôle de la température

Le contrôle de la température de l'échantillon est effectué à l'aide d'une insertion à température variable placée au centre de l'aimant. Cette insertion fait partie d'un circuit cryogénique totalement indépendant de celui de l'aimant supraconducteur, mais utilisant le même système de refroidissement. L'insertion à température variable est essentiellement un cylindre hermétique connecté à un circuit d'hélium refroidi. Ce cylindre possède une hauteur d'environ 1100 mm et un diamètre d'environ 50 mm. L'insertion à température variable peut contrôler la température de l'échantillon entre 2 K et 300 K. La température à l'intérieur de l'insertion est contrôlée à l'aide de deux mécanismes. Le premier mécanisme est une valve au fond de l'insertion qui permet de contrôler le flux d'hélium entrant vers l'échantillon. Ce flux d'hélium refroidi est essentiellement la puissance de refroidissement au niveau de l'échantillon. La puissance de refroidissement totale du système au complet est de 5 W. Le deuxième mécanisme est un élément chauffant placé juste après la valve qui permet de chauffer l'hélium entrant vers l'échantillon. Cet élément chauffant est essentiellement la puissance de chauffage au niveau de l'échantillon. Ainsi, à l'aide de ces deux mécanismes, la température de l'échantillon peut être contrôler avec précision. La valve de l'insertion à température variable est ajustée à la main pour obtenir la meilleure puissance de refroidissement possible pour atteindre les plus basses températures. Le circuit isolé d'hélium refroidi servant à contrôler la température de l'insertion est présentée dans la figure 3.4 à l'aide d'un schéma simplifié.

L'élément chauffant est contrôlé par un contrôleur de température dédié. Le contrôleur de température utilisé dans le montage est le *Lakeshore 350*. Ce contrôleur permet de précisément contrôler le courant dans l'élément chauffant à l'aide d'une boucle de contrôle fermée. Il utilise un capteur de température placé prêt de l'élément chauffant et un PID pour atteindre et maintenir la température cible. Ce contrôleur permet d'atteindre une puissance de chauffage de 75 W. Aussi, l'option de rampe de température cible disponible pour ce contrôleur a

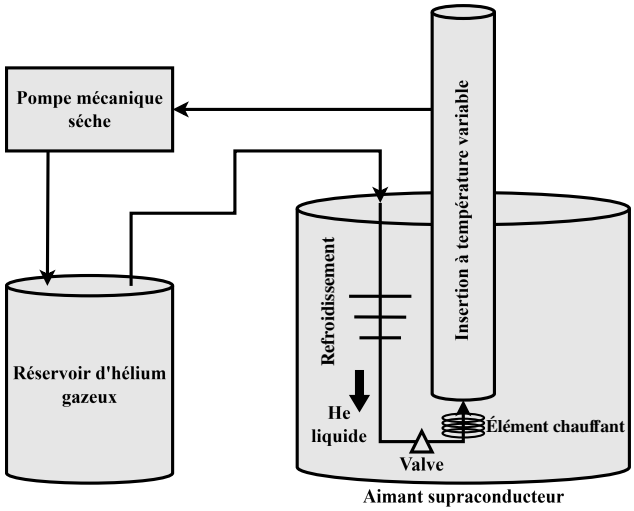
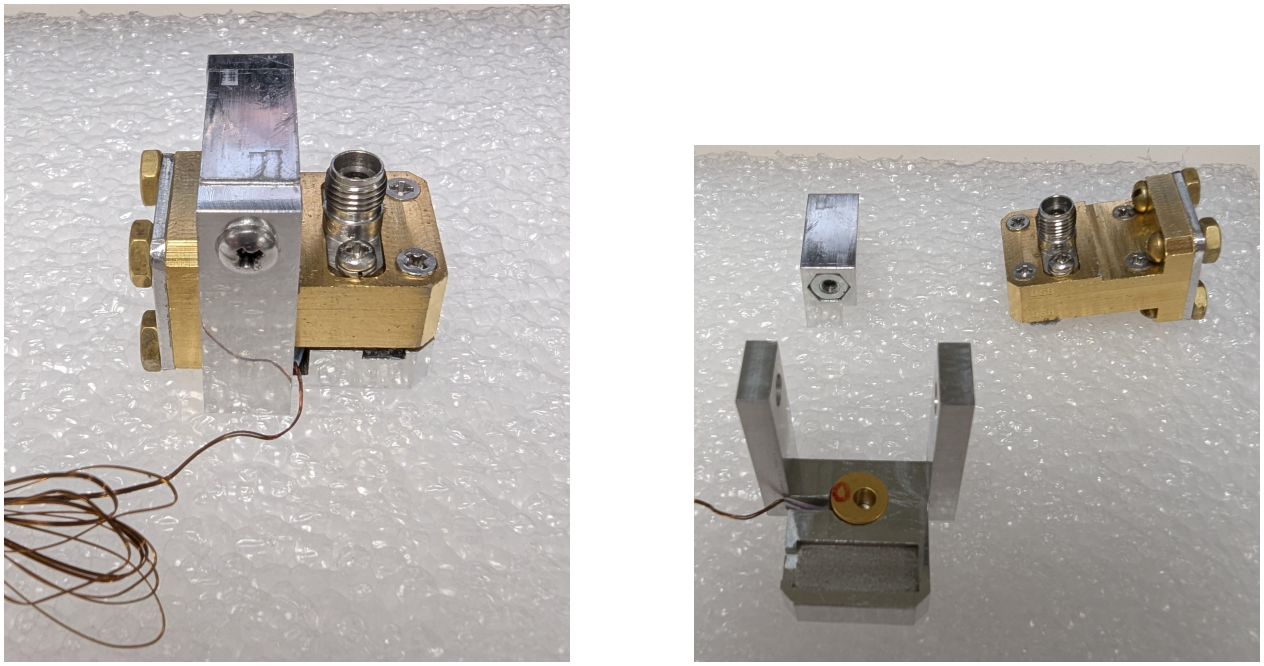


FIGURE 3.4 Schéma simplifié du circuit en boucle fermée d'hélium refroidi servant à contrôler la température de l'insertion où la valve, l'élément chauffant, la pompe et le réservoir sont montrés.

été utilisée pour ce montage. Cette option permet d'augmenter tranquillement la température cible de l'insertion afin d'éviter des trop grandes variations de puissances de chauffage dues au PID. Les températures cibles utilisées lors de l'étude de la résonance ferromagnétique des couches minces de CoFeCrB sont 10 K, 25 K, 50 K, 75 K, 100 K, 125 K, 150 K, 200 K, 250 K et 300 K.

Finalement, ce contrôleur a aussi été utilisé pour confirmer la température de l'échantillon. En effet, un capteur de température de type *Cernox* a été installé à proximité de l'échantillon afin de mesurer sa température réelle. Une légère différence entre la température cible de l'insertion et la température réelle de l'échantillon a été observée. Cette différence peut être expliquée par la position des deux capteurs mesurant la température à l'intérieur de l'insertion. En effet, le capteur de température utilisé par le contrôleur de température pour maintenir la température de l'insertion près de la cible est situé directement à côté de l'élément chauffant qui se trouve au fonds de l'insertion juste après la valve d'entrée d'hélium. Le capteur de température *Cernox* rajouté est installé directement sur l'adaptateur coax-guide d'onde à l'aide d'un support spécialement conçu pour cette fonction. Le support du capteur *Cernox* est une pièce machinée sur mesure en aluminium servant à maintenir le capteur de température en contact avec l'adaptateur. Le support de capteur, le capteur et l'adaptateur sont présentés dans la figure 3.5.

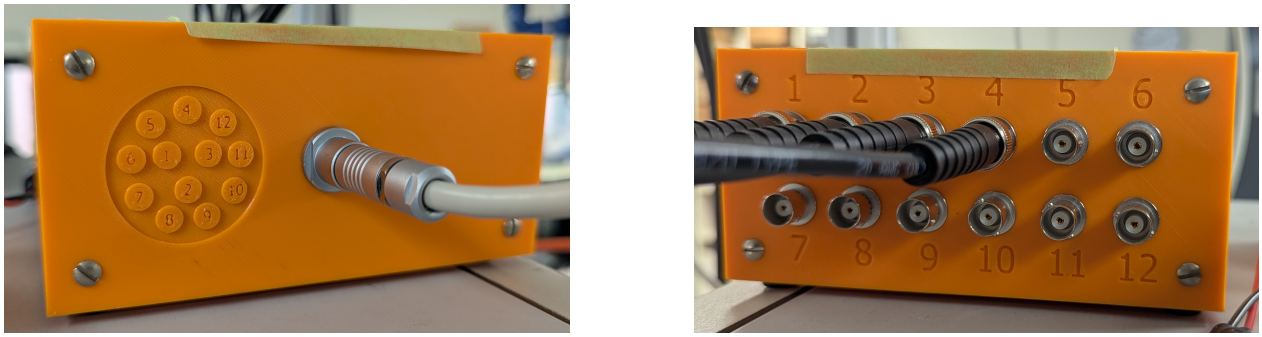
Le capteur de température *Cernox* est raccordé au haut de l'insertion à température variable



(a) (b)

FIGURE 3.5 (a) Le support de capteur de température installé sur l'adaptateur avec les fils d'alimentation et de mesure du capteur *Cernox* sortant du côté. (b) Les mêmes composantes désinstallées afin d'observer l'emplacement du capteur de température *Cernox*.

par quatre fils très fins. Deux fils sont utilisés pour alimenter le capteur et les deux autres sont utilisés pour mesurer la résistance du capteur. C'est une mesure de résistance à l'aide d'une configuration à quatre pointes classique. De plus, l'interface entre l'intérieur et l'extérieur de l'insertion est un connecteur hermétique à 12 broches de la marque *Fischer Connectors*. Ce connecteur est intégré au système cryogénique et ne pouvait pas être interchangé par un connecteur plus standard. Alors, une boîte de transfert a été créée afin de convertir le connecteur *Fischer* en connecteurs plus standards. Une boîte de transfert a donc été modélisée et imprimée en 3D sur mesure pour le montage. D'un côté de la boîte, il y a le connecteur à 12 broches *Fischer* et de l'autre côté de la boîte, il y a 12 connecteurs coaxiaux de type BNC. Chacune des broches du connecteur *Fischer* est reliée au conducteur central d'un connecteur BNC et toutes les coquilles des connecteurs BNC sont reliées ensemble. Finalement, le capteur de température est relié au contrôleur de température par 4 câbles coaxiaux de type BNC. La boîte de transfert du connecteur *Fischer* est présentée dans la figure 3.6.



(a) (b)

FIGURE 3.6 (a) Premier côté de la boîte de transfert avec le connecteur à 12 broches *Fischer* où le numéro des broches est indiqué. (b) Deuxième côté de la boîte de transfert avec les 12 connecteurs BNC où le numéro de la broche correspondante est indiqué.

Court-circuit de l'élément chauffant

Le plus grand obstacle expérimentale de ce projet a sans doutes été le problème de court-circuit de l'élément chauffant. Afin de bien expliquer le problème et ses répercussions sur le projet, il faut décrire un peu le contexte. Premièrement, il est important de préciser que l'élément chauffant est un composant totalement intégré au système cryogénique, c'est-à-dire que son accès à des fins d'investigations ou de réparations est extrêmement difficile. En effet, cette procédure requiert d'ouvrir et de désassembler le système en grande partie, ce qui est complexe et risqué. Deuxièmement, il est important de noter que l'élément chauffant est le seul composant du système permettant de faire monter la température de l'insertion, sans lui, le système perd complètement sa capacité à contrôler la température de l'échantillon. Troisièmement, un aspect important des procédures d'utilisation du système cryogénique est le fait que l'ajout et le retrait de l'échantillon de l'insertion doivent se faire à une température interne de 300 K pour limiter les chocs thermiques des différentes pièces. Ainsi, à chaque changement d'échantillon, il faut faire monter la température de l'insertion à 300 K et donc il faut faire appel à l'élément chauffant. Cette procédure ne nécessite pas de fermer complètement le système cryogénique normalement, seulement de faire monter la température interne de l'insertion, tout en maintenant le reste du système refroidi.

Cela dit, lorsque la température cible de l'insertion atteignait 300 K, l'élément chauffant devenait court-circuité. Le contrôleur de température comporte un système de sécurité intégré qui détecte une chute abrupte de la résistance de l'élément chauffant et coupe le courant circulant dans l'élément afin de le protéger. Ainsi, le contrôleur arrêtait d'alimenter l'élément

chauffant et le système perdait complètement sa capacité de chauffage. Un grand nombre d'investigations et de tests ont été effectués pour mieux comprendre le comportement de l'élément chauffant. Le résultat de cette investigation a été que le problème de court-circuit était critique au fonctionnement du système, mais qu'heureusement il était systématique. En effet, à chaque fois que l'insertion atteignait la température ambiante, l'élément chauffant devenait court-circuité après environ 1 à 2 heures. Lorsque l'élément chauffant était dans cet état de court-circuit, il y restait peu importe la température interne de l'insertion et peu importe le temps qui passait. Les investigations ont démontré que le seul moyen de faire revenir l'élément chauffant à son état normal était de complètement fermer le système cryogénique et de le laisser réchauffer pendant 3 jours jusqu'à la température ambiante.

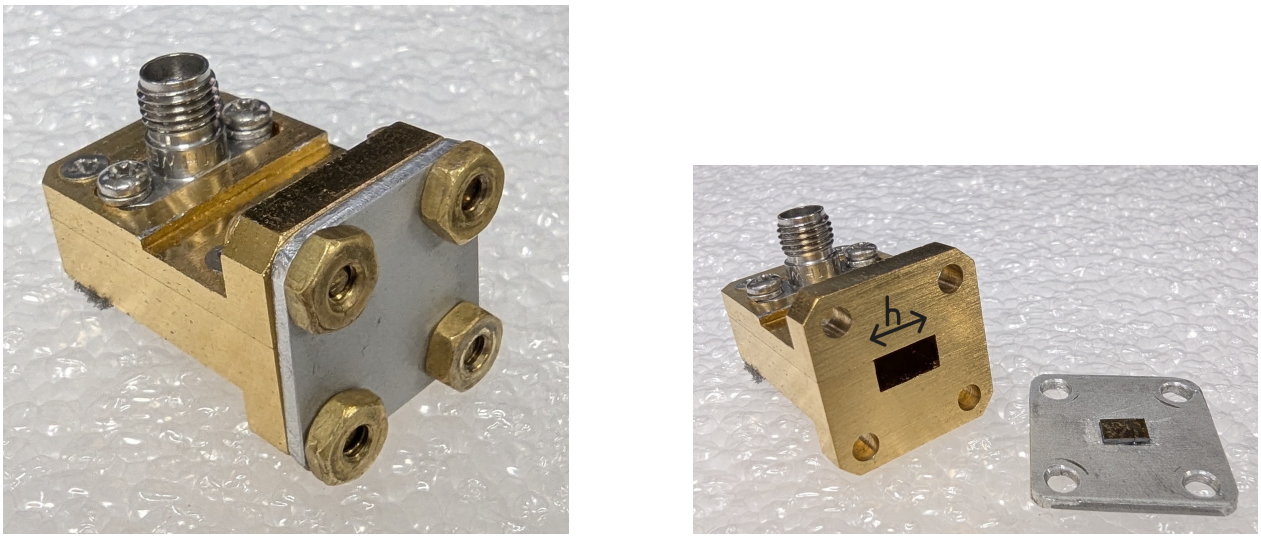
Ainsi, la planification du projet ainsi que le plan de mesure ont été très impactés par ce problème de court-circuit de l'élément chauffant. Comme l'élément chauffant est un composant interne du système cryogénique, il est impossible de le réparer ou de le remplacer sans mettre hors service le système complet. Cela dit, comme le problème était systématique, une solution a pu être trouvée afin de contourner au mieux le problème. La solution trouvée ajoute une certaine complexité au plan de mesure, certes, mais elle permet de bien compléter les mesures nécessaires à la complétion des sous-objectifs du projet. Les détails des différents impacts sur le plan de mesure vont être présentés dans la section 3.6.

3.3.3 Excitation

L'excitation de l'échantillon par un faible champ magnétique alternatif dans le montage de résonance ferromagnétique est effectuée par un adaptateur coaxial et guide d'onde court-circuité. Cet adaptateur permet d'utiliser la deuxième méthode d'excitation présentée à la section 3.1.2 qui utilise un guide d'onde court-circuité pour exciter l'échantillon et forcer une précession de l'aimantation.

Tel que mentionné dans la section 3.2, l'interface entre l'extérieur et l'intérieur de l'insertion à température variable est composé de connecteurs coaxiaux de type V. Ces connecteurs sont fabriqués pour transmettre des micro-ondes avec une fréquence pouvant aller jusqu'à 65 GHz. Ainsi, des câbles coaxiaux compatibles avec ces connecteurs ont été utilisés pour transmettre les micro-ondes jusqu'au fonds de l'insertion à température variable. Ces câbles coaxiaux ont donc une longueur d'un peu plus de 1 mètre. Ensuite, l'adaptateur coaxial-guide d'onde a été installé au bout de ces câbles pour qu'il soit au cœur de l'aimant. La position exacte de l'adaptateur au cœur de l'aimant a été soigneusement choisie pour que l'échantillon se trouve exactement au maximum du champ magnétique continu. L'adaptateur utilisé est

un composant RF qui transmet les micro-ondes provenant d'un câble coaxial vers un guide d'onde de la bande Ka. Ainsi, l'adaptateur utilisé est fonctionnel seulement dans la bande Ka, soit de 26.5 GHz à 40 GHz. Finalement, une petite plaque d'aluminium a été installée au bout de la partie guide d'onde de l'adaptateur pour servir de court-circuit. L'échantillon est installé sur cette plaque d'aluminium à l'aide de ruban adhésif à double face. Pour que cette méthode d'excitation fonctionne, il est essentiel que l'échantillon soit positionné au bout du guide d'onde sur la plaque de court-circuit. De cette manière, il est assuré que l'échantillon soit dans un maximum de champ magnétique alternatif et que celui-ci soit le plus possible uniforme sur tout l'échantillon. Un champ magnétique alternatif uniforme est nécessaire pour exciter le mode uniforme magnétostatique dans l'échantillon. Un champ alternatif non-uniforme risque d'exciter des modes magnétostatiques d'ordres supérieurs. Cette configuration du guide d'onde en court-circuit permet de mesurer la résonance ferromagnétique à l'aide du signal en réflexion sortant de l'adaptateur. L'adaptateur coaxial-guide d'onde, la plaque d'aluminium et l'échantillon sont présentés dans la figure 3.7.

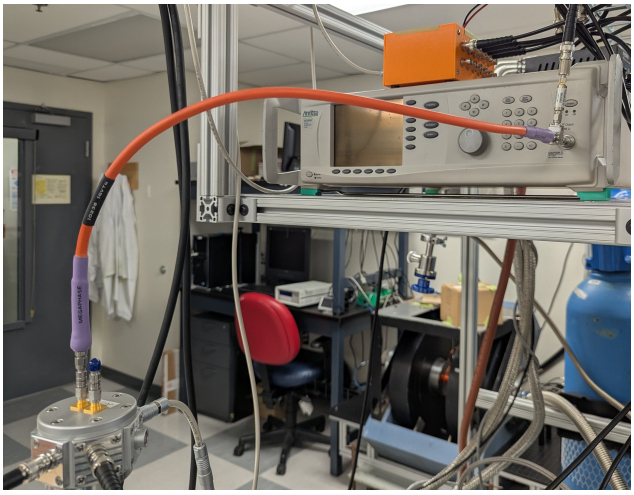


(a) (b)

FIGURE 3.7 (a) L'adaptateur coaxial-guide d'onde avec la plaque d'aluminium installée au bout de la partie guide d'onde. (b) Les mêmes composantes désinstallées afin d'observer l'échantillon installé sur la face intérieur de la plaque d'aluminium. L'orientation du champ magnétique alternatif micro-onde **h** est aussi représenté.

À l'extérieur de l'insertion à température variable, une source de micro-ondes de 32 mW est utilisée pour alimenter le circuit RF. La source de micro-ondes utilisée est la *MG3694A* de *Anritsu*. Elle permet d'envoyer des micro-ondes en onde continue jusqu'à une fréquence de

40 GHz et jusqu'à une puissance 15 dBm (32 mW). La puissance micro-onde utilisée lors de l'étude de la résonance ferromagnétique des couches minces de CoFeCrB est 12 dBm (16 mW). Une forte puissance micro-onde a été nécessaire pour effectuer les mesures de résonance ferromagnétique en raison des fortes pertes dans le circuit RF. L'ensemble des composants tels que le circulateur et l'adaptateur ainsi que les câbles coaxiaux ajoutent beaucoup de pertes micro-ondes, ce qui diminue grandement l'intensité du signal à la sortie du circuit. Ainsi, le circulateur est directement connecté à la source afin de minimiser les pertes micro-ondes. Le circulateur utilisé dans le montage est un circulateur coaxial de la marque *Ditom Microwaves Inc.* pour la bande Ka. Ce circulateur est le composant RF qui permet d'à la fois alimenter le circuit avec la source et de mesurer le signal réfléchi avec la diode. Le circulateur est ensuite connecté à l'insertion à température variable avec un câble coaxial. La source et le circulateur ont été installés près du haut de l'insertion afin de minimiser la longueur du câble coaxial pour encore minimiser les pertes. Une tablette accrochée à la structure d'aluminium a due être fabriquée afin de rendre cette disposition possible. Finalement, la diode est connecté directement au troisième port du circulateur pour minimiser les pertes. La disposition exacte des ces composantes est présentée à la figure 3.8.



(a)



(b)

FIGURE 3.8 (a) La source micro-onde placée sur une tablette près du haut de l'insertion afin de minimiser la longueur du câble coaxial en orange. (b) Le circulateur branché directement dans la source afin d'éviter d'utiliser un autre câble coaxial et la diode branchée directement dans le port de sortie du circulateur.

Les fréquences micro-ondes utilisées lors de l'étude de la résonance ferromagnétique des couches minces de CoFeCrB sont environ 26.5 GHz, 32.5 GHz, 35.5 GHz et 39.5 GHz. Des mesures de résonance ferromagnétique ont été effectuées à seulement 4 fréquences en raison du manque de temps causé par le problème de court-circuit de l'élément chauffant décrit à la section 3.3.2. Il est important de noter que ces 4 fréquences ont été choisie de manière à maximiser l'utilisation de la largeur de bande disponible du montage. Les fréquences mentionnées plus haut sont approximatives et elles ont plutôt servi de cible en pratique. Les fréquences exactes pour les mesures ont été optimisées pour chacun des échantillons. En effet, les échantillons ont tous des dimensions et des formes légèrement différentes. De plus, l'installation des échantillons sur la plaque d'aluminium n'est pas exactement pareil à chaque fois. Ainsi, pour chacun des échantillons, le spectre des pertes micro-ondes du circuit RF en fonction de la fréquence est légèrement différent. Donc, à chaque nouvelle installation d'un échantillon dans l'adaptateur, une optimisation des fréquences a été effectuée afin de maximiser le signal sortant de la diode. Cette optimisation consiste à trouver une fréquence près de 26.5 GHz, 32.5 GHz, 35.5 GHz et 39.5 GHz qui permet d'obtenir un signal assez fort à la sortie de la diode pour être utiliser par l'amplificateur à détection synchrone. La liste des fréquences exactes utilisées pour les mesures de chaque échantillon est présentée dans le tableau 3.2.

Tableau 3.2 Liste des fréquences exactes utilisées pour les mesures de chaque échantillon

Échantillon	**Fréquences** [GHz]			
CFB0 parallèle	26.5	32.5	35.5	39.5
CFB4 parallèle	26.5	32.5	35.5	39.5
CFB8 parallèle	26.5	32.5	35.5	39.5
CFB0 perpendiculaire	26.5	32.5	35.5	39.5
CFB4 perpendiculaire	27.0	32.5	35.5	39.0
CFB8 perpendiculaire	27.3	32.7	35.8	38.7

Finalement, cette méthode d'excitation a été choisie pour la conception du montage parce qu'elle respectait les contraintes et les spécifications tout en permettant de réaliser les sous-objectifs du projet. Effectivement, cette méthode respecte l'espace disponible au fonds de l'insertion et permet d'effectuer des mesures de résonance ferromagnétique à large bande entre 26.5 GHz et 40 GHz. Il est à noter que la capacité de l'adaptateur à faire de mesures à large bande est accompagné d'un sacrifice sur la sensibilité des mesures comparé à l'utilisation d'une cavité par exemple. Aussi, la forte puissance de la source micro-ondes ainsi que les efforts de conception pour minimiser les pertes dans le circuit RF sont des avantages pour la détection de résonance ferromagnétique d'échantillon à faible signal. La disposition des

composantes à l'intérieur du cylindre allant au fonds de l'insertion au cœur de l'aimant est présentée dans la figure 3.9. Cette figure montre que la solution choisie respecte la contrainte d'espace limité à l'intérieur de l'insertion présentée à la section 3.2. Il est à noter que la figure 3.9 montre seulement la disposition des composantes pour l'orientation du champ magnétique continu parallèle à la couche mince, soit le schéma de gauche dans la figure 3.3.

