

Laboratoire de Physique des Matériaux
Institut Jean Lamour

RAPPORT DE STAGE

Master 2
Physique et Chimie de la matière condensée

MAIRE Carole

Sujet :

**Etude des propriétés de magnéto-transport dans des films
de $\text{Sm}_{1-x}\text{Gd}_x\text{Al}_2$, un ferromagnétique sans aimantation.**

Responsable de stage :
K. Dumesnil

Rapporteurs :
M. Hehn
B. Lenoir

INTRODUCTION

L'électronique de spin est une technologie émergente qui exploite l'utilisation du spin de l'électron pour contrôler, analyser et véhiculer de l'information. La réalisation de « polariseur de spin sans aimantation » constitue actuellement un nouveau défi pour la recherche.

Le composé étudié $\text{Sm}_{1-x}\text{-Gd}_x\text{Al}_2$ (SGA) présente les caractéristiques requises pour le développement de tels dispositifs car il est le seul matériau connu à la fois ferromagnétique et d'aimantation nulle.

L'étude réalisée durant ce stage intervient dans le prolongement des premiers résultats obtenus sur les films épitaxiés de SGA durant la thèse de A.Avisou. Le but est d'approfondir les résultats expérimentaux et d'étendre cette étude aux propriétés de transport et de magnéto-transport des films épitaxiés de SGA. Dans un deuxième temps, nous avons abordé l'étude de structure plus complexes de types vanne de spin à base de SGA.

Le premier chapitre de ce rapport présente le contexte général concernant le composé étudié, à savoir comment il permet de générer un état compensé d'aimantation nulle ainsi que les résultats expérimentaux connus sur ce composé à l'état massif et sous forme de films minces. Ceci nous permet de présenter les objectifs de ce travail.

Le second chapitre est un chapitre théorique qui a pour but de rappeler les phénomènes physiques régissant le transport électronique dans les métaux ferromagnétiques.

Dans le troisième chapitre, on présente les systèmes qui ont été étudiés durant ce stage.

Le quatrième chapitre concerne les techniques expérimentales auxquelles on a eu recours pour réaliser