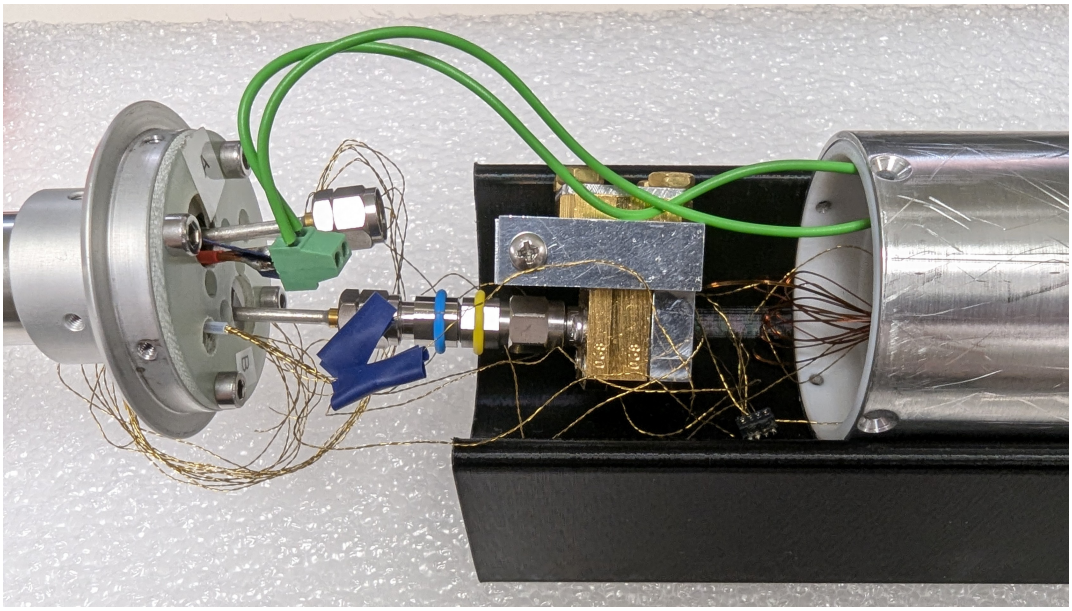


FIGURE 3.9 La disposition de l'adaptateur, du support de capteur de température et du câble coaxial à l'intérieur du cylindre allant au fonds de l'insertion au cœur de l'aimant pour l'orientation du champ magnétique continu parallèle à la couche mince.

3.3.4 Détection

La détection du signal de résonance ferromagnétique de l'échantillon dans le montage est effectuée par un amplificateur à détection synchrone. Tout d'abord, afin de pouvoir utiliser cet instrument polyvalent, il est nécessaire d'utiliser une diode. La diode permet de transformer le signal micro-onde en voltage continu. En effet, la diode transforme un signal à une haute fréquence donnée en un voltage continu correspondant. La valeur de ce voltage continu dépend de la fréquence du signal entrant et de son intensité. La diode utilisée dans le montage est la diode *70KC50* de la marque *Anritsu*. Elle est fonctionnelle pour des signaux entrant ayant une puissance jusqu'à 20 dBm ainsi qu'une fréquence de 10 MHz à 40 GHz. La diode est directement connectée au troisième port du circulateur pour mesurer le signal de l'échantillon en réflexion. La diode est présentée dans la figure 3.8. Lors de la résonance

ferromagnétique, la susceptibilité imaginaire de l'échantillon change drastiquement et donc, l'échantillon perturbe l'impédance de l'adaptateur et diminue l'intensité du signal réfléchi par celui-ci, ce qui résulte en une diminution du voltage sortant de la diode. La diode est ensuite connectée à l'amplificateur à détection synchrone avec un câble coaxial de type BNC.

L'amplificateur à détection synchrone (LIA) est un instrument extrêmement polyvalent qui permet d'extraire une contribution à une fréquence particulière à travers un signal bruité. Le LIA permet d'extraire une contribution à une fréquence spécifique, appelé fréquence de référence, à travers le signal entrant. Or, tel que décrit plus haut, le signal entrant provenant de la diode est un voltage continu. Donc, pour que cette méthode de détection fonctionne, il est nécessaire de mettre en œuvre une modulation du signal à la fréquence de référence. La manière la plus simple est d'ajouter une bobine de modulation autour de l'échantillon afin de moduler le champ continu externe. Comme la résonance ferromagnétique dépend grandement du champ externe, cette méthode de modulation est très efficace, car elle permet une modulation à grande amplitude du signal sortant de la diode. La qualité de la modulation se traduit directement dans la qualité des résultats du LIA. L'utilisation d'une modulation pour l'amplificateur à détection synchrone permet de mesurer le signal de résonance ferromagnétique d'échantillons à très faible signal, car le LIA avec les bons paramètres est capable d'extraire des signaux très faibles à travers un signal qui, à première vue, semble totalement bruité.

L'amplificateur à détection synchrone utilisé dans le montage est le *SR830* de *Stanford Research*. Plusieurs paramètres de cet instrument ont été optimisés pour améliorer le plus possible la qualité de la mesure finale. Premièrement, le LIA est utilisé en mode de signaux d'entrée différentiels, c'est-à-dire que l'instrument prend en signal d'entrée la différence de voltage entre le conducteur central et la coquille du câble BNC connecté à la diode. De cette manière, le signal d'entrée est en aucun cas relié à la mise à la terre. Ce mode permet donc d'éliminer presque entièrement le bruit provenant de la mise à la terre et des circuits électriques environnants. Aussi, une constante de temps de 1 seconde a été utilisée, ce qui correspond à un filtre passe-bas ayant une largeur d'environ 0.16 Hz. Cette constante de temps élevée permet donc de retirer tout signal étant à $\pm$ 0.16 Hz de la fréquence de référence et ainsi de filtrer un maximum de bruit lors de la mesure. Ce meilleur filtrage est cependant accompagné d'un temps de réaction au changement de signal beaucoup plus lent. Cela dit, ce compromis a pu être fait, car la rampe de champ de l'aimant supraconducteur utilisée lors des mesures est plutôt lente, ce qui mène à des changements assez lents dans le signal sortant de la diode. Ainsi, la valeur de 1 seconde pour la constante de temps a été choisie, car elle

permet un bon équilibre de filtrage et de temps de réaction. De plus, une sensibilité entre 20 μV et 50 μV a été utilisée, ce qui est une valeur assez faible. Ces valeurs de sensibilité correspondent à un gain respectif de 500 et 200 sur le signal d'entrée du LIA, ce qui fait que le signal de sortie du LIA est toujours entre -10 V et 10 V. Une très faible sensibilité a dû être utilisée en raison du faible signal de résonance ferromagnétique des échantillons. Finalement, les deux composantes du signal de sortie du LIA ont été acquises, soit le signal en X et en Y. Ces deux signaux réunis comprennent l'amplitude et la phase du signal de sortie. Les deux composantes ont été acquises pour avoir la totalité de l'information pour l'analyse des données subséquente.

En raison de la nature des échantillons à mesurer dans le cadre de ce projet et de l'utilisation de l'adaptateur au lieu d'une cavité, la méthode de détection utilisant le LIA était essentielle à la réussite des sous-objectifs. Cette méthode de détection a donc été mise en œuvre dans le montage. Cela dit, cette implémentation nécessite davantage de conception pour développer une méthode de modulation du signal. Les détails de la conception de la méthode de modulation sont présentés dans la section suivante.

3.3.5 Modulation du champ magnétique externe

La modulation du signal de résonance ferromagnétique est effectuée par une bobine de modulation positionnée autour de l'échantillon afin de produire un champ magnétique alternatif s'ajoutant au champ continu externe de l'aimant supraconducteur. Tel que mentionné dans la section précédente, cette méthode de modulation est la meilleure manière de moduler le signal de l'échantillon lors de la résonance, car il dépend fortement du champ magnétique externe. Ainsi, cette méthode permet de maximiser l'amplitude de la modulation du signal de l'échantillon entrant dans l'amplificateur à détection synchrone.

La conception de la bobine devait respecter certaines contraintes liées aux autres composants du montage et des spécifications pour assurer la qualité des mesures. Premièrement, afin d'assurer l'homogénéité du champ magnétique alternatif au niveau de l'échantillon, un long solénoïde a été utilisé comme bobine de modulation. Tel que mentionné dans la section 3.2, à l'intérieur de l'insertion à température variable, l'espace pour l'échantillon est limité à un cylindre d'environ 48 mm de diamètre et 125 mm de longueur. Ainsi, le solénoïde a été intégré à l'intérieur d'un cylindre ayant ces mêmes dimensions. De cette manière, le champ magnétique à l'intérieur de ce cylindre serait presque totalement homogène loin des bords et le positionnement exacte de l'échantillon à l'intérieur de ce cylindre ne serait pas un problème. Le cylindre en question a été conçu et machiné pour le montage. Le cylindre comporte

deux pièces. La première pièce est la coquille du cylindre qui a été machinée en aluminium en raison de sa grande conductivité thermique et de son faible coût. Cette coquille permet d'isoler l'espace de l'échantillon du flux directe d'hélium au fonds de l'insertion. La deuxième pièce est le support sur lequel le solénoïde est embobiné. Ce support a été machiné en téflon (PTFE) en raison de sa très faible conductivité électrique et de son faible coût. Le téflon possède non seulement une résistance mécanique élevé et une bonne résistance aux cycles de température mais il permet aussi de ne pas atténuer le champ magnétique alternatif à l'intérieur du cylindre en raison de sa conductivité électrique très faible. Cela dit, l'embobinage du solénoïde a été effectuée avec un fil de cuivre d'environ 1 mm de diamètre afin de minimiser la puissance thermique dissipée au fonds de l'insertion. Cependant, comme un gros diamètre de fil a été utilisé, le nombre total de tours dans le solénoïde était limité. Ainsi, il faut un courant plus élevé pour produire la même amplitude de champ magnétique. Pour ces deux raisons, l'impédance de la bobine est plutôt faible, autour de 0.7 Ω. Le cylindre d'aluminium dans lequel la bobine a été intégrée est présenté dans la figure 3.10.



FIGURE 3.10 Image du cylindre dans lequel la bobine de modulation a été intégrée où la coquille en aluminium, le support central en téflon et les fils d'alimentation de la bobine sont montrés.

Une fois la bobine conçue et fabriquée, il a fallu s'intéresser à la manière de l'utiliser dans le montage de résonance ferromagnétique. L'amplificateur à détection synchrone possède un signal de référence interne pour la modulation. Cela dit, cette sortie est extrêmement limitée en courant, soit environ 20 mA maximum. Par expérience au laboratoire, il faut au moins que le champ magnétique alternatif aille une amplitude de 1 mT pour assurer la qualité des mesures pour ce type d'échantillons. Des tests de courant avec la bobine ont été effectués pour connaître le courant nécessaire afin de produire un champ continu de 1 mT. Les tests ont révélés qu'un courant d'environ 0.6 A permet de produire un champ d'un peu plus de 1 mT. Donc, une amplification de puissance était nécessaire entre le LIA et la bobine. L'amplification a été effectuée à l'aide de l'amplificateur audio commercial *PTA2* de 40 W de la marque *PylePro*. Cet amplificateur audio a été conçu pour être utiliser avec des haut-parleurs ayant une impédance entre 4 Ω et 8 Ω. Ainsi, comme l'impédance de la bobine est d'environ 0.7 Ω, une résistance de puissance de 5 Ω a été ajoutée en série afin d'assurer le bon fonctionnement de l'amplificateur audio. Finalement, l'amplificateur audio permet d'amplifier le signal de référence environ 8 fois, soit d'un signal de 750 mV_{pp} à un signal de 6 V_{pp}. Il est à noter qu'un courant plus fort dans la bobine aurait pu être utilisé afin de produire un plus grand champ magnétique alternatif et ainsi améliorer la qualité de la mesure, mais que cela résulterait en une plus grande puissance dissipée par la bobine, ce qui impacterait la puissance de refroidissement de l'insertion.

La fréquence de modulation a été choisie à 100 Hz en raison de l'effet de peau qui est une problématique importante pour des champs magnétiques alternatifs. En effet, l'échantillon est à l'intérieur de l'adaptateur coax-guide d'onde court circuité et celui-ci est complètement fabriqué en aluminium. Ainsi, l'échantillon se situe à l'intérieur d'une boîte de métal ayant une conductivité électrique très élevée. L'effet de peau peut donc jouer un très grand rôle dans l'atténuation d'un champ magnétique alternatif à l'intérieur de l'adaptateur. De plus, la conductivité électrique de l'aluminium augmente rapidement avec la diminution de la température. Ainsi, à basse température, l'effet de peau est de plus en plus important. Pour ces raisons, il a été essentiel d'utiliser la plus faible fréquence possible pour la modulation en champ magnétique, afin de minimiser l'atténuation du champ de modulation au niveau de l'échantillon due à l'effet de peau. Cela dit, une trop faible fréquence de modulation n'aurait pas été compatible avec l'amplificateur audio. Une fréquence de modulation de 100 Hz est la plus faible fréquence d'entrée de l'amplificateur permettant un signal de sortie assez fort et sans distorsion.

Finalement, comme la modulation demande un signal à haute puissance comparé au si-

gnal micro-onde, il a fallu concevoir une interface spéciale entre l'intérieur et l'extérieur de l'insertion à température variable. En effet, en raison du fort courant dans la bobine, le signal de modulation contaminait directement le signal micro-onde à travers leur mise à la terre commune à l'interface de l'insertion, ce qui ruinait totalement la mesure. Ainsi, il a fallu concevoir deux nouveaux connecteurs totalement isolés du reste de l'interface pour la bobine de modulation. En raison de la nature de l'insertion, ces connecteurs devaient être totalement hermétiques. Les connecteurs choisies sont des connecteurs de type BNC. Aussi, des plaques d'aluminium ont été machinées pour permettre l'installation des connecteurs. Cet nouvel interface a permis d'isoler totalement le circuit d'alimentation de la bobine du circuit micro-onde servant d'excitation à l'échantillon. Ainsi, le signal de l'échantillon lors de la résonance est seulement modulé à travers le champ externe qui lui est modulé par la bobine. Les connecteurs hermétiques BNC permettant d'alimenter la bobine ainsi que les plaques d'aluminium permettant de les installer à l'interface de l'insertion sont présentés dans la figure 3.11.

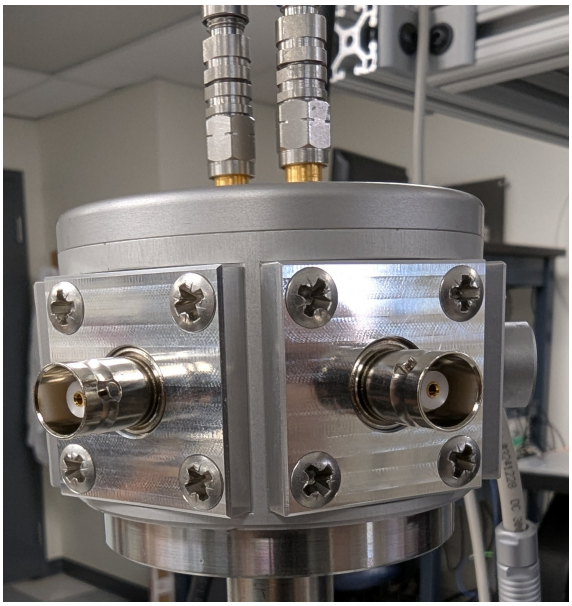


FIGURE 3.11 Les connecteurs hermétiques BNC permettant d'alimenter la bobine ainsi que les plaques d'aluminium permettant de les installer à l'interface de l'insertion.

3.3.6 Acquisition

L'acquisition finale des signaux dans la montage de résonance ferromagnétique est effectuée par la carte d'acquisition *USB-6211* de *National Instruments (NI)*. Cette carte d'acquisition

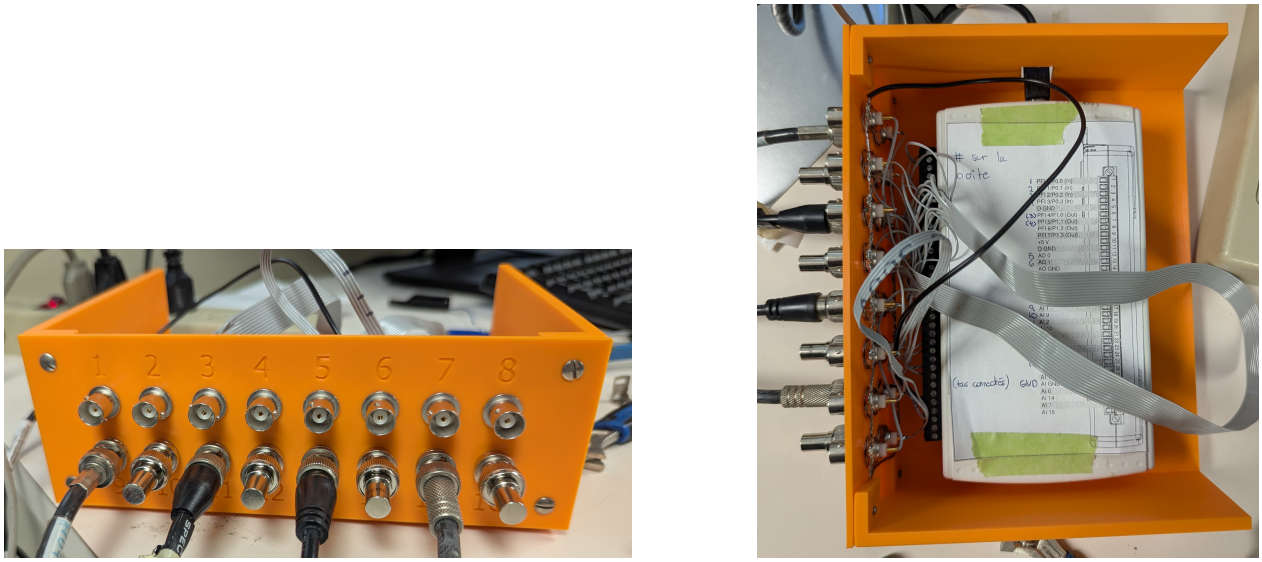
est capable d'acquérir des voltages analogues à travers plusieurs canaux simultanément à une fréquence d'échantillonnage maximale de 250 000 échantillons/seconde. La carte d'acquisition NI est connectée à l'ordinateur de contrôle du système FMR afin de récolter automatiquement les données à chaque mesure.

Pour les besoins du montage, la carte NI acquiert des voltages analogues dans trois canaux à la fois. Ces trois signaux sont le signal de sortie en X du LIA, le signal de sortie en Y du LIA et le signal de la source de courant proportionnel au courant dans l'aimant supraconducteur permettant de mesurer le champ magnétique continu appliqué à l'échantillon. Ces signaux sont connectés à la carte d'acquisition NI à l'aide de câble coaxiaux de type BNC. Ces trois signaux sont acquis simultanément à une fréquence d'échantillonnage de 80 Hz chacun. Ces trois signaux sont aussi acquis en continu tout au long de la rampe de champ. Ainsi, pour chaque mesure, correspondant à une rampe de champ, entre 25 000 et 32 000 échantillons sont acquis pour chacun des trois signaux mesurés dépendamment de la largeur de la rampe de champ. Finalement, la carte NI est utilisée en mode d'acquisition différentielle afin de limiter le bruit dans la mesure. C'est-à-dire, la carte NI mesure la différence de voltage entre le conducteur central et la coquille des câbles BNC. De cette manière, l'acquisition des signaux est totalement isolée de la mise à la terre de la carte et de ses fluctuations.

Finalement, afin de faciliter l'utilisation de la carte NI avec le reste du montage, une boîte de transfert a été créée. En effet, une boîte de transfert a été modélisée et imprimée en 3D afin de convertir les broches de la carte d'acquisition en connecteurs de type BNC qui sont utilisés partout ailleurs dans le montage. Ainsi, sur la face de la boîte de transfert, il y a 16 connecteurs BNC. Les conducteurs centraux de ces connecteurs BNC sont chacun reliés à une broche spécifique de la carte NI et les coquilles sont toutes reliées à la mise à la terre de la carte NI. Chaque connecteur BNC possède un numéro d'identification et la correspondance avec les broches de la carte est indiquée sur une feuille installée sur la carte d'acquisition. La boîte de transfert et la carte d'acquisition NI sont présentée dans la figure 3.12.

3.3.7 Automatisation des mesures

L'automatisation présentait un défi particulier pour ce projet en raison de la présence de deux ordinateurs différents ayant chacun leur propre logiciel. L'automatisation du processus de prise de mesures dans le montage de résonance ferromagnétique en fonction de la température est effectuée par un programme dans le logiciel *LabView* de *National Instruments*. Ce logiciel permet de prendre en main toutes les communications avec les différents instruments



(a) (b)

FIGURE 3.12 (a) La face de la boîte de transfert avec les 16 connecteurs BNC et leur numéro d'identification. (b) L'intérieur de la boîte de transfert avec la carte d'acquisition et la feuille indiquant la correspondance entre les broches et les connecteurs BNC.

du montage. Le logiciel *LabView* est installé sur l'ordinateur du système FMR au laboratoire. Un programme *LabView* complet a été créé spécialement pour l'utilisation ergonomique du montage développé. Ce programme permet de commander les différents instruments, d'acquérir les données et de les enregistrer dans le format adéquat pour faciliter l'analyse de données. L'ordinateur du système FMR est directement connecté à la source micro-onde et à la carte d'acquisition NI.

Un deuxième ordinateur fait aussi partie intégrante du montage, soit l'ordinateur du système *Cryogenic*. Cet ordinateur est dédié uniquement au contrôle du système cryogénique, soit l'aimant supraconducteur et l'insertion à température variable. Effectivement, cet ordinateur est directement connecté à la source de courant de l'aimant supraconducteur et au contrôleur de température. Un logiciel spécialement conçu par l'entreprise *Cryogenic* est installé sur cet ordinateur afin de commander et surveiller le système cryogénique. Un lien réseau a été créé entre cet ordinateur et l'ordinateur du système FMR afin d'augmenter les capacités d'automatisation du montage. En effet, ce lien réseau permet au programme *LabView* exécuté sur l'ordinateur du système FMR d'avoir accès aux commandes et aux paramètres du logiciel de contrôle du système cryogénique.

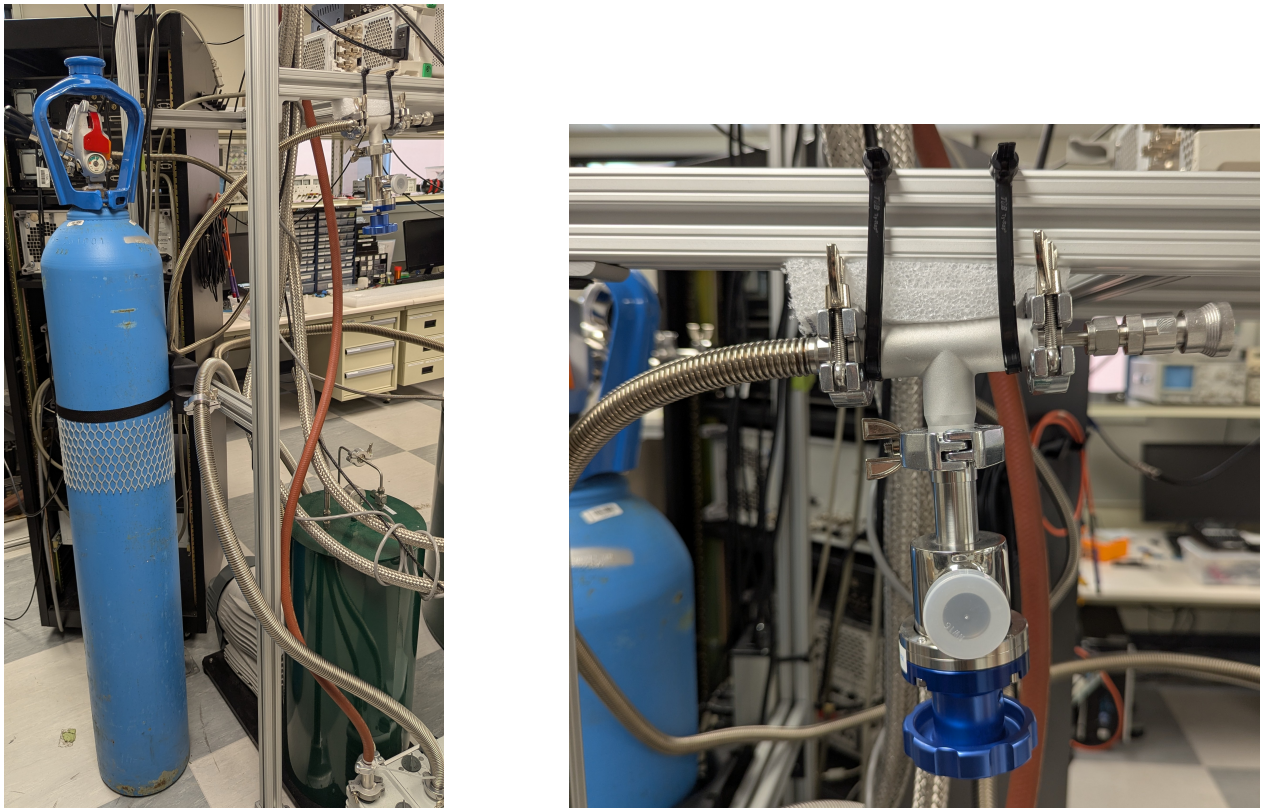
Finalement, le programme *LabView* possède une très grande capacité d'automatisation dans le processus de prise de mesures. Premièrement, il définit la fréquence et la puissance de la source micro-onde. Ensuite, il configure la carte d'acquisition pour avoir les bons paramètres d'acquisition. Ensuite, il configure la rampe de champ magnétique dans le logiciel *Cryogenic* et il amène l'aimant au champ magnétique maximal de la rampe. Puis, il mesure la température réelle de l'échantillon à l'aide du contrôleur de température connecté au logiciel *Cryogenic*. Ensuite, il débute simultanément la rampe de champ magnétique et l'acquisition de la carte NI. Le programme récolte ensuite les données tout au long de la rampe. Une fois la rampe et l'acquisition terminées, il enregistre les données acquises par la carte ainsi que la fréquence micro-onde et la température de l'échantillon dans un fichier texte avec le format adéquat. Finalement, il répète cette boucle pour toutes les fréquences à mesurer.

3.4 Autres éléments du développement du montage

Lors du développement du montage, certains éléments qui n'avaient pas une fonction directe dans la prise de mesures ont été conçus et mis en place dans le montage. Ces autres éléments ont été développés dans le cadre du projet afin d'augmenter les capacités expérimentales du montage ou afin d'améliorer son ergonomie.

Premièrement, un élément essentiel à l'entretien régulier du système cryogénique manquait grandement au montage antérieur. En effet, l'hélium dans le circuit isolé de l'insertion à température variable qui est en contact avec l'échantillon doit régulièrement être complètement changé. Effectivement, l'hélium dans ce circuit peut se contaminer avec le temps en raison d'une fuite dans le circuit ou d'un mauvais pompage lors du changement d'échantillon. Ici, la contamination réfère à l'introduction d'air ambiant dans le circuit d'hélium. Comme ce circuit est refroidi à environ 2 K, la présence d'air peut causer des glaçons en raison de l'humidité dans l'air et endommager le circuit. Ainsi, il est nécessaire de changer l'hélium environ à chaque mois d'utilisation fréquente ou immédiatement lorsqu'une fuite est détectée. Par exemple, au courant de ce projet, une fuite provenant d'une valve défectueuse a été détectée lors d'un pompage d'investigation. Cette investigation faisait suite à l'observation d'une dégradation des capacités de refroidissement du système cryogénique, probablement causée par un glaçon dans le circuit. La valve a donc due être remplacée et l'hélium du circuit fermé complètement changé. Alors, afin d'améliorer l'ergonomie de l'entretien régulier du système cryogénique, une bobonne d'hélium remplissable a été installée dans le montage. Cette bobonne contient une très grande quantité d'hélium et permet donc de remplacer l'hélium du circuit un très grand nombre de fois avant de devoir la remplir. Aussi, un tuyau a été installé

à la sortie de la bobonne pour permettre de facilement et directement remplir le réservoir d'hélium. De plus, une valve et une pièce en «T» ont été installées au bout de ce tuyau afin de facilement pomper le tuyau et éviter toute contamination du réservoir. Finalement, un connecteur rapide a été installé à l'autre bout de la pièce en «T» afin de remplir directement le réservoir. Cet assemblage est accroché à la structure de métal pour faciliter son utilisation. La bobonne, le tuyau, la valve et le réservoir sont présentés dans la figure 3.13.



(a) (b)

FIGURE 3.13 (a) La bobonne d'hélium en bleu et le réservoir du circuit isolé d'hélium en vert. (b) Le tuyau à gauche qui connecte la bobonne à la pièce en «T», la valve en bleu permettant de pomper le tuyau et le connecteur rapide à droite servant à directement remplir le réservoir.

Deuxièmement, un des aspects importants du premier sous-objectif du projet est que le montage doit être permanent. Aussi, auparavant le montage n'était pas très sécuritaire, car les câbles et les tuyaux étaient au sol. Ainsi, afin de rendre le montage plus permanent, sécuritaire et ergonomique, une structure en aluminium a été conçue et installée autour du montage. Cette structure en métal sert essentiellement de support et de point d'ancrage pour tous les câbles et les tuyaux du montage. Cela dit, la structure a aussi permis l'installation d'une

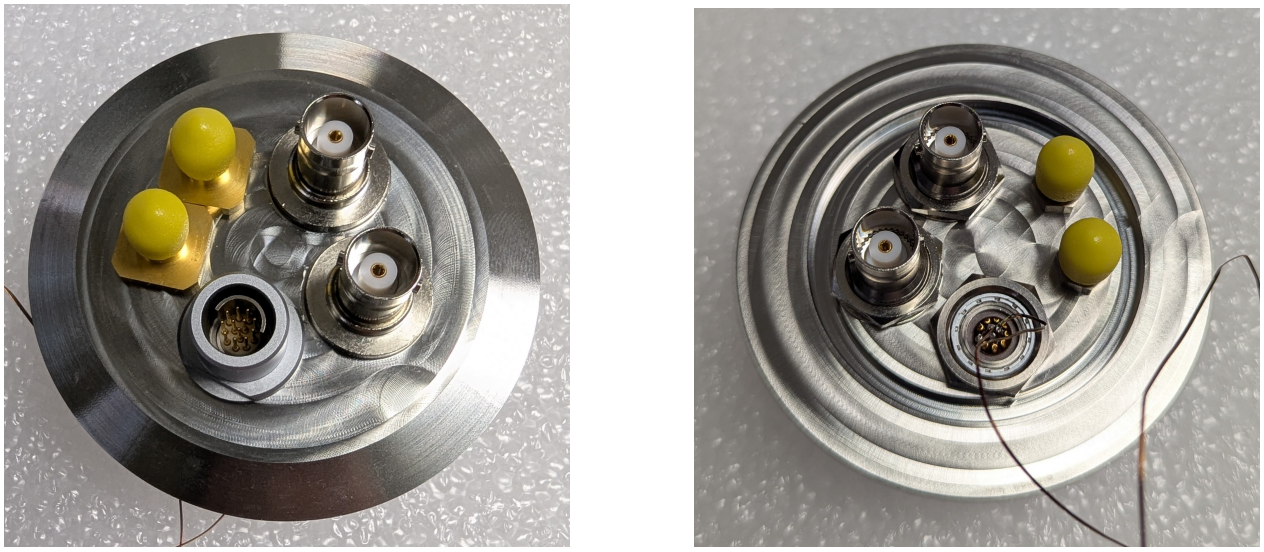
tablette pour disposer les instruments essentiels près du haut de l'insertion. Cette tablette a été essentielle dans la réduction des pertes micro-ondes en minimisant la longueur de câble coaxial nécessaire, tel qu'expliqué dans le section 3.3.3. La structure de métal, le rangement des câbles et la tablette sont présentées dans la figure 3.14.



FIGURE 3.14 La structure de métal autour du montage permettant de ranger les câbles en hauteur et la tablette permettant d'installer les instruments près du haut de l'insertion.

Finalement, la configuration actuelle à l'intérieur de l'insertion est très contraignante. En effet, les composantes sont limitées à un cylindre de 48 mm de diamètre et 125 mm de longueur. Quant à elle, l'insertion possède un diamètre de 50 mm mais une longueur d'environ 1100 mm, ce qui est beaucoup plus long. Alors, des discussions ont débuté sur l'utilisation potentielle de tout l'espace disponible dans l'insertion. Cela dit, cette option requiert le développement d'une nouvelle interface pour l'insertion à température variable. Ainsi, une nouvelle interface pour l'insertion a été conçue, machinée et assemblée afin d'augmenter les capacités expérimentales du montage. La base de l'interface est un couvercle hermétique de type KF50 avec des trous conçus sur mesure pour des connecteurs spécifiques. Ce couvercle a été modélisé en 3D avec les parfaites dimensions et ensuite machiné en acier inoxydable. Ce couvercle a été conçu pour accueillir 5 connecteurs au total, soit deux connecteurs coaxiaux de type BNC, deux connecteurs coaxiaux de type V et un connecteur spécialisé à 12 broches de la marque *Fischer*. Cet arrangement de connecteurs est le même que sur l'autre interface afin de

réutiliser les connections. C'est-à-dire, les connecteurs BNC sont utilisés pour alimenter une bobine de modulation, les connecteurs type V sont utilisés pour acheminer les micro-ondes et le connecteur *Fischer* est utilisé pour raccorder le capteur de température *Cernox*. Ce nouvel interface permet donc d'utiliser directement l'intérieur de l'insertion à température variable pour effectuer des mesures de résonance ferromagnétique en fonction de la température. Malheureusement, avant que cet interface soit utilisable, il faut concevoir une nouvelle bobine de modulation et une nouvelle configuration d'excitation d'échantillon. Le nouvel interface pour l'insertion est présenté à la figure 3.15.



(a) (b)

FIGURE 3.15 (a) Le côté extérieur de l'interface pour l'insertion avec les 5 connecteurs. (b) Le côté intérieur de l'interface pour l'insertion.

Ces trois autres éléments du développement du montage ont permis de grandement améliorer l'ergonomie, la sécurité et la permanence du montage ainsi que d'augmenter ses capacités expérimentales.

3.5 Caractéristiques des échantillons de CoFeCrB

Les échantillons utilisés dans ce projet sont les mêmes que ceux présentés et utilisés dans l'article de C. Lacroix [5]. La caractérisation de ces échantillons est bien présentée dans cet article, mais les éléments importants sont rapportés dans cette section.

Le matériau à l'étude est une couche mince de CoFeCrB amorphe, c'est-à-dire une couche mince de CoFeB avec des substitutions de Fe par du Cr. Effectivement, des atomes de Fe sont substitués par des atomes de Cr lors de la fabrication. La formule chimique des couches minces de CoFeB pur est $Co_{40}Fe_{40}B_{20}$. Avec la substitution du Fe par le Cr, la formule chimique des couches minces de CoFeCrB est $Co_{40}Fe_{40-x}Cr_xB_{20}$. Ainsi, la variable x représente le pourcentage de Cr présent dans les couches minces. Dans le cadre de ce projet, trois échantillons ayant un pourcentage de Cr différent ont été utilisés, soit $x = 0\%$, $x = 4\%$ et $x = 8\%$. Un échantillon ayant un pourcentage de Cr de $x = 18\%$ est aussi utilisé dans l'article de C. Lacroix [5], mais celui-ci a été écarté de ce projet en raison de son signal trop faible. Les trois échantillons utilisés dans ce projet vont être dorénavant nommé CFB0, CFB4 et CFB8 respectivement.

Les couches minces de CoFeCrB sont déposées sur un substrat composé d'un empilement de silicium, d'oxyde de silicium et d'oxyde de magnésium et elles ont une épaisseur de 30 nm qui a été vérifiée par des mesures de diffraction aux rayons X. De plus, une couche mince de Ta de 5 nm d'épaisseur a été ajoutée sur le dessus. Ces mesures aux rayons X ont également permis de confirmer la structure cristalline des couches minces. Les échantillons CFB4 et CFB8 ont été conclu comme étant amorphe, mais l'échantillon CFB0 a démontré une légère cristallisation. Cette légère cristallisation entraîne l'apparition de mécanisme de relaxation dû aux variations locales du champ interne tel que mentionné dans la section 2.3.3. Les échantillons utilisés dans ce projet avaient tous une surface d'environ 1 mm x 1 mm.

Les propriétés magnétiques des trois échantillons ont aussi été mesurés. Premièrement, des mesures avec un magnétomètre à échantillon vibrant ont permis de déterminer l'aimantation à saturation à l'aide de courbes d'hystérésis. Ensuite, la mesure de la condition de résonance a permis de déterminer le champ d'anisotropie effectif interne ainsi que le facteur g. Finalement, la constante d'anisotropie de surface a été déterminée à l'aide de l'équation 2.23. Il est à noter que toutes ces mesures ont été effectuées à température ambiante, soit $T = 290$ K. Les propriétés magnétiques des trois échantillons originalement présentés dans l'article de C. Lacroix [5] sont rapportés dans le tableau 3.3.

Tableau 3.3 Propriétés magnétiques des échantillons à $T = 290$ K [5].

Échantillon	$\mu_0 M_s$ [T]	$\mu_0 H_{eff}$ [T]	g	K_s [kJ/m^3]
CFB0	1.77 ± 0.01	1.55 ± 0.02	2.10 ± 0.01	-152 ± 5
CFB4	1.09 ± 0.01	1.28 ± 0.01	2.09 ± 0.01	81 ± 2
CFB8	0.90 ± 0.01	1.06 ± 0.01	2.09 ± 0.01	58 ± 2

Il est important de noter la diminution de l'aimantation à saturation et du champ effectif en fonction de la concentration de Cr dans les échantillons. C'est en raison de cette diminution de l'aimantation à saturation que la substitution du Fe par du Cr a été initialement proposée pour les jonctions tunnels magnétiques par K. Oguz [6]. Aussi, le pourcentage de Cr ne semble avoir aucun impact significatif sur le facteur g. Finalement, la constante d'anisotropie de surface est fondamentalement différente pour la couche mince de CoFeB pur que pour les couches minces de CoFeCrB. Une constante K_s négative représente une tendance de l'aimantation à s'aligner dans la direction perpendiculaire à la couche mince tandis qu'une constante K_s positive représente plutôt une tendance de l'aimantation à s'aligner dans la direction parallèle à l'aimantation. Aussi, la norme de cette constante d'anisotropie de surface diminue en fonction de la concentration de Cr.

De plus, les mesures de la largeur de résonance en fonction de la fréquence d'excitation et de l'angle entre le champ externe et l'échantillon ont permis de déterminer les valeurs des paramètres clés pour chaque échantillon. En effet, des régressions non linéaires effectuées sur les mesures de largeur de résonance ont permis d'extraire les 4 paramètres clés à température ambiante, soit la constante de Gilbert α, la constante de D2M Γ_0, la constante de variation du champ interne $\Delta\theta$ et la constante ΔH_0. Les paramètres clés des trois échantillons originalement présentés dans l'article de C. Lacroix [5] sont rapportés dans le tableau 3.4.

Tableau 3.4 Paramètres clés pour la largeur de résonance des échantillons à $T = 290$ K [5].

Échantillon	α (10^{-3})	$\mu_0\Gamma_0$ [mT]	$\Delta\theta$ [deg]	$\mu_0\Delta H_0$ [mT]
CFB0	3.9 ± 0.4	13 ± 3	0.25 ± 0.05	1.8 ± 0.2
CFB4	5.0 ± 0.1	8.7 ± 0.5	0	1.5 ± 0.2
CFB8	6.0 ± 0.3	7.5 ± 0.8	0	0.4 ± 0.1

Pour le moment, il est seulement important de noter les tendances observées pour ces différents paramètres. La constante de Gilbert augmente en fonction de la concentration de Cr tandis que la constante de D2M et la constante ΔH_0 diminue. Il est aussi important de constater que la constante de variation du champ interne est seulement présente pour l'échantillon CFB0, car il est le seul échantillon à avoir démontré une cristallisation partielle, tel qu'expliqué dans la section 2.3.3.

Ces valeurs de propriétés magnétiques tirées de l'article de C. Lacroix [5] vont permettre de valider les performances du montage à température ambiante. En effet, cette comparaison est présentée dans la section 4.2.

3.6 Plan de mesure

Une fois le développement du montage complet terminé et le premier sous-objectif du projet complété, il était temps de passer à la réalisation concrète du deuxième sous-objectif, soit l'étude de la résonance ferromagnétique en fonction de la température dans des couches minces de CoFeCrB. Afin de réaliser ce sous-objectif, un plan de mesure simple et systématique a été élaboré permettant de maximiser le nombre de mesures effectuées dans le temps imparti. Le plan de mesure détaillé de l'étude des couches minces de CoFeCrB en fonction de la température utilisant le tout nouveau montage développé au laboratoire est présenté ci-dessous.

1. Installation de l'échantillon dans la bonne orientation par rapport au champ magnétique continu.
   (a) 3 échantillons à mesurer avec des pourcentages de Cr différents, soit 0%, 4% et 8%.
   (b) 2 orientations à mesurer, soit le champ magnétique continu parallèle et perpendiculaire à la couche mince.
2. Pompage, refroidissement et démarrage du système cryogénique.
   (a) 6 heures de pompage qui incluent le pompage de l'aimant et de l'insertion.
   (b) 18 heures de refroidissement du système complet pour atteindre 3 K.
   (c) 4 heures de démarrage du circuit d'hélium pour refroidir l'insertion jusqu'à 1.8 K.
3. Ajustement de la température cible de l'insertion à 10 K.
   (a) 10 températures cibles à mesurer, soit 10 K, 25 K, 50 K, 75 K, 100 K, 125 K, 150 K, 200 K, 250 K et 300 K.
4. Ajustement du champ magnétique continu au champ minimal de la rampe de champ.
   (a) Voir le tableau 3.1 pour les valeurs exactes de champ minimal.
5. Optimisation des fréquences micro-ondes à utiliser.
   (a) 4 fréquences micro-ondes à mesurer, soit environ 26.5 GHz, 32.5 GHz, 35.5 GHz et 39.5 GHz
6. Démarrage du programme *LabView*
7. Ajustement de la puissance micro-onde et de la fréquence micro-onde à la valeur minimale.
   (a) Voir le tableau 3.2 pour les valeurs exactes de fréquences optimisées.
8. Mesure de la température réelle de l'échantillon avec le capteur *Cernox*.

9. Ajustement du champ magnétique continu au champ maximal de la rampe de champ.
   (a) Voir le tableau 3.1 pour les valeurs exactes de champ maximal.
10. Début de la rampe de champ et de l'acquisition en continu avec la carte NI
   (a) Le programme *LabView* patiente jusqu'à la fin de l'acquisition avant de continuer.
11. Passage à la prochaine fréquence à mesurer et retour à l'étape 8.
   (a) Si le programme *LabView* est rendu à la dernière fréquence de la liste, passage à la prochaine étape.
12. Fin du programme *LabView*
13. Passage à la prochaine température à mesurer et retour à l'étape 6.
   (a) 1 à 3 heures de chauffage pour que l'insertion atteigne la nouvelle température cible.
   (b) Si la température cible de l'insertion est 300 K, passage à la prochaine étape.
14. Fermeture du système cryogénique
   (a) 3 jours de réchauffage du système cryogénique pour atteindre la température ambiante
   (b) Cette étape est due au problème de court-circuit de l'élément chauffant expliqué à la section 3.3.2.
15. Passage au prochain échantillon à mesurer et retour à l'étape 1.

Il y a quelques détails à préciser à propos du plan de mesure. Premièrement, il est à noter que les étapes 6 à 12 font parties du programme *LabView* décrit à la section 3.3.7 et que l'étape 5 est le processus d'optimisation des fréquences décrit à la section 3.3.3. Deuxièmement, il est important de mentionner que les étapes 2 et 14 sont nécessaires au plan de mesure en raison du problème de court-circuit de l'élément chauffant décrit à la section 3.3.2. En effet, ce problème oblige la fermeture complète du système cryogénique après l'ajustement de la température cible de l'insertion à 300 K, soit à la fin des mesures pour un échantillon donné. Ainsi, après chaque échantillon, la fermeture, le réchauffage, le pompage, le refroidissement et le redémarrage du système cryogénique était nécessaire. Cette procédure ajoute environ 4.5 jours à la mesure de chaque échantillon. Il est aussi à noter que le temps nécessaire pour effectuer les étapes 3 à 13 pour un seul échantillon est d'environ 2.5 jours. Ainsi, les mesures en fréquence et en température d'un seul échantillon prennent une semaine.

Finalement, l'exécution de l'ensemble des mesures nécessaires à la réalisation du deuxième sous-objectif du projet a durée un total de 7 semaines. Une première semaine de tests pour

apprivoiser le nouveau montage a été nécessaire. Ensuite, une semaine par échantillon et par orientation a été nécessaire. À la fin de cette campagne de mesures, un grand nombre de données ont été collectées. Un total de 240 mesures différentes ont été effectuées, soit une mesure pour 3 échantillons dans 2 orientations à 4 fréquences et à 10 températures. Ici, une seule mesure représente l'ensemble des données suivantes : une fréquence micro-onde, une température réelle de l'échantillon et un ensemble de points des mesures de champ magnétique, de signal de sortie en X du LIA et de signal de sortie en Y du LIA.

3.7 Méthode d'analyse des données

Avec le très grand nombre de données recueillies dans le cadre de ce projet, l'analyse des données est d'autant plus importante. En effet, l'objectif de l'analyse des données est d'extraire du très grand nombre de mesures les 4 paramètres importants présentés à la section 2.5 en fonction de la température. Les différentes équations présentées au chapitre 2 vont permettre d'extraire ces paramètres.

Premièrement, le plus important est l'analyse des données brutes recueillies lors des mesures. Tel que mentionné dans la section 3.3.6, trois signaux différents ont été mesurés lors de l'acquisition. Le premier signal mesuré est le voltage calibré proportionnel au courant dans l'aimant supraconducteur sortant de la source de courant. Comme le signal mesuré est un voltage, une conversion est nécessaire pour obtenir le champ magnétique produit par l'aimant. Le fabricant du système cryogénique a soigneusement calibré le voltage de sortie de la source de courant en fonction du champ produit par l'aimant. Tel que mentionné dans la section 3.3.1, la conversion entre le voltage mesuré et le champ produit par l'aimant est de 1.949 mT/mV. Cette conversion permet donc d'avoir le champ magnétique mesuré tout au long de la mesure.

Ensuite, les deux autres signaux mesurés lors de l'acquisition sont les deux sorties de l'amplificateur à détection synchrone, soit le signal en X et en Y. Ces deux signaux représentent le signal de sortie du LIA avec un déphasage de $\pi/2$ entre eux et leur addition en quadrature donne le signal total. Ainsi, la première étape est de trouver et d'ajouter une phase commune aux deux signaux qui permet de ramener la majorité du signal seulement en X. De cette manière, la totalité du signal de sortie du LIA est combiné, ce qui permet de garder toute l'information de la résonance ferromagnétique lors de l'analyse du signal. Une fois le signal ramené en X, deux listes de points sont obtenues, soit le champ magnétique et le signal de sortie du LIA. Comme ces deux signaux ont été acquis simultanément, il est possible de faire une association temporelle entre chaque point des deux listes. Finalement, l'ensemble des

données obtenues lors d'une mesure d'un échantillon est une liste de points de la sortie du LIA en fonction du champ magnétique continu appliqué pour une fréquence donnée et une température donnée.

Cela dit, le signal de sortie du LIA en fonction du champ magnétique appliqué est directement proportionnel au signal de la diode qui lui est proportionnel à l'impédance de l'adaptateur coax-guide d'onde. Lors de la résonance ferromagnétique, l'impédance change drastiquement en raison du changement important dans la susceptibilité magnétique imaginaire de l'échantillon. La partie imaginaire de la susceptibilité magnétique représente les pertes magnétiques dans le matériau et ce sont ces pertes magnétiques qui modifie l'impédance de l'adaptateur et le signal de la diode en conséquence. La partie imaginaire de la susceptibilité magnétique se comporte comme une distribution de Lorentz en fonction du champ magnétique appliqué lors de la résonance [8]. La distribution de Lorentz est un pic centré au champ magnétique de résonance et ayant une largeur caractéristique. Ainsi, le signal de la diode en fonction du champ magnétique se comporte de la même manière. L'intensité à la sortie de la diode peut donc être représentée par l'équation

$$\begin{aligned} \text{Intensité} &= A_1 \left(\frac{1}{x^2+1} \cos\phi_{mix} - \frac{x}{x^2+1} \sin\phi_{mix} \right) + A_2 \\ x &= 2\frac{(H_0 - H_{res})}{\Delta H} \end{aligned} \tag{3.1}$$

où A_1 est l'amplitude du pic au champ de résonance, H_0 est le champ continu externe, H_{res} est le champ de résonance, ΔH est la largeur complète à mi-hauteur du pic, ϕ_{mix} est l'angle de mixage et A_2 est le niveau de l'intensité très loin de la résonance. Il est à noter que l'angle de mixage est un paramètre qui permet de prendre en compte la contribution de la partie dispersive de la susceptibilité au signal, qui peut être due à la permittivité imaginaire de l'échantillon. Cela dit, comme l'amplificateur à détection synchrone fonctionne selon une méthode de détection basée sur la modulation, le signal de sortie du LIA représente la dérivée du signal d'intérêt par rapport au paramètre modulé. Dans le montage développé, le paramètre modulé est le champ magnétique externe, donc le signal de sortie du LIA correspond à la dérivée d'une distribution de Lorentz selon le champ magnétique externe. La dérivée de l'équation 3.1 selon H_0 est donnée par l'équation

$$\frac{\partial}{\partial H_0}\text{Intensité} = \frac{2A_1}{\Delta H} \left(\frac{(x^2-1)}{(x^2+1)^2} \sin\phi_{mix} - \frac{2x}{(x^2+1)^2} \cos\phi_{mix} \right). \tag{3.2}$$

La liste de points recueillies de la sortie du LIA en fonction du champ externe devrait donc

se comporter selon l'équation 3.2. Alors, une régression non-linéaire est effectuée sur les données brutes afin d'extraire le champ de résonance H_{res} et la largeur de résonance ΔH du pic de résonance. La régression non linéaire est effectuée à l'aide de la fonction *fitnlm* dans *Matlab*. Cette fonction utilise l'algorithme de Levenberg-Marquardt pour trouver les paramètres qui permettent de minimiser l'erreur quadratique moyenne. En effet, la majorité de l'analyse de données effectuée lors de cette étude est sous la forme de régressions non linéaires. Plusieurs autres régressions non linéaires ont été effectuées avec les équations du chapitre 2 afin d'extraire les autres paramètres importants. Plus de détails sur l'analyse des données subséquente seront présentés au cours du chapitre 4.

3.8 Analyse d'incertitude

Lors de l'analyse des données, il est important de tenir compte de l'incertitude sur les résultats obtenus afin de quantifier leur exactitude. Il est aussi important de bien identifier les différentes sources d'incertitude pour bien représenter l'incertitude totale sur les résultats finaux. L'incertitude totale sur les résultats finaux permet aussi de confirmer ou d'infirmer des hypothèses ou des dépendances.

3.8.1 Sources d'incertitude

Premièrement, une source d'incertitude provient directement de la méthode d'acquisition des mesures. En effet, une source d'incertitude provient de la discrétisation digitale des circuits électroniques de mesure, soit la carte d'acquisition et l'amplificateur à détection synchrone. La discrétisation digitale des voltages de ces appareils limite l'exactitude des mesures de voltage en raison des pas discrets d'un circuit digital. Cela dit, cette source d'incertitude est négligeable par rapport aux autres sources d'incertitude présentes dans le montage. Ainsi, cette source d'incertitude a été négligée.

Deuxièmement, une source d'incertitude importante dans le montage provient des multiples sources de bruit. En effet, comme le système de détection implémenté dans le montage est extrêmement sensible, il est aussi sensible aux différentes sources de bruit. Les principales sources de bruit sont la mise à la terre des instruments, les variations de la température ambiante dans le laboratoire et la diode de détection. Cela dit, plusieurs décisions lors de la conception du montage ont été prises pour réduire ces sources de bruit. Ces éléments de la conception ont été présentés tout au long de la section 3.3. Ainsi, ces différentes sources ajoutent du bruit dans les mesures.

Finalement, l'utilisation de régressions non linéaires pour trouver des paramètres importants est accompagnée d'une incertitude sur ces paramètres. En effet, les sources d'incertitude mentionnées plus haut engendrent des fluctuations aléatoires dans les données recueillies qui se reflètent sur les paramètres de régression. Tel que mentionné dans la section 3.7, la majorité de l'analyse de données effectuée dans le cadre de cette étude est une chaîne de régressions non linéaires. Cette méthode d'analyse doit donc prendre en compte la propagation d'incertitude à travers cette chaîne. Ces méthodes de propagation d'incertitude sont présentées dans les deux sections suivantes.

3.8.2 Incertitude sur les paramètres provenant de régressions non-linéaires

L'algorithme de régression non linéaire débute toujours avec un ensemble de points (x_i, y_i). Ces points sont acquis expérimentalement et contiennent généralement du bruit. Ensuite, il faut trouver une fonction spécifique qui représente bien le comportement de l'ensemble de point. Dans le cadre de cette étude, la majorité des fonctions ont été identifiées et présentées dans le chapitre 2 et la section 3.7. Ce sont ces fonctions qui contiennent les paramètres clés. L'objectif du processus de régression non linéaire est de trouver les valeurs de ces paramètres clés qui permettent de minimiser l'erreur quadratique moyenne avec les points. Ainsi, la fonction représentant le comportement de l'ensemble de points peut être exprimée comme

$$y(x) = f(x, b_1, b_2, ..., b_n) \tag{3.3}$$

où les b_i sont les paramètres à trouver. Ensuite, l'hypersurface de l'erreur quadratique χ^2 est calculée [13]. Cette hypersurface est donnée par l'équation

$$\chi^2 = \sum_i \left(\frac{y_i - y(x_i)}{\alpha_i} \right)^2 \tag{3.4}$$

où les α_i sont les incertitudes associées aux points y_i. Il est à noter que cette méthode assume une incertitude seulement sur les points y_i et non sur les points x_i. Ensuite, l'algorithme de minimisation au choix minimise la fonction χ^2 par rapport aux paramètres b_i. Finalement, le résultat de la régression non linéaire est l'ensemble des paramètres b_i permettant de minimiser la fonction χ^2.

Afin d'analyser la qualité de la régression non linéaire, il est nécessaire de calculer la matrice de covariance. Premièrement, il faut calculer la matrice de courbure A de la fonction χ^2 [13]. Les éléments de la matrice de courbure sont donnés par l'équation

$$A_{ij} = \frac{1}{2}\frac{\partial \chi^2}{\partial b_i \partial b_j} \qquad \text{avec} \quad i,j = \{1,2,...,n\}. \tag{3.5}$$

Ensuite, la matrice de covariance C est calculée à partir de l'inverse de la matrice de courbure tel que $C = A^{-1}$ [13]. Finalement, l'incertitude des paramètres b_i suite à la régression non linéaire est donnée par la racine carrée des termes diagonaux de la matrice de covariance tel que $\alpha_{b_i} = \sqrt{C_{ii}}$ [13]. Cette manière de calculer l'incertitude sur les paramètres de régression est seulement valable si les paramètres n'ont pas de corrélation entre eux, ce qui apparaîtrait sous la forme de termes hors diagonaux non nuls. Ainsi, la racine carrée de la diagonale de la matrice de covariance permet de quantifier l'incertitude des paramètres trouvés à partir de la régression non linéaire. La fonction *fitnlm* dans *Matlab* calcule automatiquement ces valeurs.

Il est important de souligner que la méthode utilisant la matrice de covariance pour quantifier l'incertitude des paramètres suppose que l'incertitude sur les points y_i suit une distribution normale. Ainsi, pour que cette méthode donne des résultats significatifs, il est préférable que l'ensemble de points (x_i, y_i) soit assez grand pour satisfaire le théorème central limite et pour pouvoir assumer une distribution normale de l'erreur. Aussi, il faut que l'incertitude sur les points x_i soit inexistante, négligée ou propagée sur les points y_i. Cette méthode de calcul de l'incertitude des paramètres de régression reflète l'effet de l'écart aléatoire des points expérimentaux par rapport à la courbe de régression résultante.

3.8.3 Propagation de l'incertitude à l'aide de la méthode Monte Carlo

Dans les situations où le nombre de points n'est pas assez grand pour satisfaire le théorème central limite ou que les points x_i possèdent une incertitude, il faut utiliser une méthode alternative pour quantifier l'incertitude des paramètres. La méthode la plus adaptée aux régressions non linéaires quelconques est la méthode d'analyse Monte Carlo. Elle consiste à faire une grand nombre de régressions non linéaires sur des ensembles de points générés à l'aide d'une distribution statistique de l'incertitude et d'ensuite observer les variations statistiques des paramètres.

Pour commencer l'analyse Monte Carlo, il faut tout d'abord choisir un nombre d'itérations M assez grand pour assurer la qualité des résultats. Dans le cadre de cette étude, un nombre d'itérations Monte Carlo de $M = 1000$ a été choisi. Une justification de ce choix est présentée dans l'annexe B. Ensuite, pour chaque itération k, il faut générer aléatoirement un ensemble de point (x_i^k, y_i^k) à partir d'une distribution statistique 2D définie par les points (x_i, y_i) et leur incertitude respective α_{x_i} et α_{y_i}. Cette distribution statistique est une fonction de densité

normale 2D avec des moyennes de $\{x_i, y_i\}$ et des variances de $\{\alpha^2_{x_i}, \alpha^2_{y_i}\}$. À chaque itération k, les points générés aléatoirement sont donc donné par l'équation

$$\begin{aligned} x_i^k &= x_i + \xi_{x_i}^k \qquad \text{avec} \quad \xi_{x_i}^k \sim N(0, \alpha^2_{x_i}) \\ y_i^k &= y_i + \xi_{y_i}^k \qquad \text{avec} \quad \xi_{y_i}^k \sim N(0, \alpha^2_{y_i}). \end{aligned} \tag{3.6}$$

Ensuite, pour chaque itération k, une régression non linéaire est effectuée sur ce nouvel ensemble de points (x_i^k, y_i^k) pour trouver les paramètres b_i^k permettant de minimiser l'erreur quadratique moyenne. Au final, un ensemble de M valeurs de paramètres b_i est obtenu. Une moyenne et un écart-type sont ensuite calculés pour chaque paramètre afin de trouver la valeur et l'incertitude du paramètre. Les paramètres b_i et leur incertitude sont donc donnés par l'équation

$$\begin{aligned} b_i &= \frac{1}{M} \sum_{k=1}^{M} b_i^k \\ \alpha^2_{b_i} &= \frac{1}{M-1} \sum_{k=1}^{M} \left(b_i^k - b_i \right)^2 . \end{aligned} \tag{3.7}$$

Cette méthode est extrêmement générale et fonctionne très bien pour des cas où il y a peu de points ou il y a de l'incertitude sur les points x_i. Par contre, cette méthode est beaucoup plus longue que la méthode utilisant la matrice de covariance en raison de la nécessité de faire un grand nombre d'itérations pour que les résultats soient significatifs. Aussi, sous la forme présentée dans cette section, la méthode Monte Carlo ne permet pas de prendre en compte les corrélations entre les paramètres. Pour cela, il faudrait modifier l'équation 3.6 pour que l'erreur suive une distribution normale 2D par exemple. Il est aussi à noter que pour un ensemble de points très grand ayant seulement une incertitude sur les points y_i et dont l'incertitude suit une distribution normale, les deux méthodes donnent les même résultats.

CHAPITRE 4 PRÉSENTATION ET DISCUSSION DES RÉSULTATS

À la suite de la prise de mesure, l'étude de la résonance ferromagnétique dans les couches minces de CoFeCrB en fonction de la température nécessite une analyse des données spécifiques pour faire ressortir des informations clés sur les mécanismes présents. Tel que mentionné dans la section 3.6, un total de 240 mesures ont été effectuées en faisant varier 3 paramètres pour les 3 différents échantillons. Ainsi, afin de réaliser complètement le deuxième sous-objectif présenté dans la section 1.3, il faut parcourir plusieurs étapes d'analyse de données dans le but d'extraire les paramètres clés présentés dans la section 2.5 en fonction de la température, soit H_{eff}, α, Γ_0 et $\Delta\theta$. En examinant le comportement de ces paramètres en fonction de la température, il sera donc possible de discuter des comportements de l'anisotropie et des différents mécanismes de relaxation en fonction de la température. Ainsi, le cheminement complet de l'analyse de données incluant l'analyse d'incertitude est présenté dans ce chapitre. Les méthodes d'analyse utilisées ainsi que les hypothèses émises sont aussi détaillées. Une comparaison des résultats à température ambiante avec ceux de l'article de C.Lacroix [5] est aussi présentée dans ce chapitre afin de valider les performances du nouveau montage.

4.1 Présentation et analyse des données brutes

Tout d'abord, il est pertinent de montrer quelques exemples de données brutes pour mieux comprendre le cheminement complet de l'analyse de données. Les données brutes recueillies pour une fréquence et une température comprennent un ensemble de points de champ magnétique, de sortie en X du LIA et de sortie en Y du LIA. Ces ensembles de points forment donc les pics de résonance pour chaque fréquence et chaque température. Tel que détaillé dans la section 3.6, le plan de mesure complet comporte 240 mesures différentes. Ainsi, l'étude des couches minces de CoFeCrB comporte 240 pics de résonance différents. Comme il est impossible de montrer tous ces pics de résonance dans ce mémoire, des exemples pertinents sont présentés dans la section suivante.

4.1.1 Pics de résonance en fonction de la température

La première étape du processus d'analyse d'un ensemble de données brutes est de convertir les mesures de champ magnétique d'unités de voltage à des unités de champ magnétique. Ainsi, les mesures de champ magnétique sont converties en tesla à l'aide de la calibration

de 1.949 mT/mV fournie par le fabricant de la source. Un exemple des pics de résonance obtenus à cette étape du processus est présenté dans la figure 4.1.

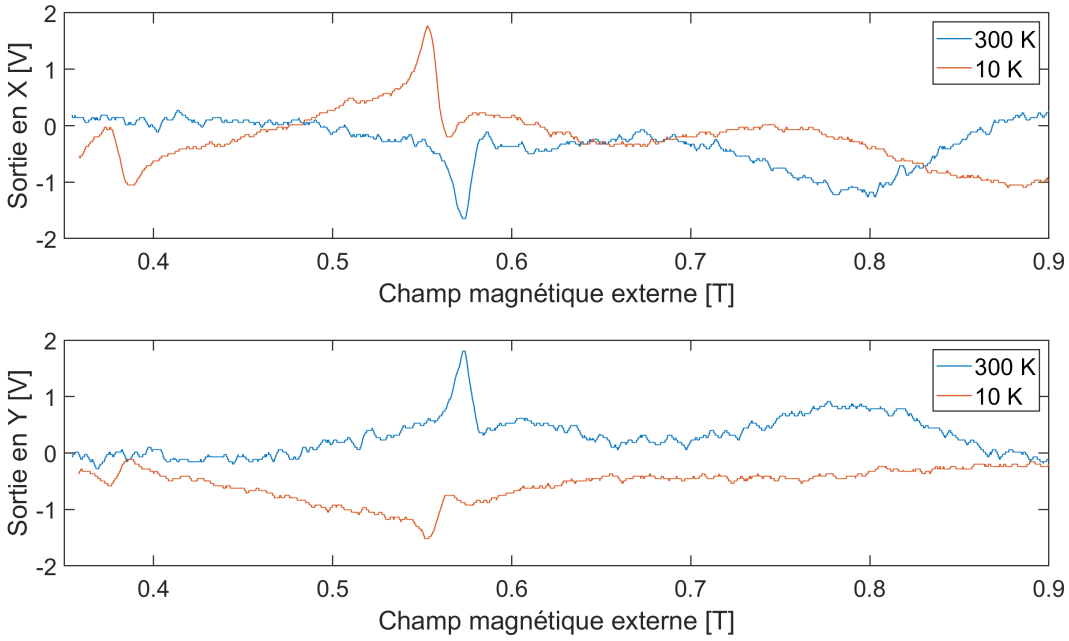


FIGURE 4.1 Exemple de signaux de sortie du LIA bruts en fonction du champ magnétique externe pour deux températures pour l'échantillon CFB0 à 32.5 GHz avec le champ magnétique parallèle à la couche mince.

Dans la figure 4.1, le pic de résonance est présent dans la sortie en X et dans la sortie en Y du LIA avec presque la même intensité. Ainsi, tel que mentionné dans la section 3.7, la prochaine étape de l'analyse des données brutes consiste à ramener la majorité des pics de résonances dans le signal en X. Ce processus comprend la recherche et l'ajout d'une phase commune aux deux signaux qui permet de minimiser l'intensité du pic dans le signal en Y. Cette étape de combinaison permet donc de simplifier le reste de l'analyse de données. La figure 4.2 présente donc le résultat de cette étape d'analyse pour le même exemple.

Il est immédiatement possible de constater que les pics de résonance sont maintenant seulement présents dans le signal en X et que le signal en Y ne comporte dorénavant que du bruit. Cette combinaison du signal est souhaitable pour les prochaines étapes d'analyse. Il est aussi pertinent de présenter des mesures du même échantillon mais lorsque le champ magnétique est perpendiculaire à la couche mince. Ainsi, la figure 4.3 présente un exemple de signaux en X et en Y à suite de l'étape d'ajustement de la phase.

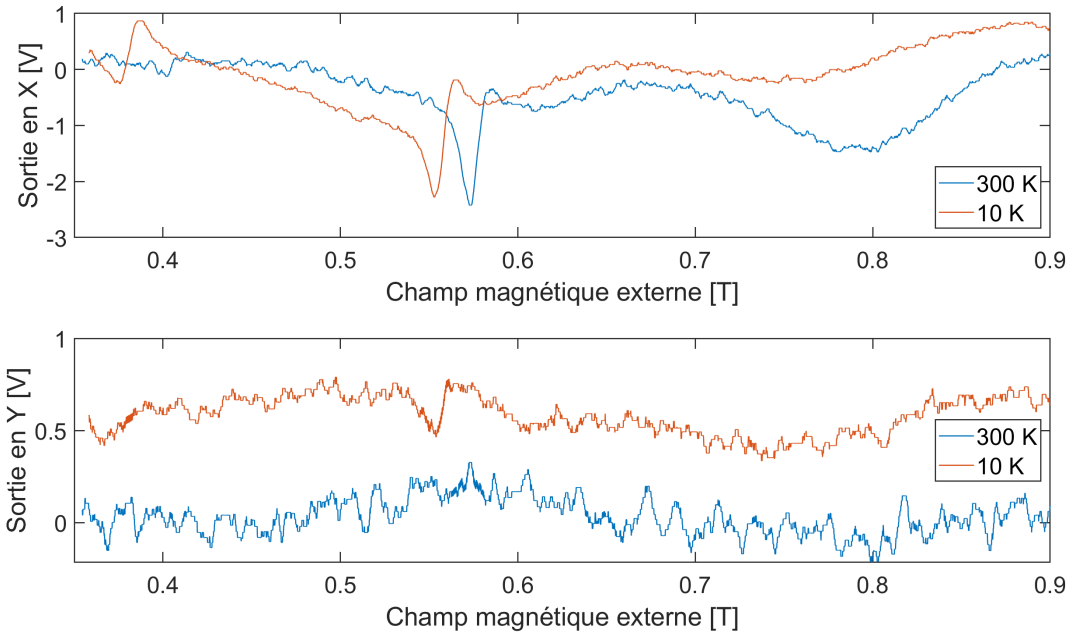


FIGURE 4.2 Exemple de signaux de sortie du LIA combinés en fonction du champ magnétique externe pour deux températures pour l'échantillon CFB0 à 32.5 GHz avec le champ magnétique parallèle à la couche mince.

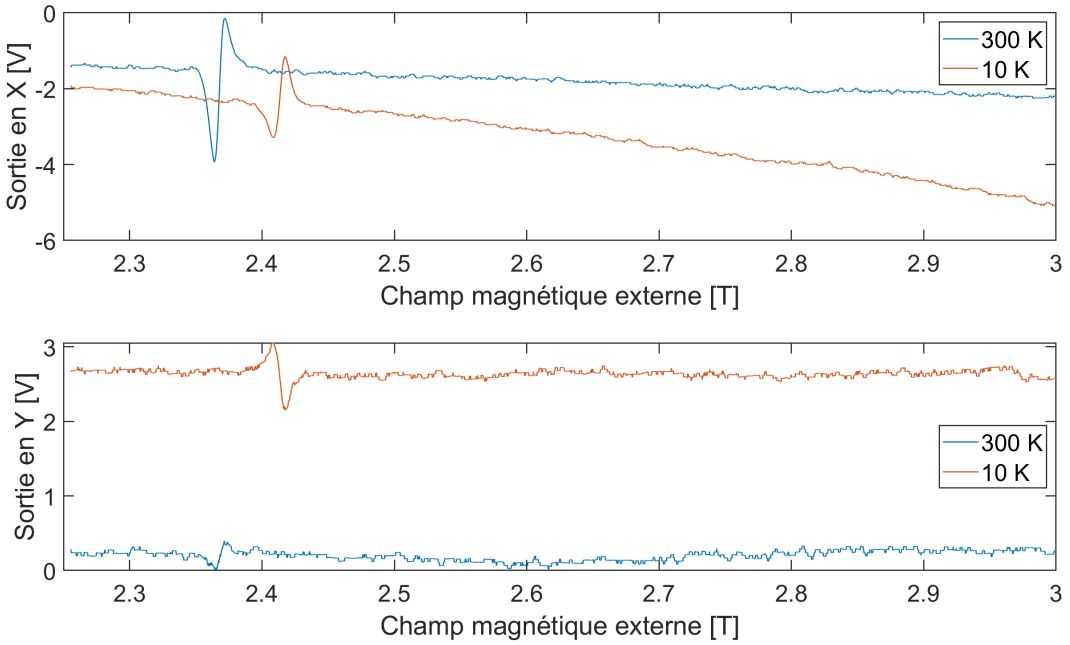


FIGURE 4.3 Exemple de signaux de sortie du LIA combinés en fonction du champ magnétique externe pour deux températures pour l'échantillon CFB0 à 26.5 GHz avec le champ magnétique perpendiculaire à la couche mince.

Il est alors possible de constater que le champ magnétique externe requis pour saturer l'échantillon est plus élevé dans l'orientation où celui-ci est perpendiculaire à la couche mince. La figure 4.3 montre très bien que ce processus de combinaison du signal n'est pas parfait, comme il reste un peu des pics de résonance dans le signal en Y. Cela dit, ce processus permet d'améliorer la fidélité des résultats ultérieurs en ayant la majorité de l'intensité des pics de résonance dans le même signal. Il est alors à noter que pour toutes les prochaines étapes de l'analyse seulement le signal en X du LIA est conservé et que le signal en Y est abandonné.

4.1.2 Retrait du signal d'arrière plan

Un comportement étrange est observable sur les figures 4.2 et 4.3. Un signal non nul est présent dans l'arrière plan des pics de résonance. Pour le signal des mesures perpendiculaires, ce signal semble plutôt linéaire tandis que pour les mesures parallèles, le signal d'arrière plan possède plus de variations. Des tests préliminaires ont montré que ce signal indésirable ne fait pas partie du signal de l'échantillon.

Lors des tests de performance initiaux du nouveau montage, des investigations ont été menées pour tenter d'expliquer la présence de ces signaux indésirables. Ces signaux ont tout d'abord été attribués à la présence d'autres matériaux magnétiques dans le circuit micro-onde au fonds de l'insertion. En effet, l'adaptateur utilisé dans le montage pour exciter l'échantillon comporte de toutes petites pièces magnétiques. Ces pièces magnétiques pourraient eux-mêmes entrer en résonance selon leur propre condition de résonance. Cette résonance engendrerait donc un signal parasite dans l'arrière plan de la mesure. Afin de confirmer que ce signal d'arrière plan ne provient pas de l'échantillon, deux mesures identiques ont été effectuées avec le montage, une avec l'échantillon à l'intérieur de l'adaptateur et l'autre sans l'échantillon. Ces deux mesures sont présentées dans la figure 4.4. Tel que supposé, les mesures sont identiques à l'exception de l'absence des deux pics de résonance de l'échantillon dans la deuxième mesure. Le plus grand pic est le mode de résonance principale qui est d'intérêt pour cette étude et le plus petit pic à plus faible champ correspond à un mode de résonance d'onde de spin. Ce test a donc permis de conclure que le signal d'arrière plan ne provient pas de l'échantillon.

Il faut donc retirer l'arrière plan avant de continuer, car il pourrait fausser les résultats ultérieurs tels que la position ou la largeur de la résonance. Ainsi, pour retirer ces signaux indésirables, des régressions non linéaires ont été effectuées sur les sous-ensembles de points où les pics de résonance ont été ignorés. Pour les mesures où le champ magnétique externe est parallèle à la couche mince, la fonction de régression est une addition de deux dérivées de

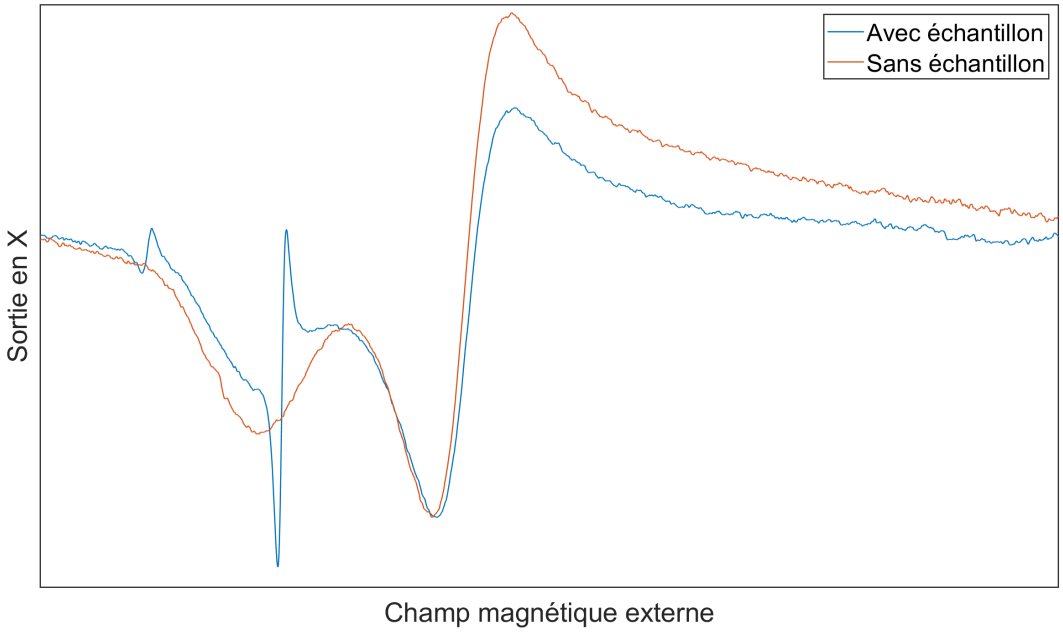


FIGURE 4.4 Comparaison entre une mesure avec et sans l'échantillon à l'intérieur de l'adaptateur.

pics de Lorentz tels que définis dans l'équation 3.2. Cette fonction a été choisie en examinant l'allure de la mesure effectuée sans l'échantillon à l'intérieur de l'adaptateur. Pour les mesures où le champ magnétique externe est perpendiculaire à la couche mince, la fonction de régression est un polynôme de degré 5 en raison de sa forme beaucoup plus simple. Finalement, il suffit de faire la différence entre le signal et le résultat prédit par la régression pour obtenir la signal sans l'arrière plan. Des exemples de résultats de régressions et de signaux résultants sont donc présentés dans la figure 4.5 dans laquelle il est possible de constater le succès de la procédure de retrait de l'arrière plan indésirable. En effet, les signaux résultants ont une valeur constante nulle loin du pic de résonance, soit exactement la forme attendue pour un pic de résonance ferromagnétique mesuré avec un amplificateur à détection synchrone. Ces signaux résultants sont maintenant prêts à passer à la prochaine étape de l'analyse de données.

4.1.3 Champ de résonance et largeur de résonance en fonction de la température

À partir des signaux corrigés, la dernière étape de l'analyse des données brutes est d'extraire les deux paramètres les plus importants de chaque pic de résonance, soit le champ de résonance $\mu_0 H_{res}$ et la largeur de résonance $\mu_0 \Delta H$. Afin d'extraire ces paramètres, des régressions non linéaires sont de nouveaux utilisées. Les régressions sont effectuées sur les signaux en X

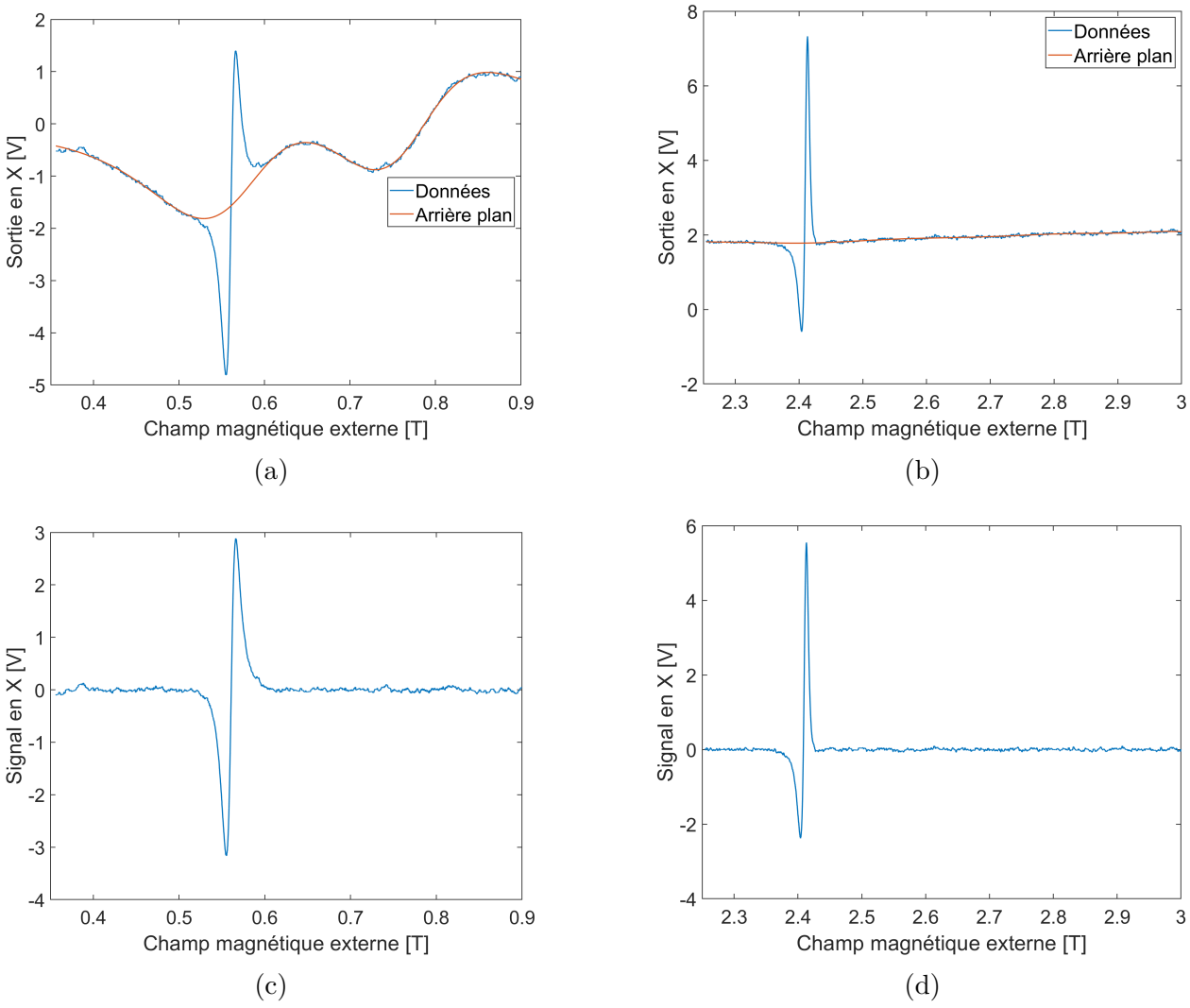


FIGURE 4.5 Régressions non linéaires pour retirer l'arrière plan indésirable pour (a) l'échantillon CFB0 à 32.5 GHz et à 125 K avec le champ magnétique parallèle à la couche mince et (b) l'échantillon CFB0 à 26.5 GHz et à 125 K avec le champ magnétique perpendiculaire à la couche mince. (c) et (d) Signaux en X résultants du retrait de l'arrière plan pour les exemples (a) et (b) respectivement.

après le retrait de l'arrière plan comme les exemples présentés dans les sous-figures (c) et (d) de la figure 4.5. La fonction de régression utilisée à cette étape est celle présentée dans l'équation 3.2, soit la dérivée d'une distribution de Lorentz selon le champ externe H_0. L'équation est rapportée ici pour plus de clarté.

$$\text{Sortie en X} = \frac{2A_1}{\Delta H}\left(\frac{(x^2-1)}{(x^2+1)^2}\sin\phi_{mix} - \frac{2x}{(x^2+1)^2}\cos\phi_{mix}\right)$$
$$x = 2\frac{(H_0 - H_{res})}{\Delta H}$$

Cette fonction de régression comprend 5 paramètres à trouver, soit le champ de résonance $\mu_0 H_{res}$, la largeur de résonance $\mu_0\Delta H$, l'amplitude du pic de résonance A_1, le niveau d'intensité loin de la résonance A_2 et l'angle de mixage ϕ_{mix}. Le paramètres A_2 devrait être quasiment nul en raison du retrait de l'arrière plan à l'étape précédente. Le paramètre ϕ_{mix} permet de prendre en compte l'asymétrie des pics de résonance tel qu'observé dans les exemples de la figure 4.5. Ainsi, tel que mentionné dans la section 3.7, la fonction *fitnlm* dans *Matlab* a été utilisée pour trouver les valeurs de ces 5 paramètres qui permettent de minimiser l'erreur quadratique moyenne. Il est à noter aussi qu'à cette étape l'incertitude sur ces paramètres est donnée par la méthode de la matrice de covariance. Le résultat de la régression pour l'exemple de la sous-figure (c) de la figure 4.5 est donc présenté dans la figure 4.6.

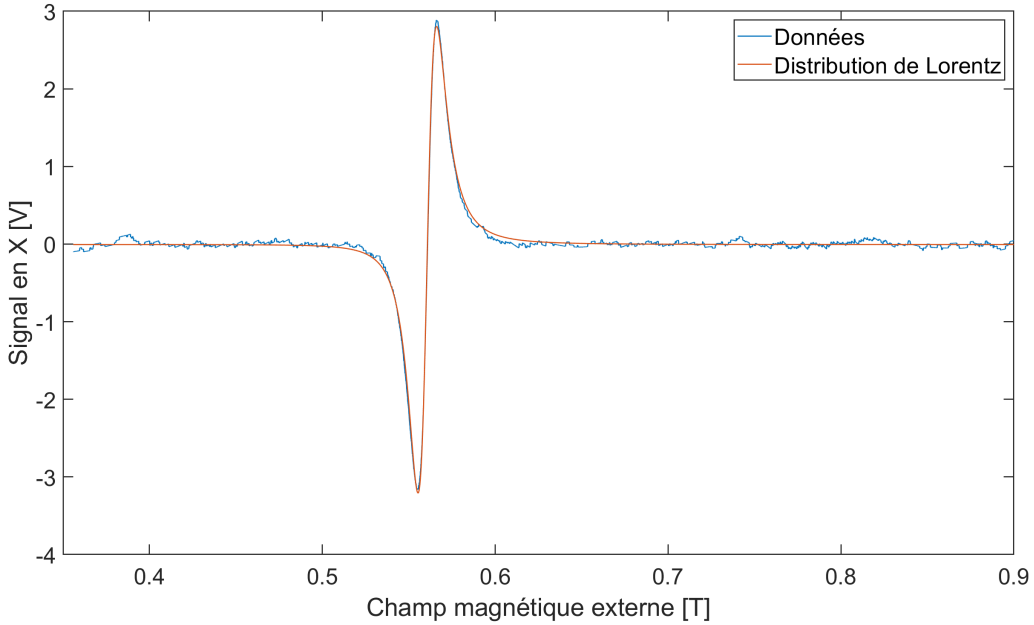


FIGURE 4.6 Résultat de la régression non linéaire sur le pic de résonance de l'échantillon CFB0 à 32.5 GHz et à 125 K avec le champ magnétique parallèle à la couche mince.

Les valeurs des paramètres trouvées par la régression pour cet exemple sont $\mu_0 H_{res} = 560.260 \pm 0.005$ mT, $\mu_0 \Delta H = 18.59 \pm 0.01$ mT, $A_1 = 430.7 \pm 0.3$ V, $A_2 = -0.0068 \pm 0.0003$ V et $\phi_{mix} = -0.112 \pm 0.001$ rad. Il est possible de constater que l'incertitude sur ces paramètres est très faible, soit une incertitude d'environ 0.0009% pour le champ de résonance et de 0.05% sur la largeur de résonance. Aussi, tel que prévu, le paramètre A_2 est presque nul. Finalement, le paramètre ϕ_{mix} est faible comme le pic de résonance de cet exemple est plutôt symétrique. Le bon ajustement montré dans la figure 4.6 est aussi valable pour la majorité des autres mesures. Les seules mesures problématiques sont celles où l'amplitude du pic de résonance est comparable au bruit. L'incertitude sur les paramètres est alors beaucoup plus grande. Cette faible amplitude est souvent due au choix moins optimal de la fréquence d'excitation en fonction de la température. En effet, les pertes en fonction de la fréquence dans le circuit micro-onde peuvent changer selon la température.

Ainsi, ce processus est effectué sur toutes les mesures afin d'extraire le champ de résonance et la largeur de résonance à chaque fréquence et à chaque température, et cela pour chaque échantillon et chaque orientation. Cette étape englobe donc un total de 240 régressions non linéaires différentes. Comme il y a encore un grand nombre de données totales, seuls les résultats pour la fréquence d'excitation autour de 26,5 GHz sont présentés dans cette section. Ainsi, le champ de résonance en fonction de la température est présenté dans la figure 4.7 pour les 3 échantillons et les deux orientations.

Il est possible de constater deux tendances claires du champ de résonance en fonction de la température pour chaque orientation. Pour les mesures parallèles, le champ de résonance augmente en fonction de la température et l'échantillon CFB0 possède le plus faible champ de résonance. Pour les mesures perpendiculaires, la tendance inverse est observée, soit que le champ de résonance diminue en fonction de la température et que l'échantillon CFB0 possède le plus fort champ de résonance. À première vue, ces tendances semblent cohérentes avec le comportement de l'aimantation à saturation en fonction de la température détaillé dans la section 2.4. En effet, le champ de résonance est relié à la valeur de l'aimantation à saturation M_s par l'entremise du champ effectif interne et M_s diminue en fonction de la température. Aussi, il est essentiel de rappeler que l'aimantation à saturation diminue en fonction de la concentration de Cr dans les couches minces. Ainsi, lorsque le champ externe est parallèle à la couche mince, il faut un plus fort champ externe pour atteindre la résonance, plus M_s est faible tandis que lorsque le champ externe est perpendiculaire, il faut un plus fort champ externe, plus M_s est élevé. De plus, le champ de résonance est beaucoup plus élevé pour les mesures perpendiculaires tel que prévu par la forme des échantillons et la nature de leur

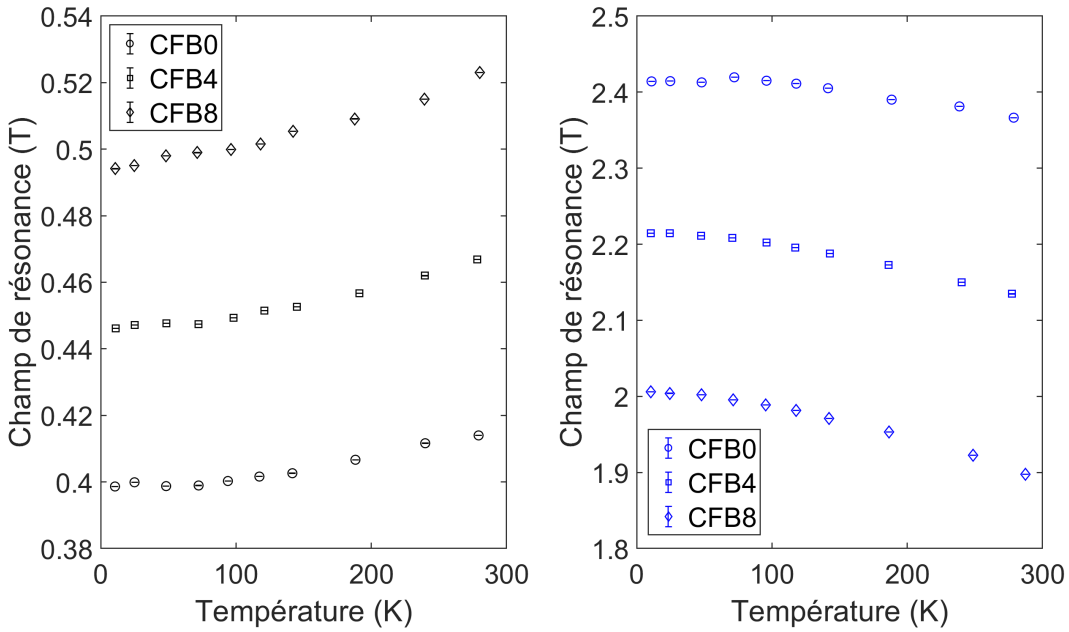


FIGURE 4.7 Le champ de résonance en fonction de la température pour les 3 échantillons et les deux orientations, soit lorsque le champ externe est parallèle (noir) et perpendiculaire (bleu) à la couche mince.

anisotropie. Il est aussi possible de constater que l'incertitude est extrêmement faible pour tous les points de champ de résonance.

Ensuite, la largeur de résonance en fonction de la température est présentée dans la figure 4.8 pour les 3 échantillons et les deux orientations. Il est plus difficile d'établir des tendances claires de la largeur de résonance en fonction de la température. Cela dit, pour les mesures parallèles, les 3 échantillons semblent démontrer des comportements assez similaires. Pour les mesures perpendiculaires, il est possible de constater que les échantillons CFB0 et CFB4 sont presque superposés, ce qui n'est pas attendu. De plus, les valeurs des largeurs de résonance sont très similaires pour les deux orientations, ce qui n'est pas attendu par les équations détaillées à la section 2.3. Il est aussi possible de constater que l'incertitude sur les largeurs de résonance est plus élevée que celle sur les champs de résonance.

Finalement, à cette étape de l'analyse de données, l'ensemble de données utiles pour la suite comprend des valeurs de champ de résonance et de largeur de résonance pour chaque fréquence, chaque température, chaque échantillon et chaque orientation, soit 240 valeurs de champ de résonance et 240 valeurs de largeur de résonance. L'analyse de données nécessaire à l'étude des couches minces de CoFeCrB peut donc passer à la prochaine étape.

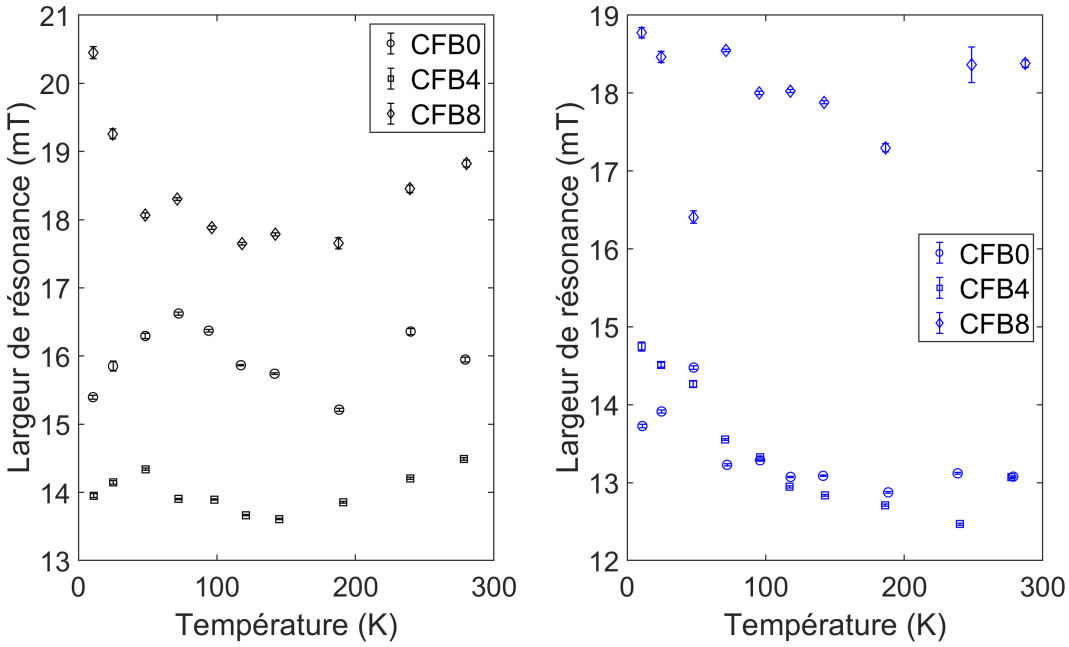


FIGURE 4.8 La largeur de résonance en fonction de la température pour les 3 échantillons et les deux orientations, soit lorsque le champ externe est parallèle (noir) et perpendiculaire (bleu) à la couche mince.

4.2 Comparaison des résultats à température ambiante

Une autre manière de visualiser l'ensemble de données rassemblées à cette étape est de fixer la température et d'observer les comportements du champ de résonance et de la largeur de résonance en fonction de la fréquence. Cette méthode permet de s'intéresser plus particulièrement aux mesures effectuées à température ambiante et de les comparer avec l'article de C. Lacroix [5] qui présente des résultats complets en fonction de la fréquence à température ambiante pour les mêmes échantillons. Ainsi, cette comparaison permet de valider les performances du nouveau montage et de vérifier la reproductibilité des mesures.

4.2.1 Condition de résonance

Pour commencer, il est possible de faire ressortir la relation entre le champ de résonance et la fréquence d'excitation micro-onde à température ambiante. Cette relation est précisément la condition de résonance décrite dans la section 2.2. Les deux orientations utilisées lors des mesures correspondent aux deux cas limites présentés dans l'équation 2.11. Ces équations dépendent de deux paramètres importants, soit le champ effectif interne et le facteur g magnétique. Afin de valider les performances du nouveau montage, il est possible de comparer ces points aux conditions de résonance prédites par les valeurs de champ effectif interne et de

facteur g provenant de l'article de C. Lacroix [5]. Ces valeurs sont rapportées dans le tableau 3.3. Ainsi, cette comparaison est présentée dans la figure 4.9 pour les 3 échantillons et les 2 orientations. Cette figure comprend les ensembles de points provenant des mesures de cette étude et les conditions de résonance définies par les équations 2.11 utilisant les paramètres de C. Lacroix. L'incertitude sur les conditions de résonance provenant de l'incertitude sur les paramètres H_{eff} et g est aussi représentée.

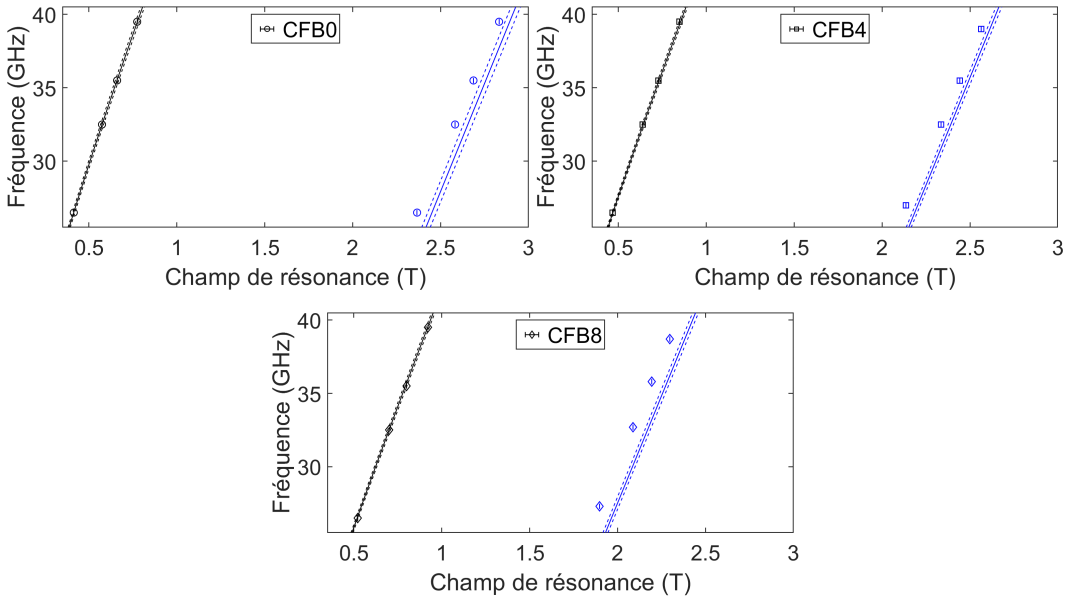


FIGURE 4.9 Comparaison entre les fréquences en fonction des champs de résonance (points) et les conditions de résonance prédites par les paramètres de l'article de C. Lacroix (courbes) à température ambiante pour l'orientation parallèle (noir) et perpendiculaire (bleu) [5].

Tout d'abord, pour les 3 échantillons, les points expérimentaux correspondant à l'orientation parallèle concordent exactement avec la condition de résonance prédite par les paramètres de l'article de C. Lacroix. Cette concordance parfaite à température ambiante pour tous les échantillons permet de valider la qualité des mesures dans l'orientation parallèle. Cependant, pour les mesures dans l'orientation perpendiculaire, il semble y avoir un écart systématique entre les points et la condition de résonance pour les 3 échantillons. Comme les points expérimentaux ont tous un champ de résonance plus faible que celui prédit par la condition de résonance, l'hypothèse la plus probable pour expliquer cet écart systématique est la présence d'un angle non nul entre le champ externe et la normale de la couche mince. Cette hypothèse correspond alors au cas où l'angle du champ magnétique externe θ_H n'est pas égal à 0. En effet, si le champ externe n'est pas tout à fait perpendiculaire à la couche mince, la condition de résonance est décalée vers des champs de résonance plus faible, soit exactement le

comportement observé dans le figure 4.9. Ainsi, un petit angle θ_H présent dans les mesures de l'orientation perpendiculaire pourrait expliquer l'écart systématique observé.

La présence de cet angle non nul dans les mesures de l'orientation perpendiculaire met en lumière qu'il est difficile de garantir avec certitude l'angle entre le champ externe et l'échantillon. Cette limitation provient probablement de la nature semi-flexible du câble coaxial transportant les micro-ondes dans l'insertion. Tel que mentionné dans la section 4.1.2, l'adaptateur contient quelques petites pièces magnétiques, donc lors de l'application du champ magnétique externe, une force est crée sur celui-ci, ce qui cause une déformation du câble coaxial. Cette déformation engendre finalement un léger angle indésirable de l'adaptateur au bout du câble coaxial. Finalement, cet angle est sûrement présent dans les deux orientations, comme la disposition des composantes au fonds de l'insertion est pratiquement identique pour les deux orientations. Cela dit, l'impact d'un petit angle θ_H sur les mesures de résonance ferromagnétique est négligeable dans l'orientation parallèle [5]. Par contre, l'impact sur les mesures perpendiculaires est plus marqué. C'est pour cette raison que l'écart systématique est seulement observée pour les mesures perpendiculaires dans le présente étude. Cette limite du nouveau montage impose donc une étape supplémentaire, soit de trouver la valeur de cet angle afin de le prendre en compte dans les différentes équations du chapitre 2.

Ainsi, la prochaine étape de l'analyse de données consiste à extraire les deux paramètres importants de la condition de résonance des 3 échantillons, soit le champ effectif interne H_{eff} et l'angle du champ externe θ_H présent dans les mesures perpendiculaires. Il est à noter que la facteur g magnétique est considéré comme constant en fonction de la température pour simplifier l'analyse. En effet, les variations du facteur g magnétique en fonction de la température sont considérées comme négligeables. Ainsi, les valeurs à température ambiante rapportées dans le tableau 3.3 sont utilisées comme valeurs de référence. La première étape est de trouver la valeur du champ effectif interne. Pour ce faire, une régression non linéaire est effectuée sur les points expérimentaux de l'orientation parallèle. La fonction utilisée pour cette régression est la première équation de 2.11. Ensuite, pour trouver la valeur de l'angle θ_H, une autre régression non linéaire est effectuée sur les points de l'orientation perpendiculaire avec la valeur de H_{eff} trouvée à l'étape précédente. La fonction utilisée pour cette régression est l'équation 2.10. Les résultats de ces régressions sont présentés dans le figure 4.10 pour les 3 échantillons. L'incertitude sur ces régressions provenant de l'incertitude sur les paramètres trouvés est aussi représentée. Il est à noter que l'incertitude sur les paramètres trouvés est obtenue par une addition en quadrature des résultats de la méthode de la matrice de covariance et de la méthode Monte Carlo détaillée dans la section 3.8.3.

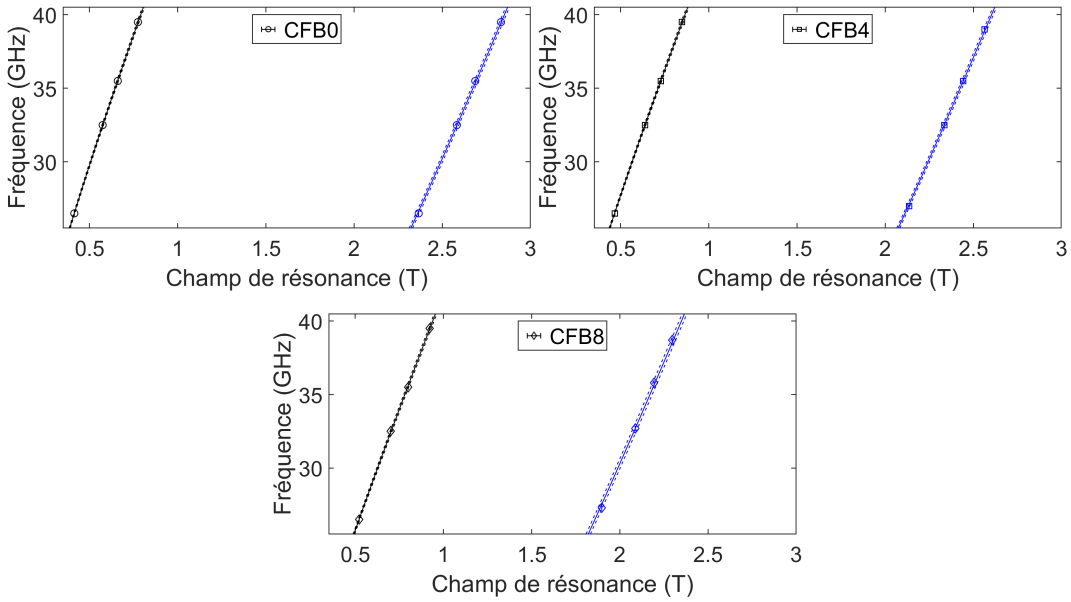


FIGURE 4.10 Résultats des régressions sur la condition de résonance à température ambiante pour l'orientation parallèle (noir) et perpendiculaire (bleu) qui prend en compte l'angle du champ externe.

Tout d'abord, les deux régressions non linéaires permettent de très bien représenter le comportement des points expérimentaux. Les valeurs des paramètres H_{eff} et θ_H trouvés sont présentés dans le tableau 4.1. Ce tableau rapporte aussi les valeurs des paramètres de l'article de C. Lacroix [5] à titre de comparaison. Les valeurs trouvées du champ effectif interne sont très similaires à ceux de C. Lacroix, ce qui est attendu, comme la condition de résonance correspondait déjà aux points expérimentaux dans la figure 4.9. Par contre, l'ajout d'un petit angle du champ externe par rapport à la couche mince a permis de beaucoup mieux représenter le comportement de la condition de résonance des mesures perpendiculaires. Des angles d'environ 4 à 7 degrés ont été trouvés pour chaque échantillons, ce qui est plausible considérant la disposition des composants dans le montage. Ainsi, ces angles présents dans les mesures perpendiculaires seront pris en compte pour le reste de l'analyse de données.

4.2.2 Largeur de résonance

Une fois le champ effectif interne H_{eff} et l'angle θ_H trouvés, il faut maintenant s'intéresser au comportement de la largeur de résonance en fonction de la fréquence d'excitation et ce toujours à température ambiante. Les largeurs de résonance des mesures parallèles et perpendiculaires devraient se comporter selon les deux cas limites présentés dans l'équation

2.22. Cependant, tel que décrit dans la section 4.2.1, un léger angle du champ externe est présent dans les mesures perpendiculaires, donc les équations générales pour les différentes contributions à la largeur de résonance devront être utilisées pour ces mesures. Les équations décrivant les différentes contributions à la largeur de résonance dépendent de 4 nouveaux paramètres, soit la constante de Gilbert α, la constante de D2M Γ_0, la constante de variation du champ interne $\Delta\theta$ et la largeur de résonance autre ΔH_0. Il est alors possible de comparer les points expérimentaux de largeur de résonance en fonction de la fréquence avec les largeurs de résonance prédites par les paramètres de l'article de C. Lacroix [5]. Ces valeurs sont rapportées dans le tableau 3.4. Ainsi, cette comparaison est présentée dans la figure 4.11 pour les 3 échantillons et les 2 orientations. Cette figure comprend les ensembles de points provenant des mesures de cette étude et les largeurs de résonance définies par les équations de la section 2.3 utilisant les paramètres de C. Lacroix. L'incertitude sur les courbes provenant de l'incertitude sur les paramètres α, Γ_0, $\Delta\theta$ et ΔH_0 est aussi représentée.

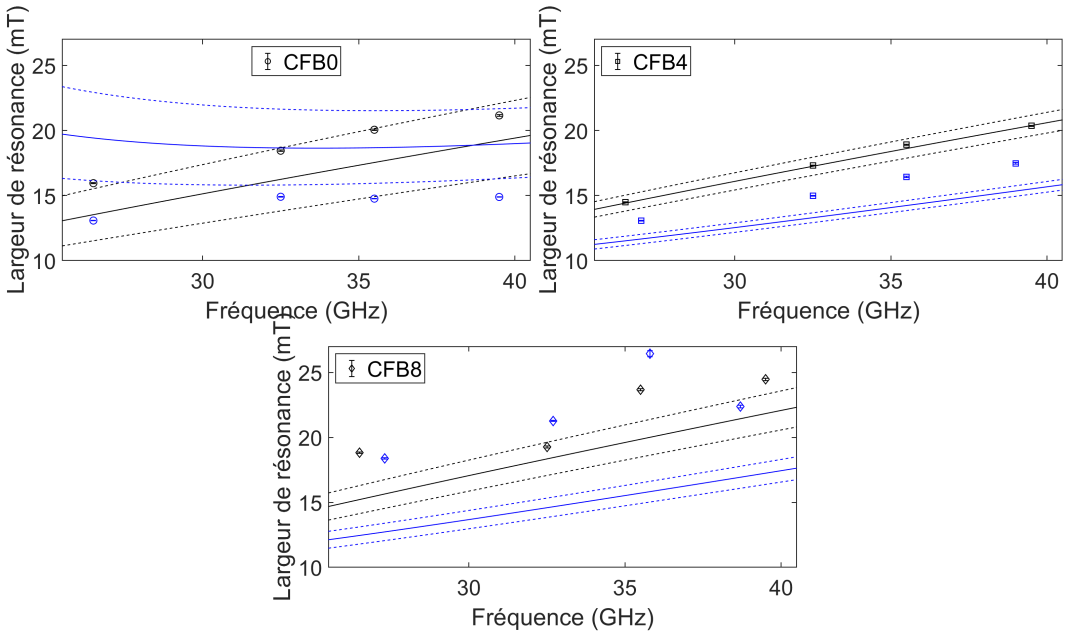


FIGURE 4.11 Comparaison entre les largeurs de résonance mesurées en fonction de la fréquence (points) et celles prédites par les paramètres de l'article de C. Lacroix (courbes) à température ambiante pour l'orientation parallèle (noir) et perpendiculaire (bleu) [5].

Les courbes de largeurs de résonance prédites ne correspondent pas aux points expérimentaux. En effet, il a un écart entre les courbes et les points pour les deux orientations. Ainsi, il est nécessaire de trouver les valeurs des paramètres qui permettent de bien décrire le comportement des largeurs de résonance en fonction de la température. Pour ce faire, une autre

régression non linéaire a été effectués sur l'ensemble des mesures parallèles et perpendiculaires. Le fait de combiner ces deux ensembles de points permet de prendre en compte les mesures parallèles et perpendiculaires pour la détermination des paramètres. En effet, les paramètres α et ΔH_0 jouent un rôle dans les deux orientations. La fonction utilisée pour cette régression est très complexe et correspond à l'addition des équations 2.14, 2.17, 2.20 et du paramètres ΔH_0. Il est à noter que l'équation 2.20 est seulement utilisée pour l'échantillon CFB0. Les résultats de ces régressions sont présentés dans le figure 4.12 pour les 3 échantillons. L'incertitude sur ces régressions provenant de l'incertitude sur les paramètres trouvés est aussi représentée. Il est à noter que l'incertitude sur les paramètres trouvés est obtenue par une addition en quadrature des résultats de la méthode de la matrice de covariance et de la méthode Monte Carlo.

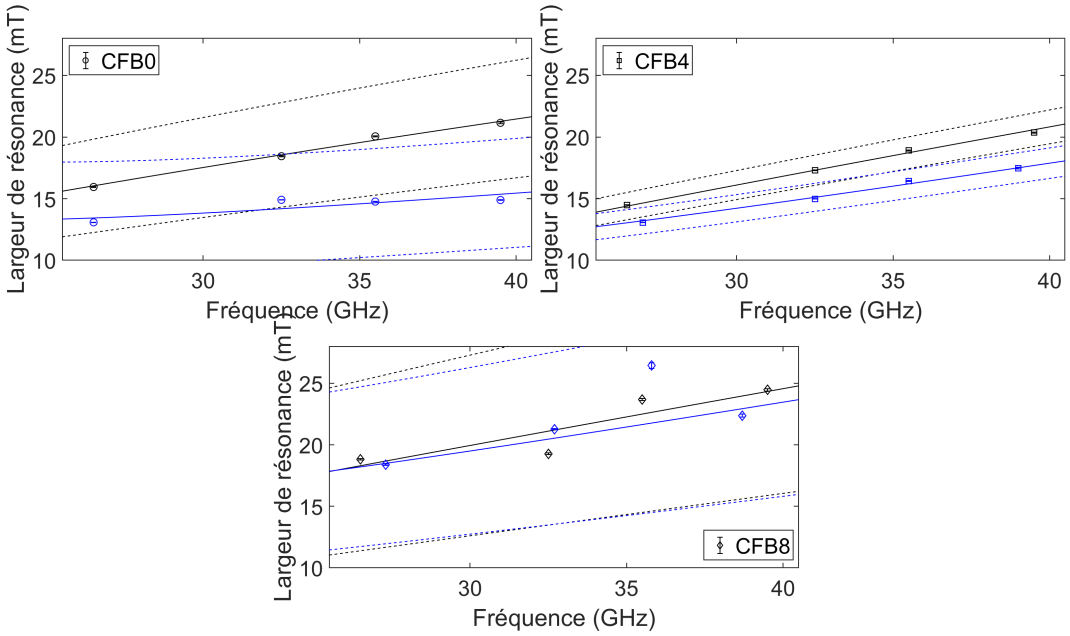


FIGURE 4.12 Résultats des régressions sur les largeurs de résonance en fonction de la fréquence à température ambiante pour l'orientation parallèle (noir) et perpendiculaire (bleu).

Tout d'abord, il est possible de constater que les courbes de largeurs de résonance correspondent beaucoup mieux aux points expérimentaux. Il est à noter que le point à 35.8 GHz des mesures perpendiculaires de l'échantillon CFB8 a été écarté de la régression, considéré comme un point aberrant. Les valeurs des paramètres α, Γ_0, $\Delta\theta$ et ΔH_0 trouvés sont présentés dans le tableau 4.1. Ce tableau rapporte aussi les valeurs des paramètres de l'article de C. Lacroix [5] à titre de comparaison. En examinant ce tableau, il est plutôt clair que la plupart des paramètres trouvés sont similaires à ceux rapportés par C. Lacroix, à l'exception

des paramètres $\Delta\theta$ et ΔH_0. En effet, la valeur du paramères $\Delta\theta$ trouvé dans cette étude est beaucoup plus faible que celui rapporté par C. Lacroix. Cette différence peut être expliquer par le fait que la cristallisation partielle des couches minces de CoFeB est extrêmement variable d'un échantillon à l'autre, car il dépend fortement des conditions de fabrication. Ainsi, comme des échantillons légèrement différents ont été utilisés, une différence notable dans la valeur des fluctuations du champ interne a pu être observée. Aussi, les valeurs du paramètre ΔH_0 sont très différentes pour les échantillons CFB0 et CFB8. Cette différence pourrait être expliquer par le fait que ce terme peut prendre en compte les contributions du montage à la largeur de résonance. En effet, les conditions expérimentales, comme le couplage entre les câbles coaxiaux et l'adaptateur, peuvent influencer la valeur de ce paramètre. Cela dit, le paramètre ΔH_0 n'est pas très significatifs dans la présente étude des couches minces de CoFeCrB. Il est aussi à noter que les incertitudes rapportées dans le tableau 4.1 sont généralement du même ordre de grandeur que celles des données de référence, sauf pour l'échantillon CFB8 où elles sont légèrement plus élevées. Cela peut être dû au fait que le signal de l'échantillon CFB8 est plus faible en raison de son aimantation à saturation plus faible, ce qui engendre un plus faible ratio signal sur bruit qui nuit à l'analyse de données. Il est important aussi de souligner que les incertitudes sur les paramètres de régressions sont dominées par la contribution de la méthode de la matrice de covariance.

Tableau 4.1 Comparaison entre les paramètres clés trouvées lors de l'analyse des données et ceux présentés dans l'article de C. Lacroix à température ambiante [5].

	Paramètres	**Données**	**Référence**
CFB0	$\mu_0 H_{eff}$ [T]	1.550 ± 0.002	1.55 ± 0.02
	θ_H [deg]	4.70 ± 0.07	0
	α (10^{-3})	3.2 ± 0.6	3.9 ± 0.4
	$\mu_0\Gamma_0$ [mT]	13 ± 3	13 ± 3
	$\Delta\theta$ [deg]	0.04 ± 0.04	0.25 ± 0.05
	$\mu_0\Delta H_0$ [mT]	5 ± 2	1.8 ± 0.2
CFB4	$\mu_0 H_{eff}$ [T]	1.296 ± 0.002	1.28 ± 0.01
	θ_H [deg]	5.65 ± 0.06	0
	α (10^{-3})	5.9 ± 0.2	5.0 ± 0.1
	$\mu_0\Gamma_0$ [mT]	5.7 ± 0.3	8.7 ± 0.5
	$\mu_0\Delta H_0$ [mT]	1.3 ± 0.6	1.5 ± 0.2
CFB8	$\mu_0 H_{eff}$ [T]	1.050 ± 0.004	1.06 ± 0.01
	θ_H [deg]	7.3 ± 0.2	0
	α (10^{-3})	6 ± 2	6.0 ± 0.3
	$\mu_0\Gamma_0$ [mT]	3 ± 1	7.5 ± 0.8
	$\mu_0\Delta H_0$ [mT]	6 ± 3	0.4 ± 0.1

Finalement, la comparaison des conditions de résonance et des largeurs de résonance à température ambiante avec celles présentées dans l'article de C. Lacroix a permis de montrer un accord raisonnable. Cette comparaison a aussi permis de mettre en lumière certaines limites du montage, telles que la difficulté de garantir l'angle entre le champ externe et l'échantillon. Cette comparaison a aussi permis de présenter et de peaufiner des étapes essentielles de l'analyse de données.

4.3 Résultats en fonction de la température

L'analyse complète des données à température ambiante ainsi que les résultats des paramètres clés ont été présentés dans la section 4.2. L'étape suivante dans l'analyse de données est de reproduire exactement le même processus mais pour chacune des autres températures mesurées, soit 9 autres. Cette étape permettra d'extraire le comportement en température des différents paramètres clés, soit H_{eff}, α, Γ_0 et $\Delta\theta$ et de conclure l'étude des couches minces de CoFeCrB.

4.3.1 Paramètres clés du CoFeCrB en fonction de la température

Les différentes régressions non linéaires effectuées pour les mesures à toutes les températures donnent les valeurs des paramètres clés en fonction de la température pour chaque échantillon. Il est à noter que tout au long de cette section, les valeurs des paramètres clés rapportés par C. Lacroix seront inclus en rouge dans les figures à titre de comparaison. Pour commencer, la figure 4.13 présente le champ effectif interne en fonction de la température pour les 3 échantillons. Le champ effectif interne se comporte de manière identique en fonction de la température pour les 3 échantillons. Le comportement attendu pour un champ effectif interne en fonction de la température semble être observé, soit une loi de puissance [12]. Une analyse plus détaillée sera présentée dans la section 4.3.2.

Ensuite, afin de mettre en évidence les limites du montage en lien avec la détermination de l'angle entre le champ externe et l'échantillon lors des mesures perpendiculaires, la figure 4.14 présente l'angle du champ externe en fonction de la température pour les 3 échantillons. L'angle du champ externe ne semble pas avoir de dépendance envers la température, ce qui est attendu si l'hypothèse sur son origine est correcte. Cela dit, une claire différence est observée entre les angles du champ externe pour les 3 échantillons. En effet, la valeur de l'angle semble dépendre de la concentration de Cr dans les couches minces. Cette différence est probablement due à la norme du champ externe lors des rampes de champ magnétique qui est différente pour chaque échantillon comme leur condition de résonance diffère. Ainsi,

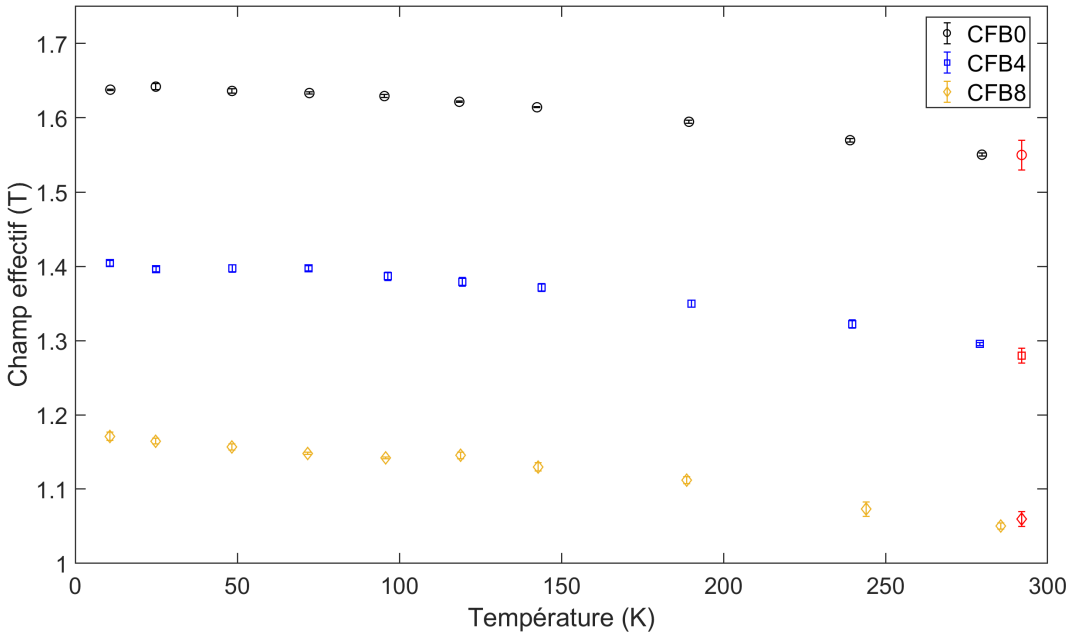


FIGURE 4.13 Champ effectif interne en fonction de la température pour les 3 échantillons.

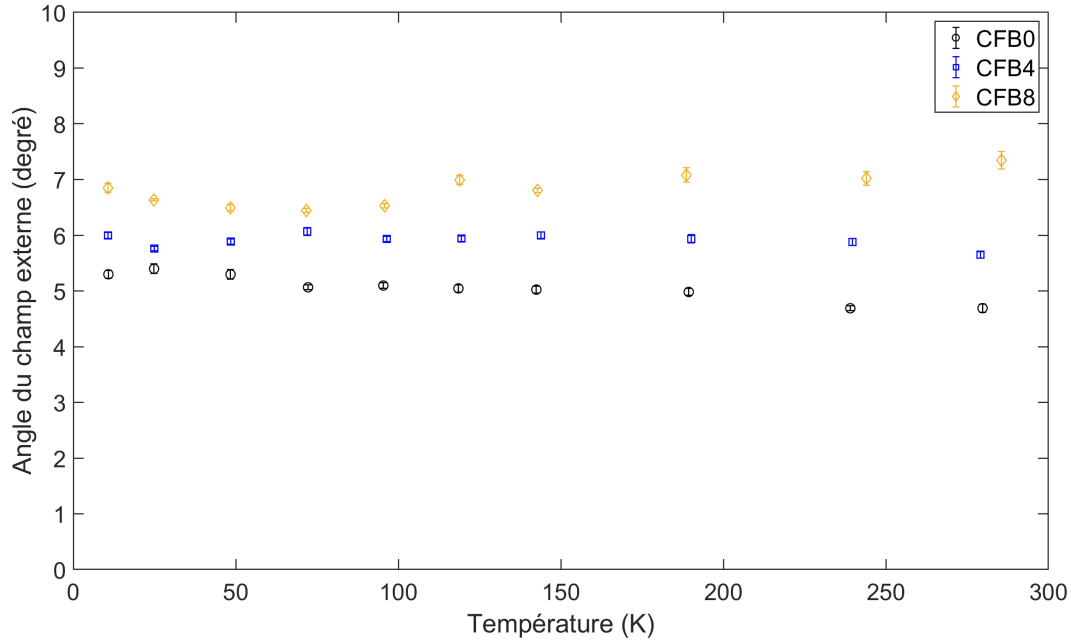


FIGURE 4.14 Angle entre le champ externe et la normale de la couche mince en fonction de la température lors des mesures perpendiculaires pour les 3 échantillons.

la force magnétique sur l'adaptateur est différente et la distorsion du câble coaxial cause un angle différent.

Ensuite, afin de mieux comprendre le comportement du mécanisme de relaxation intrinsèque, la figure 4.15 présente la constante de Gilbert α en fonction de la température pour les 3 échantillons. Elle ne semble pas démontrer de dépendance claire en fonction de la température et ce pour les 3 échantillons. En effet, le comportement de α est plutôt similaire pour les 3 échantillons. Une absence ou une très légère dépendance de α en fonction de la température a déjà été rapportée dans certains articles de la littérature pour des matériaux semblables tels que le CoFeB et le Permalloy [14, 15]. Ces articles rapportent une dépendance significative de α en fonction de la température pour des couches minces de très faibles épaisseurs, soit autour de 3 à 5 nm, mais cette dépendance en température disparaît progressivement plus l'épaisseur des couches minces deviennent importantes, jusqu'à presque totalement disparaître pour des épaisseurs autour de 30 à 50 nm. Ainsi, l'absence de tendance claire dans la figure 4.15 n'est pas complètement une surprise.

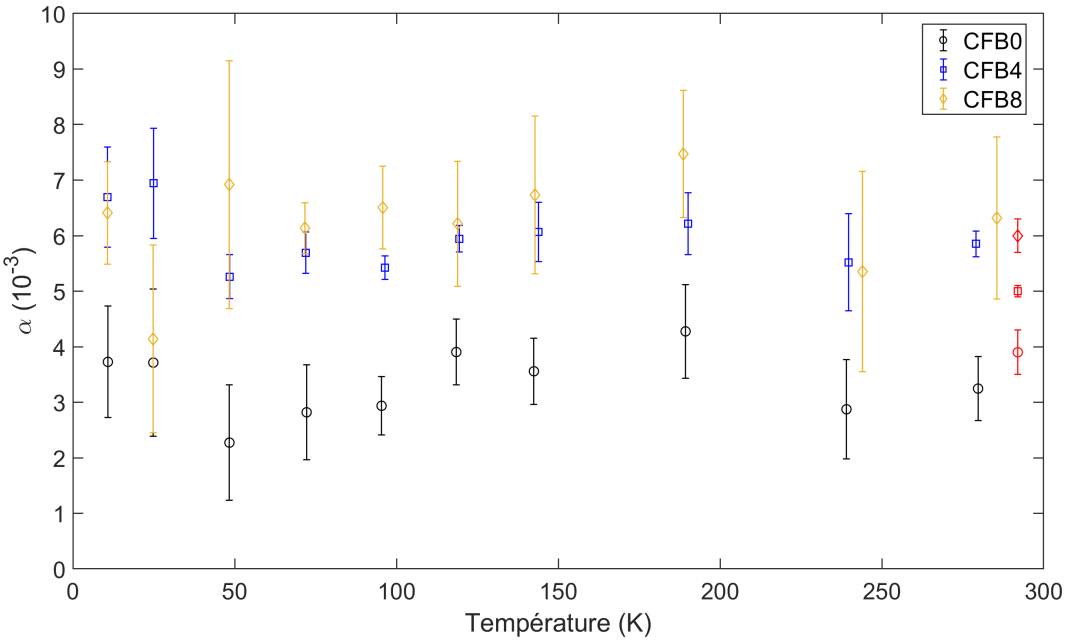


FIGURE 4.15 Constante de Gilbert en fonction de la température pour les 3 échantillons.

Ensuite, afin de mieux comprendre le comportement du mécanisme de relaxation dû à la diffusion 2 magnons, la figure 4.16 présente la constante de D2M Γ_0 en fonction de la température pour les 3 échantillons. Elle ne semble pas démontrer de dépendance claire en fonction de la température non plus. Encore une fois, le comportement de la constante de D2M est

plutôt similaire pour les 3 échantillons. Cette absence de dépendance pourrait s'expliquer par le fait que le processus de diffusion 2 magnons est majoritairement dû aux défauts présents dans le matériau. Ainsi, ce mécanisme de relaxation devrait être indépendant de la température de l'échantillon.

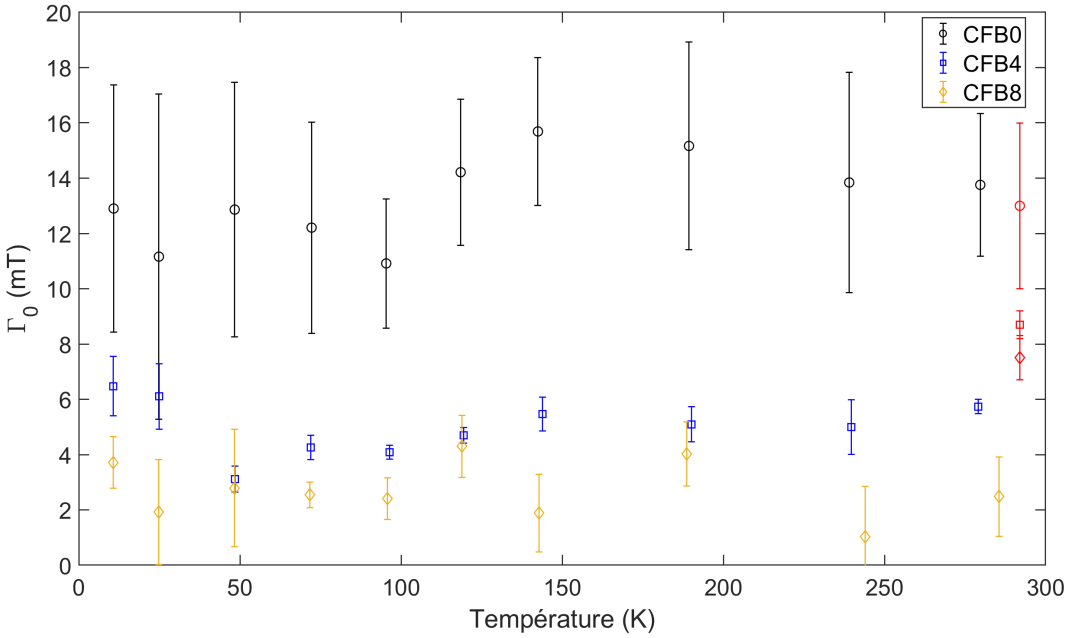


FIGURE 4.16 Constante de D2M en fonction de la température pour les 3 échantillons.

Ensuite, la figure 4.17 présente la constante de variation du champ interne $\Delta\theta$ en fonction de la température pour l'échantillon CFB0, comme il est le seul à avoir démontré une cristallisation partielle. La constante de variation du champ interne ne présente aucune dépendance en fonction de la température. Ce comportement est attendu, car tout comme le mécanisme de relaxation dû à la diffusion 2 magnons, ce mécanisme de relaxation dépend de la nature de l'échantillon lui-même. En effet, le mécanisme de relaxation dû aux fluctuations du champ interne dépend de la quantité de cristaux qui se sont formés lors de la fabrication de l'échantillon. Cette propriété de l'échantillon ne va donc pas changer en fonction de la température. Ainsi, la constante de variation du champ interne ne devrait pas dépendre de la température de l'échantillon.

Finalement, afin de compléter l'étude des couches minces de CoFeCrB en fonction de la température, la figure 4.18 présente la largeur de résonance due aux mécanismes de relaxation autres ΔH_0 en fonction de la température pour les 3 échantillons. La largeur de résonance autre ne présente aucune tendance en fonction de la température. Comme ce paramètre n'est

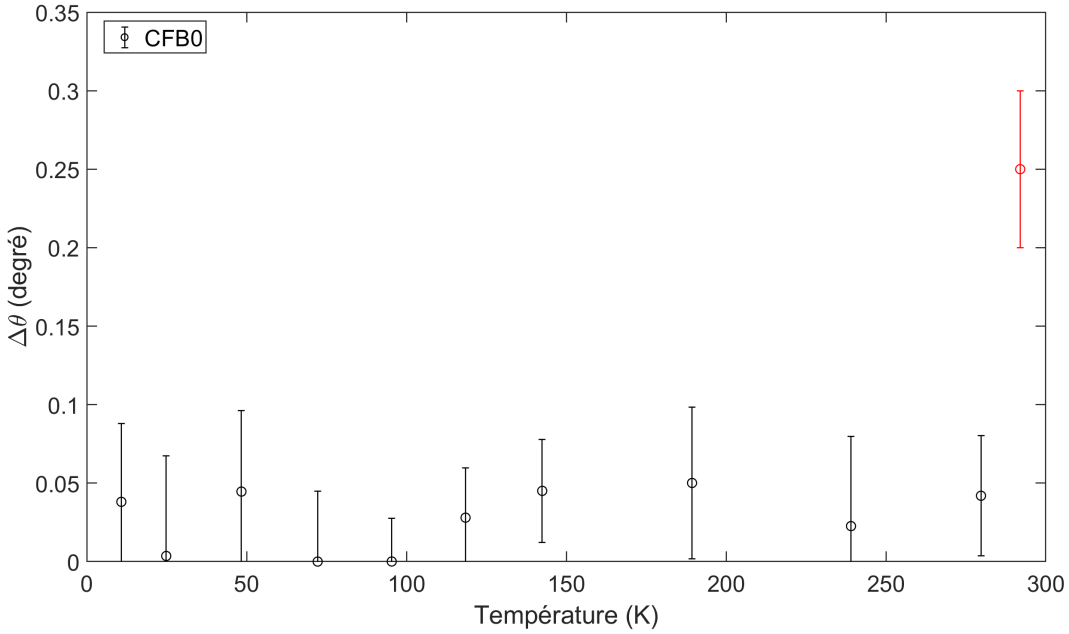


FIGURE 4.17 Constante de variation du champ interne en fonction de la température pour l'échantillon CFB0.

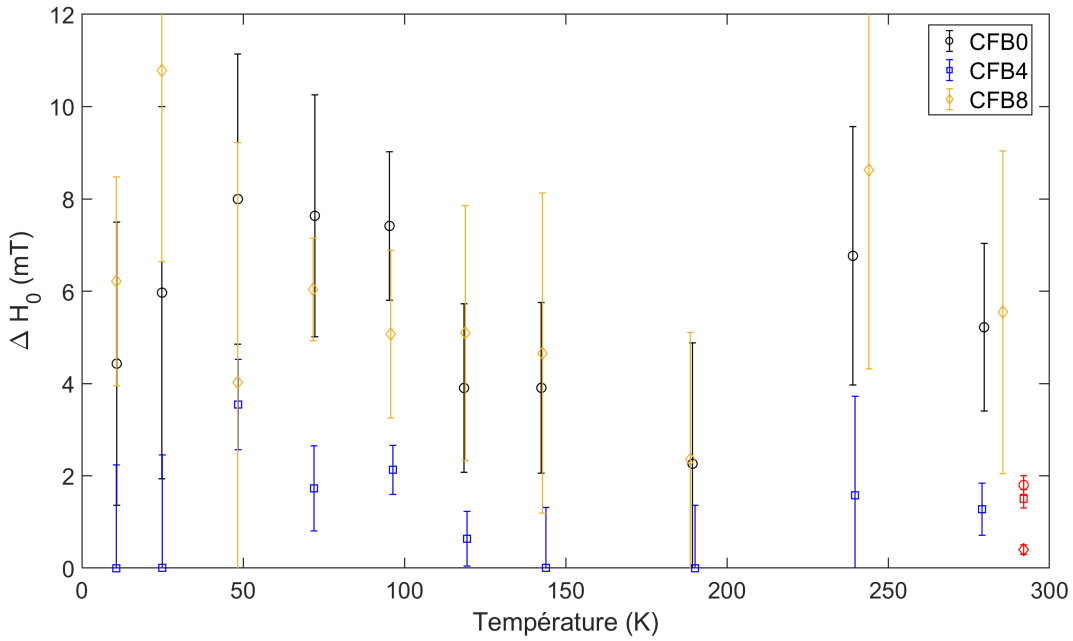


FIGURE 4.18 Largeur de résonance autre en fonction de la température pour les 3 échantillons.

pas significatif dans la présente étude, ces résultats sont seulement présentés à titre indicatif et aucune explication n'est développée. Finalement, cette série de figures a permis de présenter le comportement des paramètres clés en fonction de la température pour les 3 échantillons de couches minces de CoFeCrB.

4.3.2 Comportement du champ effectif en fonction de la température

Cette section présente une analyse plus approfondie des résultats de champs effectifs internes en fonction de la température rapportés dans la figure 4.13. Tel que mentionné dans la section 4.3.1, le champ effectif interne semble respecter une loi de puissance en fonction de la température. Il est important de rappeler l'équation 2.23 qui présente le champ effectif interne en fonction de l'aimantation à saturation et de la constante d'anisotropie de surface.

$$H_{eff} = NM_s + \frac{2K_s}{\mu_0 M_s}$$

De plus, il est généralement admis que l'aimantation à saturation se comporte selon un loi de puissance en fonction de la température tel que présenté dans l'équation 2.24. Ainsi, le comportement du champ effectif interne pourrait être expliqué par cette dépendance de l'aimantation à saturation en fonction de la température. Afin de mettre à l'épreuve cette hypothèse, il est d'abord nécessaire de trouver la loi de puissance appropriée pour les échantillons à l'étude.

Tout d'abord, l'aimantation à saturation des couches minces de CoFeCrB a déjà été mesurée à température ambiante par C. Lacroix dans le contexte de son article sur le sujet [5]. De plus, K. Oguz a effectué des mesures d'aimantation à saturation à 4 K et à 300 K sur ces couches minces de CoFeCrB [6]. Ces différentes valeurs sont rapportées dans le tableau 4.2.

Tableau 4.2 Aimantations à saturation des couches minces de CoFeCrB rapportées par C. Lacroix [5] et par K. Oguz [6].

	C. Lacroix	K. Oguz	
Échantillon	$\mu_0 M_s$ à 290 K [T]	$\mu_0 M_s$ à 300 K [T]	$\mu_0 M_s$ à 4 K [T]
CFB0	1.77	1.40	1.45
CFB4	1.09	1.14	1.21
CFB8	0.90	0.93	1.03

La première hypothèse de cette analyse est donc de considérer le comportement en température de l'aimantation à saturation des échantillons de K. Oguz comme valide pour les

échantillons de C. Lacroix et les échantillons de la présente étude. Ainsi, des valeurs d'aimantation à saturation à 4 K ont été calculées à partir des mesures à 290 K de C. Lacroix en utilisant le même taux de variation observées dans les mesures de K. Oguz. Deux valeurs d'aimantation à saturation sont donc disponibles pour chaque échantillon, soit une valeur à 4 K et l'autre à 290 K. Avant de poursuivre, il est à noter que la température de Curie de couches minces de CoFeB a déjà rapportée dans la littérature pour plusieurs épaisseurs différentes [12]. Un estimation de la température de Curie pour une couche mince de CoFeB de 30 nm a donc été établie à 1200 K. Il est à noter qu'aucune valeur de température de Curie n'est rapportée dans la littérature pour des couches minces de CoFeCrB. La prochaine étape de l'analyse est donc de trouver la loi de puissance permettant de décrire l'aimantation à saturation de l'échantillon CFB0 en utilisant cette valeur de température de Curie. Une régression non linéaire est effectuée sur les deux points d'aimantation à saturation de l'échantillon CFB0. La fonction utilisée pour cette régression est l'équation 2.24 qui est une loi de puissance en fonction de la température de l'échantillon.

$$M_s = M_{s_0}\left[1 - \left(\frac{T}{T_c}\right)^{\beta}\right]$$

Il est à noter que la valeur de l'aimantation à saturation à 4 K a été utilisée pour le paramètre M_{s_0}, comme la variation d'aimantation entre 0 K et 4 K est extrêmement faible. Cette régression permet donc de trouver la valeur de l'exposant caractéristique β de la loi de puissance. La seconde hypothèse de cette analyse est alors de considérer cette exposant caractéristique comme constant pour les 3 échantillons. En effet, cet exposant caractéristique ne devrait pas vraiment dépendre de la concentration de Cr. La prochaine étape consiste donc à effectuer une régression non linéaire sur les valeurs d'aimantation à saturation des échantillons CFB4 et CFB8 avec la même fonction mais afin de trouver leur température de Curie cette fois-ci. Ces deux régressions permettent donc de trouver les températures de Curie pour les échantillons CFB4 et CFB8. Ainsi, les lois de puissance permettant de décrire le comportement de l'aimantation à saturation en fonction de la température sont déterminées pour les 3 échantillons. À l'aide de ces lois de puissance, il est possible de calculer le comportement du champ effectif interne en fonction de la température en utilisant l'équation 2.23. Il est à noter qu'à ce stade de l'analyse, la constante d'anisotropie de surface K_s est considérée constante en fonction de la température. Ainsi, les courbes de champ effectif interne prédites par les lois de puissance d'aimantation à saturation sont présentées dans la figure 4.19 pour les 3 échantillons. Les points expérimentaux de champ effectif interne provenant de la présente étude sont aussi présentés à titre de comparaison. Il est à noter que l'incertitude présentée dans cette section provient de la propagation de l'incertitude sur les mesures d'aimantation

à saturation de C. Lacroix.

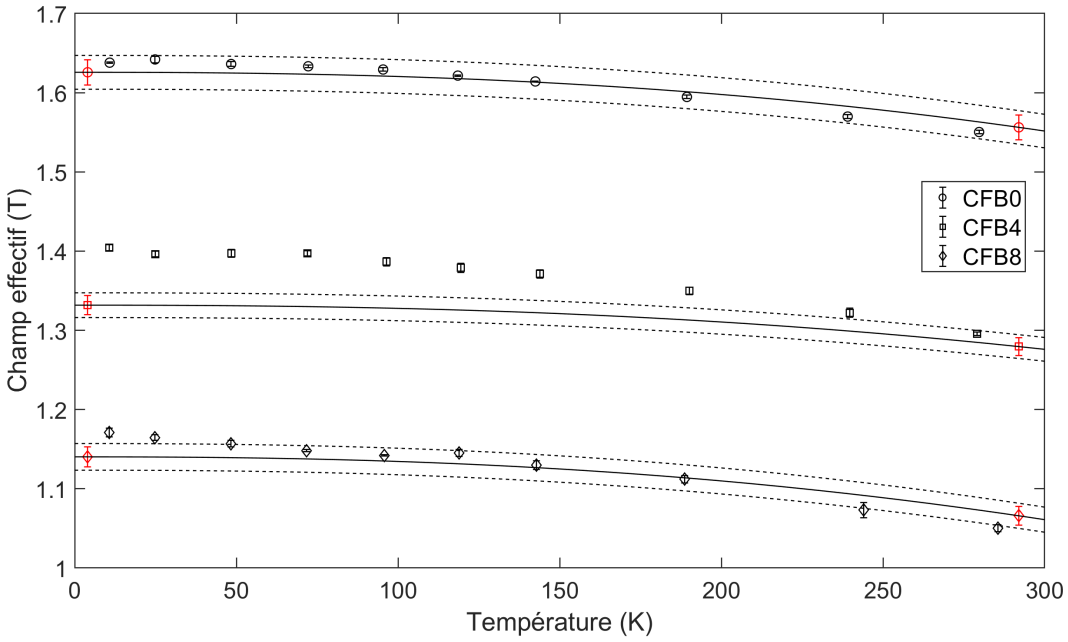


FIGURE 4.19 Comparaison entre les points expérimentaux de champ effectif interne et les courbes de champ effectif interne prédites par les lois de puissance d'aimantation à saturation en fonction de la température pour les 3 échantillons.

Les courbes ne correspondent pas tout à fait au comportement des points expérimentaux de champ effectif interne. La suite naturelle de l'analyse est alors de s'intéresser au comportement de la constante d'anisotropie de surface en fonction de la température. En isolant le paramètre K_s dans l'équation 2.23, il est possible de calculer la valeur de la constante d'anisotropie de surface en fonction de la température en considérant les points expérimentaux de champ effectif interne ainsi que les lois de puissance trouvées précédemment. Les valeurs de constante d'anisotropie de surface en fonction de la température sont alors présentées dans le figure 4.20 pour les 3 échantillons. Il est à noter que la valeur absolue de K_s est présentée par souci de clarté, mais il est important de rappeler que la constante d'anisotropie de surface est négative pour l'échantillon CFB0 et positive pour les échantillons CFB4 et CFB8.

La constante d'anisotropie de surface semble démontrer un comportement linéaire en fonction de la température. En effet, ce comportement est attendu lorsque la température de l'échantillon est loin de sa température de Curie [12]. Ainsi, il est justifié de considérer un comportement linéaire en fonction de la température pour la constante d'anisotropie de surface tel que décrit par l'équation 2.25. Il est à noter que cette équation est seulement valable

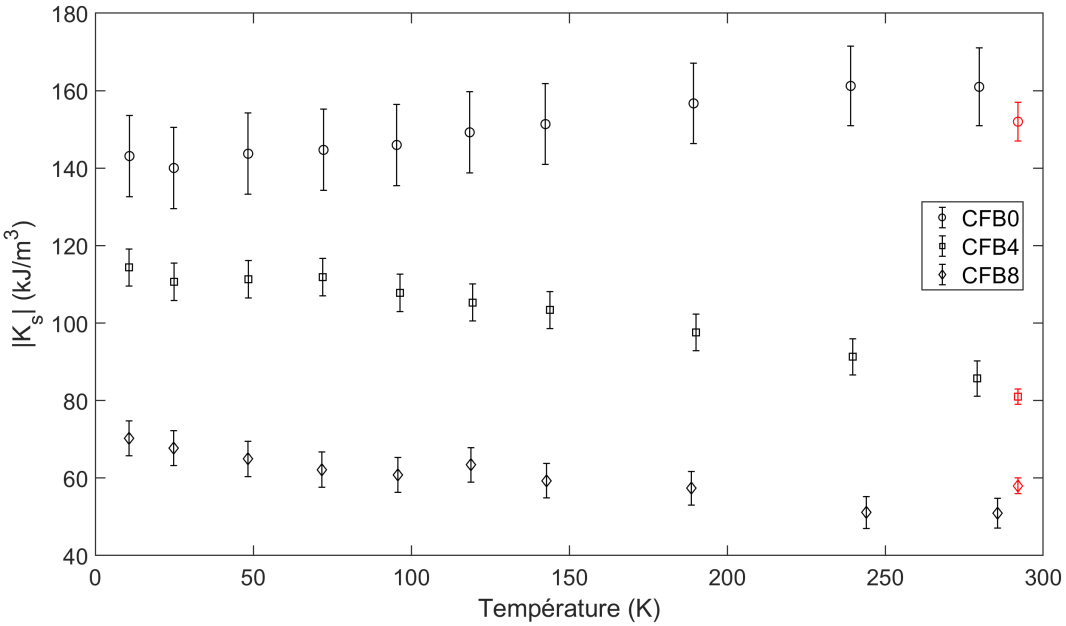


FIGURE 4.20 Constante d'anisotropie de surface en fonction de la température pour les 3 échantillons.

pour des températures loin de la température de Curie du matériau. Finalement, pour la dernière étape de cette analyse, des régressions non linéaires sont effectuées sur les points expérimentaux de champ effectif interne en utilisant encore l'équation 2.23 avec les lois de puissance, mais cette fois-ci en considérant la constante d'anisotropie de surface comme une droite en fonction de la température. Ces régressions permettent donc de trouver la pente et l'ordonnée à l'origine de ces droites. Les résultats de ces régressions sont présentés dans la figure 4.21.

Il est possible de constater que les courbes correspondent beaucoup mieux au comportement des points expérimentaux de champ effectif interne. Il est alors possible de conclure que les déductions sur les comportements individuels de l'aimantation à saturation et de la constante d'anisotropie de surface sont correctes. Les paramètres trouvés à l'aide des régressions en lien avec le comportement en température de l'aimantation à saturation et de la constante d'anisotropie de surface sont présentés dans le tableau 4.3.

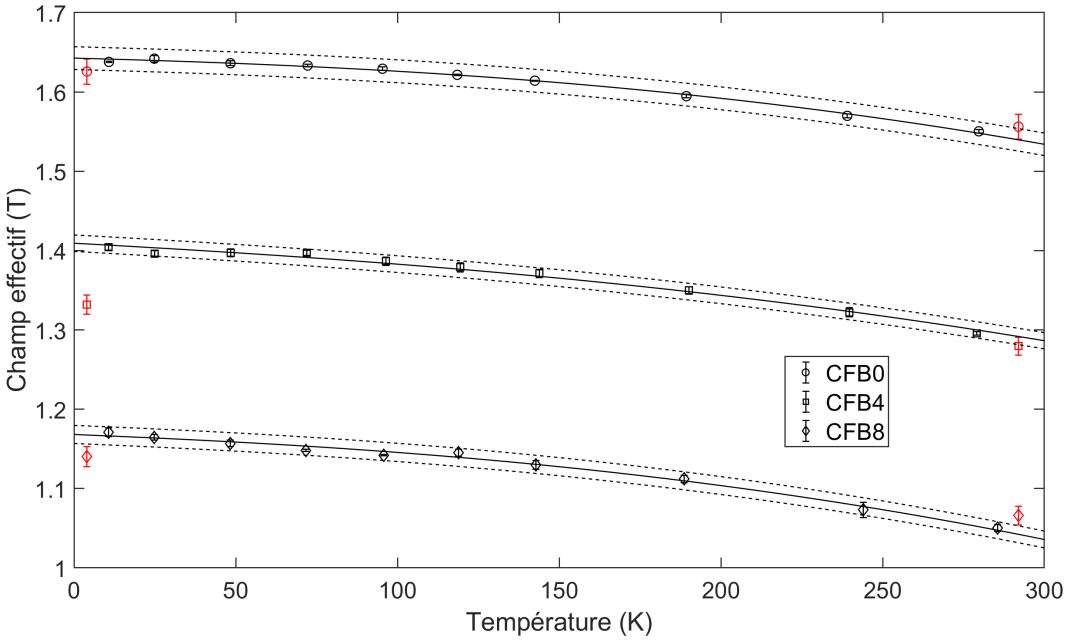


FIGURE 4.21 Résultats des régressions non linéaires sur le champ effectif interne en fonction de la température en considérant l'aimantation à saturation comme une loi de puissance et la constante d'anisotropie de surface comme une droite pour les 3 échantillons.

TABLEAU 4.3 Paramètres du comportement en température de l'aimantation à saturation et de la constante d'anisotropie de surface.

	$M_s(T)$		$K_s(T)$	
Échantillon	T_c [K]	β	m [kJ/m$^3\cdot$ T]	K_{s_0} [kJ/m^3]
CFB0	1200	2.3943 ± 0.0001	-0.082 ± 0.005	-139.7 ± 0.9
CFB4	988.36 ± 0.01	2.3943 ± 0.0001	-0.103 ± 0.007	117 ± 1
CFB8	800.60 ± 0.01	2.3943 ± 0.0001	-0.067 ± 0.006	69.0 ± 0.9

4.4 Discussion sur les mécanismes de relaxation dans les couches minces de CoFeCrB

Le paramètre le plus important pour discuter de relaxation dans les matériaux magnétiques est la constante de Gilbert α, car elle est associée aux mécanismes de relaxation intrinsèque qui ne peuvent être amoindris par des techniques de fabrication. En effet, les autres mécanismes de relaxation associés aux paramètres Γ_0, $\Delta\theta$ et ΔH_0 dépendent de la qualité du matériau et sont dus respectivement aux défauts dans le matériau, à la présence d'une structure polycristalline et à toutes autres contributions qui ne dépendent pas de la fréquence ou de la température.

Les mécanismes de relaxation intrinsèque dépendent des propriétés physiques du matériau, plus particulièrement de l'interaction entre les spins et les courants électroniques microscopiques et macroscopiques. Dans l'article de C. Lacroix, il est discuté que l'interaction avec les courants macroscopiques sont négligeables pour les épaisseurs des couches minces considérées ici [5]. De même, les effets d'amortissement radiatif liés à l'émission de photons micro-ondes par précession des moments magnétiques [16, 17] sont aussi démontrés comme étant négligeables pour ces échantillons par C. Lacroix [5]. Une autre contribution intrinsèque associée au phénomène de pompage de spin causé par la couche mince de Ta adjacente serait responsable d'environ 20 % de la valeur mesurée de α dans [5]. Cette interaction est un effet typique des bi-couches utilisées en spintronique. La majeur partie de la relaxation intrinsèque serait donc due aux interactions avec les courants microscopiques, ou aussi appelées l'interaction spin-orbite.

Il est généralement admis que la relaxation intrinsèque des métaux ferromagnétiques est principalement due à cette interaction spin-orbite qui est représentée par le paramètre α_{so} [18]. Dans l'article de C. Lacroix, cette contribution est exprimée en terme du taux de relaxation magnétique λ_{so} pour mieux tenir compte de la réduction de l'aimantation à saturation lorsque la concentration de Cr augmente. Le taux de relaxation magnétique est donné par l'équation

$$\lambda_{so} = \gamma \mu_0 M_s \alpha_{so}. \tag{4.1}$$

La théorie de Kambersky sur la relaxation magnétique dans les métaux ferromagnétiques prédit que la contribution des transitions intrabandes est proportionnelle au temps de relaxation de Drude des électrons τ_e (comportement de type conductivité), tandis que la contribution des transitions interbandes est inversement proportionnelle à τ_e (comportement de type résistivité) [19, 20]. La connexion entre la conductivité électrique et le taux de relaxation magnétique λ_{so} a été démontré théoriquement et expérimentalement [21, 22]. Dans le cas des couches minces de CoFeCrB, l'augmentation de la résistivité associée à la présence de Cr semble correspondre à une diminution du taux de relaxation magnétique λ_{so} [5], un comportement habituellement observé à faible température dans les cristaux purs qui est en accord avec le modèle de Kambersky [19].

Dans le cas de l'étude de C. Lacroix, ce comportement est observé à température ambiante, ce qui pourrait suggérer que la résistivité et la relaxation magnétique soient dominées par les collisions avec les impuretés et le désordre structurel des matériaux amorphes plutôt que par les collisions avec les phonons, et cela sur une grande plage de températures. Il est alors

intéressant de calculer le taux de relaxation magnétique λ_{so} en fonction de la température pour les 3 échantillons mesurés dans cette étude. Les valeurs de α présentée dans la figure 4.15 ont été utilisées pour calculer λ_{so} après avoir retirer la contribution du pompage de spin. Ainsi, le taux de relaxation magnétique en fonction de la température est présenté dans la figure 4.22 pour les 3 échantillons.

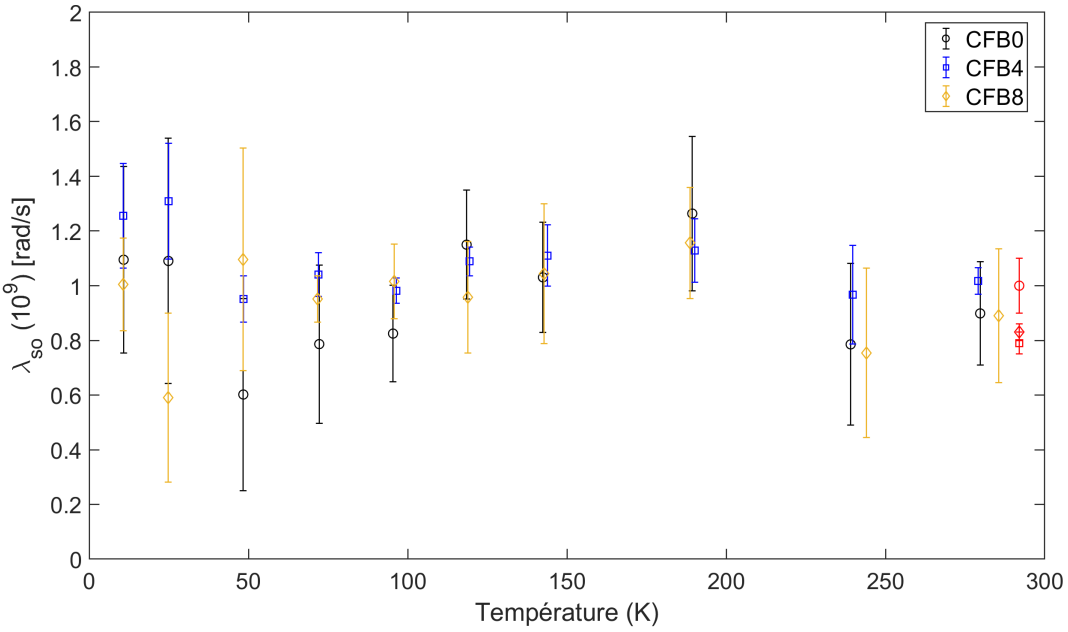


FIGURE 4.22 Taux de relaxation magnétique en fonction de la température pour les 3 échantillons.

La relative indépendance de λ_{so} en fonction de la température semble supporter l'hypothèse que la résistivité et la relaxation magnétique soient dominées par les défauts même jusqu'à température ambiante. Ainsi, la relaxation magnétique intrinsèque des couches minces de CoFeCrB serait majoritairement due aux transitions intrabandes causées par les collisions avec les impuretés, de 4 K à 300 K. Ce comportement est très intéressant d'un point de vue technologique, car il permet l'utilisation de ce matériau ferromagnétique dans des dispositifs même à très basse température. En effet, normalement pour les métaux, la relaxation magnétique devient très importante à basse température, ce qui limite beaucoup leurs potentielles applications technologiques. Malheureusement, des mesures de la conductivité en fonction de la température qui auraient permis de vérifier cette hypothèse n'ont pas pu être effectuées en raison des capacités expérimentales limitées du laboratoire. Ces mesures auraient permis de caractériser le comportement de la conductivité et de bien identifier la transition en température entre le régime dominé par les défauts et celui dominé par les phonons.

CHAPITRE 5 CONCLUSION

5.1 Synthèse des travaux

Les travaux effectuées dans le cadre de cette maîtrise de recherche ont permis de réaliser avec succès l'objectif principal du projet. En effet, le développement complet d'un montage de résonance ferromagnétique en fonction de la température a permis d'étudier la condition de résonance ainsi que les mécanismes de relaxation dans des couches minces de CoFeCrB avec des concentrations différentes de Cr. Un retour plus détaillé sur les deux sous-objectifs du projet est présenté dans les deux prochaines sections.

5.1.1 Montage de résonance ferromagnétique en fonction de la température

Le montage développé dans le cadre de ce projet a permis d'améliorer les capacités expérimentales du laboratoire de magnétisme de Polytechnique Montréal. Premièrement, la source de champ magnétique continu utilisée est un aimant supraconducteur de 9.4 T, ce qui permet en soi des mesures de résonance ferromagnétique de matériaux ayant une forte anisotropie et cela à haute fréquence. En effet, une capacité de produire des forts champs magnétiques continus permet d'atteindre la condition de résonance même à haute fréquence et à fort champ effectif interne H_{eff}. Dans son état actuel, le montage permet des mesures de résonance ferromagnétique à large bande entre 26.5 GHz et 40 GHz. Cela dit, les câbles coaxiaux et les connecteurs installés à l'intérieur de l'insertion permettent des mesures jusqu'à 65 GHz pour accommoder de futurs travaux. La méthode de détection utilisant une diode et un amplificateur à détection synchrone permet aussi de mesurer tout type de matériau magnétique dans une configuration à large bande avec un guide d'onde court-circuité. De plus, l'intégration complète du système cryogénique à l'aimant supraconducteur permet de gérer le contrôle de la température de l'échantillon facilement. En effet, la température de l'échantillon est contrôlée précisément entre 4 K et 300 K à l'aide d'une insertion à température variable reliée à un circuit fermé d'hélium refroidi. Cette plage de températures est assez large pour effectuer la plupart des études de matériaux à basse température. La conception d'une bobine de modulation du champ magnétique qui est complètement intégrée à l'intérieur du cylindre d'aluminium permet de facilement modifier la disposition des composantes au cœur de l'aimant. Cette flexibilité permettrait même d'utiliser facilement un autre adaptateur coaxial-guide d'onde qui serait compatible avec les fréquences de 40 GHz à 65 GHz. La conception de la boîte de transfert pour la carte d'acquisition permet une meilleure ergono-

mie pour l'acquisition de signaux, non seulement pour ce montage mais pour tous les besoins du laboratoire. L'automatisation de la prise de mesures permet de sauver du temps lors de l'exécution du plan de mesures et assure une approche systématique dans l'acquisition des données. L'intégration de tous les instruments à ce système d'automatisation est essentielle à sa réussite. Finalement, l'achat d'instruments et de composants dédiés au montage a permis d'assurer la permanence et la longévité du montage au laboratoire. Plusieurs autres tâches connexes ont été réalisées tout au long du projet afin d'améliorer le plus possible l'ergonomie, l'entretien et la sécurité du montage. Une représentation visuelle de l'évolution du montage suite à ce projet de recherche est présentée dans l'annexe A.

5.1.2 Étude des couches minces de CoFeCrB

L'étude de la condition de résonance et des mécanismes de relaxation des couches minces de CoFeCrB en fonction de la température a permis de mieux caractériser ce matériau amorphe dans l'optique de son utilisation potentielle dans la fabrication de jonctions tunnels magnétiques. En rétrospection, cette étude des couches minces de CoFeCrB a eu deux vocations. La première utilité est évidemment de fournir des observations des différents mécanismes de relaxation en fonction de la température. Cependant, la deuxième utilité est de permettre non seulement une validation du montage mais aussi une investigation de ses limites. La comparaison des résultats obtenus à température ambiante avec ceux rapportés par C. Lacroix a permis de démontrer l'efficacité et la performance du montage. Le tableau 4.1 montre une vue d'ensemble claire de cette validation de performance. Cette comparaison a aussi mis en lumière certaines limites importantes qui sont présentées en détails dans la section 5.2.1.

D'un autre côté, l'analyse détaillée du comportement du champ effectif interne en fonction de la température confirme les hypothèses formulées sur le comportement de l'anisotropie dans les couches minces de CoFeCrB. En effet, il a été démontré que les valeurs de H_{eff} observées en fonction de la température sont cohérentes avec une variation de M_s selon une loi de puissance et une variation linéaire de K_s. Sinon, pour l'analyse des différents mécanismes de relaxation en fonction de la température, aucune dépendance claire en température n'a été observée. Dans le cas de la relaxation intrinsèque, le comportement de la constante de Gilbert en fonction de la température semble indiqué que le taux de relaxation magnétique est principalement dû à l'interaction spin-orbite et que la conductivité électrique est dominée par les impuretés et le désordre. Cette hypothèse n'a pas pu être confirmée lors de cette étude. Les valeurs élevées d'incertitude sur les paramètres de largeur de résonance rapportées dans cette étude empêchent l'identification de potentielles faibles dépendances de ces paramètres en fonction de la température, qui pourraient être cachées dans l'incertitude.

5.2 Limites de la solution proposée

5.2.1 Limites du montage

L'étude des couches minces de CoFeCrB a permis de mettre en lumière certaines limites importantes du montage qui affectent les performances. Premièrement, les deux limites les plus évidentes sont causées par l'utilisation de l'adaptateur coaxial-guide d'onde spécifique. En effet, la présence de petites pièces magnétiques a engendré deux problèmes dans le signal de résonance ferromagnétique mesuré. Tout d'abord, ces pièces magnétiques ont causé l'apparition d'un signal d'arrière plan indésirable dans les mesures, ce qui a ajouté une couche de complexité à l'analyse des données brutes. De plus, ces pièces magnétiques sont probablement la cause de l'apparition d'un léger angle entre le champ magnétique externe et la normale de l'échantillon dans les mesures perpendiculaires. La présence de cet angle a grandement complexifié le processus d'analyse de données en raison de la nécessité d'utiliser les équations générales du chapitre 2 pour les régressions non linéaires. Si l'angle θ_H avait vraiment été nul, les équations simplifiées correspondant au cas limite auraient pu être utilisées, ce qui aurait voulu dire que les mesures perpendiculaires de largeur de résonance auraient directement reflété le mécanisme de relaxation intrinsèque. Aussi, la contribution à la largeur de résonance due aux fluctuations du champ interne aurait pu être écartée de l'analyse de l'échantillon CFB0. Ainsi, l'utilisation d'un adaptateur coaxial-guide d'onde complètement non magnétique pourrait éliminer le signal d'arrière plan et garantir l'angle du champ magnétique externe par rapport à l'échantillon.

Une autre limite expérimentale évidente est causée par la problématique du court-circuit de l'élément chauffant servant à contrôler la température de l'insertion. Le comportement indésirable de l'élément chauffant a été adéquatement étudié et documenté tout au long de ce projet. Cette limitation affecte grandement la planification de la prise de mesures, car elle implique de précipiter les mesures avant l'apparition du court-circuit et le redémarrage complet du système cryogénique une fois l'élément chauffant en état de court-circuit. Ces deux conséquences engendrent donc un ralentissement considérable de l'avancement du plan de mesure, ce qui finalement restreint la quantité totale de mesures effectuées lors d'un projet.

Finalement, une limitation du montage est en lien avec l'utilisation de plusieurs composants RF coaxiaux dans le circuit d'acheminement des micro-ondes. En effet, le montage utilise plusieurs composants coaxiaux tels que le circulateur, la câble coaxial entre le circulateur et l'interface de l'insertion et le long câble coaxial se rendant au fonds de l'insertion. Tous ces composants engendrent beaucoup de pertes dans le circuit micro-onde, ce qui nécessite

l'utilisation d'une source d'au moins 12 dBm pour obtenir un signal de résonance assez élevé à la sortie de la diode. Ces pertes élevées se sont parfois manifestées dans certaines mesures où la hauteur du pic de résonance était comparable au bruit aléatoire, ce qui compliquait l'extraction de la largeur de résonance. Ainsi, des pertes plus faibles pourraient augmenter l'intensité du pic de résonance et enlever des contraintes sur la source micro-onde à utiliser.

5.2.2 Limites de l'étude des couches minces de CoFeCrB

L'analyse des mesures effectuées dans le cadre de l'étude des couches minces de CoFeCrB a permis d'identifier des limites concrètes. La plupart des limites de l'étude sont en lien avec le manque de temps dans le projet pour effectuer plusieurs mesures complémentaires. Premièrement, le faible nombre de fréquences d'excitation mesurées empêchent de conclure avec confiance sur un comportement global. Par exemple, des mesures à plus hautes fréquences pourraient mieux garantir l'exactitude des conclusions sur les comportements des mécanismes de relaxation. Dans le même ordre d'idées, un plus grand nombre de températures mesurées pourraient être bénéfiques pour mieux prédire le comportement des mécanismes de relaxation en fonction de la température.

Aussi, lors de l'analyse détaillée du comportement du champ effectif interne en fonction de la température, plusieurs hypothèses ont été émises afin de poursuivre le raisonnement. Bien que ces hypothèses sont toutes justifiables, elles représentent une limites dans la capacité à conclure sur le comportement de la constante d'anisotropie de surface en fonction de la température. Des mesures d'aimantation à saturation en fonction de la température dans la plage d'opération du montage, soit entre 4 K et 300 K, pour tous les échantillons pourraient permettre de retirer toutes les hypothèses et de conclure sur le comportement de K_s. Ces mesures n'ont pas été effectuées dans le cadre de ce projet par manque de temps.

Finalement, tel que mentionné dans la section 4.4, l'absence de mesures de conductivité électriques des échantillons en fonction de la température représente une limitation importante dans l'analyse du mécanisme de relaxation intrinsèque. L'observation du comportement de la conductivité électrique en fonction de la température pourrait expliquer le comportement de la constante de Gilbert α observé dans cette étude. Ces mesures n'ont pas été effectuées dans le cadre de ce projet en raison des limites des capacités expérimentales actuelles du laboratoire.

5.3 Travaux futurs

Suite à la réalisation de ce projet de recherche, il est possible d'identifier des travaux futurs qui permettrait d'améliorer les performances du montage ou de compléter l'étude des couches minces de CoFeCrB. Premièrement, les travaux futurs les plus évidents et les plus pertinents sont en lien avec les mesures manquantes mentionnées dans la section 5.2.2, car elle pourraient permettre de conclure l'étude avec un plus grand degré de confiance. En effet, des mesures de conductivités électriques des échantillons en fonction de la température donneraient plus d'informations sur le comportement du mécanisme de relaxation intrinsèque selon la température. Ce mécanisme de relaxation est le plus important à connaître avec précision en raison de sa nature intrinsèque aux matériaux magnétiques. De plus, des mesures d'aimantation à saturation pourraient clarifier davantage le comportement de l'anisotropie de surface en fonction de la température. Ces mesures permettraient de conclure sur le comportement de l'anisotropie totale en fonction de la température dans des couches minces amorphes.

De plus, il serait très pertinent d'effectuer des mesures de résonance ferromagnétique à plus haute fréquence. En effet, des mesures à haute fréquence pourraient grandement améliorer les performances du montage en ajoutant des points bénéfiques à l'analyse des données et en augmentant la saturation de l'échantillon. Le montage est déjà capable de produire un champ magnétique externe nécessaire à des mesures à haute fréquence grâce à l'aimant supraconducteur. Certains composants RF sont aussi déjà adaptés pour des mesures jusqu'à 65 GHz tels que les connecteurs à l'interface de l'insertion et les câbles coaxiaux à l'intérieur de l'insertion. Cela dit, afin d'effectuer ces mesures entre 40 GHz et 65 GHz, il faudrait adapter considérablement le montage en remplaçant un bon nombre de composantes. Par exemple, des composantes à remplacer seraient : la source micro-onde, le circulateur, le câble coaxial entre le circulateur et l'insertion, l'adaptateur et la diode.

La prochaine étape naturelle au laboratoire est la réparation ou le remplacement de l'élément chauffant défectueux. Cette réparation permettrait de grandement simplifier le plan de mesures pour les prochains projets en évitant de devoir complètement redémarrer le système cryogénique une fois que l'insertion ait atteint 300 K. Aussi, un comportement normal de l'élément chauffant laisserait beaucoup plus de temps pour effectuer plus de mesures à différentes fréquences et températures.

Finalement, il serait intéressant de faire plus de tests avec la nouvelle interface de l'insertion conçue pour permettre une plus grande flexibilité à l'intérieur de l'insertion à température

variable. Par exemple, des mesures de résonance ferromagnétique avec une cavité micro-onde pourraient être essayées en raison du plus grand espace disponible. Des mesures en cavité pourraient permettre d'utiliser la méthode de détection utilisant l'analyseur de réseau vectoriel. Aussi, des guides d'onde pourraient potentiellement être installés à l'intérieur de l'insertion pour acheminer les micro-ondes afin de réduire les pertes. La flexibilité de cette nouvelle interface permet un plus grand nombre de combinaison de composants RF pour compléter le circuit micro-onde au cœur de l'aimant.

RÉFÉRENCES

[1] L. Landau et E. Lifshitz, "On the theory of the dispersion of magnetic permeability in ferromagnetic bodies," *Phys. Z. Sowjetunion*, vol. 8, n°. 153, p. 101–114, 1935.

[2] J. H. Griffiths, "Anomalous high-frequency resistance of ferromagnetic metals," *Nature*, vol. 158, n°. 4019, p. 670–671, 1946.

[3] C. Kittel, "On the theory of ferromagnetic resonance absorption," *Physical review*, vol. 73, n°. 2, p. 155, 1948.

[4] T. L. Gilbert, "A phenomenological theory of damping in ferromagnetic materials," *IEEE transactions on magnetics*, vol. 40, n°. 6, p. 3443–3449, 2004.

[5] C. Lacroix *et al.*, "Ferromagnetic resonance damping mechanisms in CoFeB thin films with Cr substitution," *Phys. Rev. B*, vol. 108, p. 094402, Sep 2023. [En ligne]. Disponible : https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.108.094402

[6] K. Oguz, "Spin transfer torque magnetisation switching in MgO based magnetic tunnel junctions," thèse de doctorat, Trinity College Dublin, 2010.

[7] J. Z. Sun, "Spin-current interaction with a monodomain magnetic body : A model study," *Physical Review B*, vol. 62, n°. 1, p. 570, 2000.

[8] A. G. Gurevich et G. A. Melkov, *Magnetization Oscillations and Waves*. CRC Press, 1996.

[9] J. Smit, "Ferromagnetic resonance absorption in $BaFe_{12}$ O_{19}, a highly anisotropic crystal," *Philips Res. Rep.*, vol. 10, p. 113–130, 1955.

[10] J. Lindner *et al.*, "Two-magnon damping in thin films in case of canted magnetization : Theory versus experiment," *Phys. Rev. B*, vol. 80, p. 224421, Dec 2009. [En ligne]. Disponible : https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.80.224421

[11] R. D. McMichael, D. J. Twisselmann et A. Kunz, "Localized ferromagnetic resonance in inhomogeneous thin films," *Phys. Rev. Lett.*, vol. 90, p. 227601, Jun 2003. [En ligne]. Disponible : https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevLett.90.227601

[12] K.-M. Lee *et al.*, "Temperature dependence of the interfacial magnetic anisotropy in W/CoFeB/MgO," *AIP Advances*, vol. 7, n°. 6, 2017.

[13] I. Hughes et T. Hase, *Measurements and their uncertainties : a practical guide to modern error analysis*. OUP Oxford, 2010.

[14] G. Lu *et al.*, "Temperature-and thickness-dependent dynamic magnetic properties of sputtered CoFeB/Ta bilayer films," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 753, p. 475–482, 2018.

[15] Y. Zhao *et al.*, "Experimental investigation of temperature-dependent Gilbert damping in permalloy thin films," *Scientific reports*, vol. 6, n°. 1, p. 22890, 2016.

[16] R. Sanders *et al.*, "Radiation damping in magnetic resonance. ii. continuous-wave antiferromagnetic-resonance experiments," *Physical Review B*, vol. 10, n°. 1, p. 132, 1974.

[17] G. Wende, "Radiation damping in FMR measurements in a nonresonant rectangular waveguide," *physica status solidi (a)*, vol. 36, n°. 2, p. 557–567, 1976.

[18] B. Heinrich, *Spin Relaxation in Magnetic Metallic Layers and Multilayers*. Springer Berlin Heidelberg, 2005, p. 143–210. [En ligne]. Disponible : https://doi.org/10.1007/3-540-27163-5_5

[19] V. Kamberskỳ, "On the Landau-Lifshitz relaxation in ferromagnetic metals," *Canadian Journal of Physics*, vol. 48, n°. 24, p. 2906–2911, 1970.

[20] M. Fähnle et C. Illg, "Electron theory of fast and ultrafast dissipative magnetization dynamics," *Journal of Physics : Condensed Matter*, vol. 23, n°. 49, p. 493201, 2011.

[21] B. Khodadadi *et al.*, "Conductivitylike Gilbert damping due to intraband scattering in epitaxial iron," *Physical review letters*, vol. 124, n°. 15, p. 157201, 2020.

[22] K. Gilmore, Y. Idzerda et M. D. Stiles, "Identification of the dominant precession-damping mechanism in Fe, Co, and Ni by first-principles calculations," *Physical review letters*, vol. 99, n°. 2, p. 027204, 2007.

ANNEXE A ÉVOLUTION DU LABORATOIRE DE MAGNÉTISME

Ce projet de recherche marque une évolution significative dans les capacités expérimentales au Laboratoire de Supraconductivité et Magnétisme de Polytechnique Montréal. En effet, ce projet a permis le développement complet d'un montage permanent et versatile de résonance ferromagnétique en fonction de la température. La figure A.1 montre l'évolution du laboratoire de magnétisme entre la livraison du système cryogénique de *Cryogenic Limited* en 2021 et la fin du présent projet de maîtrise en 2025.



(a) (b)

FIGURE A.1 (a) État du laboratoire de magnétisme lors de la livraison du système cryogénique en 2021. (b) État du laboratoire de magnétisme à la fin du présent projet de maîtrise en 2025.

ANNEXE B JUSTIFICATION DU NOMBRE D'ITÉRATIONS MONTE CARLO POUR L'ANALYSE D'INCERTITUDE

Une analyse de la méthode Monte Carlo a été effectuée afin de pouvoir choisir et justifier le nombre d'itérations adéquat M pour assurer la qualité des résultats tout en limitant le temps de calcul. Dans le cadre de cette analyse, la méthode Monte Carlo est comparée avec des résultats analytiques connus. Les résultats analytiques les plus simples sont les résultats de la régression linéaire. En effet, l'incertitude de la pente et de l'ordonnée à l'origine résultant d'une régression linéaire est bien connue [13].

Ainsi, pour débuter l'analyse, un ensemble de N points (x_i, y_i) suivant une distribution linéaire est généré avec une incertitude sur les points y_i. L'incertitude sur les points en y a été choisie comme étant $\alpha_{y_i} = 1$ par simplicité. Aussi, cette incertitude α_{y_i} suit une distribution normale. La fonction représentant le comportement des points est donc évidemment une droite, tel que

$$y(x) = mx + c \qquad \text{avec} \quad b_1 = m \quad \text{et} \quad b_2 = c \tag{B.1}$$

où les paramètres b_1 et b_2 sont les paramètres à trouver avec la méthode Monte Carlo. Ainsi, il existe des équations analytiques pour trouver la valeur de l'incertitude de la pente et de l'ordonnée à l'origine [13]. Ces résultats analytiques sont donnés par les équations

$$\begin{aligned} \alpha_m &= \alpha_{y_i}\sqrt{\frac{N}{\Delta}} \\ \alpha_c &= \alpha_{y_i}\sqrt{\frac{\sum_i x_i^2}{\Delta}} \\ \Delta &= N\sum_i (x_i - \overline{x})^2. \end{aligned} \tag{B.2}$$

Il est donc possible de calculer ces valeurs et de s'en servir comme valeur théorique de comparaison pour analyser la qualité de la méthode Monte Carlo en fonction du nombre d'itérations. Alors, la méthode Monte Carlo est appliquée sur l'ensemble de N points (x_i, y_i) généré plus tôt. Il est la noter que même si la fonction d'intérêt est une droite ici, la fonction $fitnlm$ de $Matlab$ a quand même été utilisé par soucis de transposition. Les valeurs optimales des paramètres b_1 et b_2 sont donc trouvées ainsi que leur incertitude. Une fois la méthode Monte Carlo complétée, il est possible de calculer l'erreur relative entre l'incertitude trouvée

avec la méthode Monte Carlo et celle trouvée avec les équations analytiques. L'erreur relative est calculée pour la pente et l'ordonnée à l'origine avec l'équation

$$\text{Erreur relative } [\%] = \frac{|\alpha_{b_1/b_2} - \alpha_{m/c}|}{\alpha_{m/c}} \times 100. \tag{B.3}$$

La méthode Monte Carlo a été effectuée avec un total de 5000 itérations et l'erreur relative a été calculée à chaque itérations. L'évolution des erreurs relatives des incertitudes en fonction des itérations est présentée dans la figure B.1.

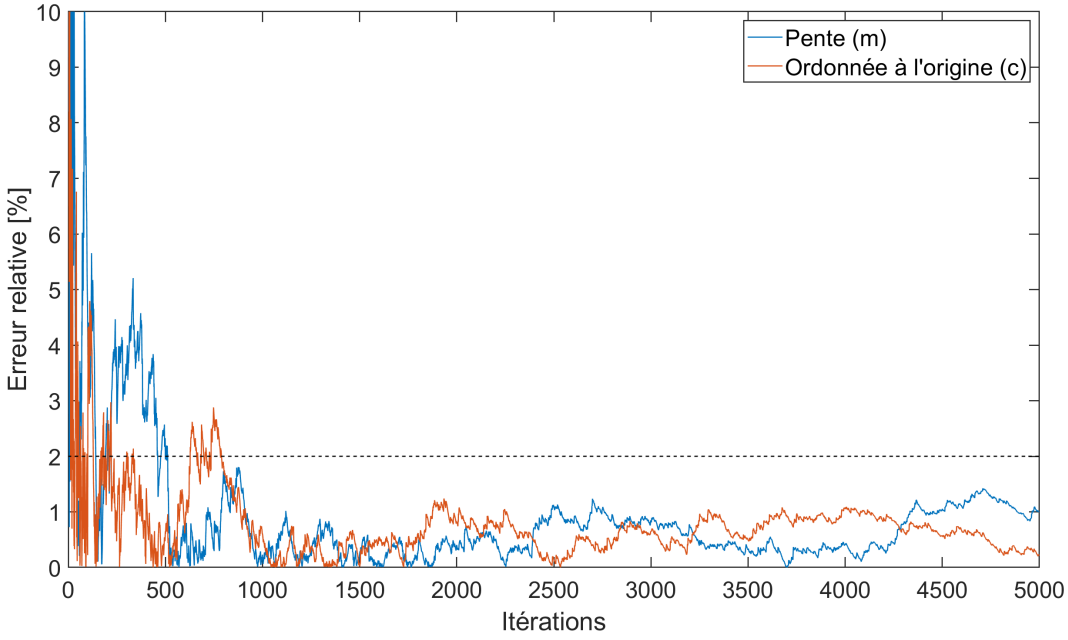


FIGURE B.1 L'erreur relative de l'incertitude de la pente et de l'ordonnée à l'origine en fonction du nombre d'itérations Monte Carlo.

Il est possible de constater que les erreurs relatives diminuent très rapidement dans les 500 premières itérations. Une contrainte arbitraire sur l'erreur relative a été de établie à 2% pour assurer la qualité des résultats. Il est possible d'observer dans la figure que les deux erreurs relatives sont sous la barre des 2% après 1000 itérations. Il est à noter que lors de cette analyse, les erreurs relatives sur la valeur de la pente m et de l'ordonnée à l'origine c ont aussi été calculées. Par contre, ces erreurs relatives n'ont pas été présentées, car elles étaient beaucoup plus faibles, soit environ 0.00005 % pour m et 0.007 % pour c. Ainsi, afin d'assurer la qualité des résultats provenant de la méthode Monte Carlo et de limiter le temps de calcul, le nombre d'itérations Monte Carlo idéal est de $M = 1000$.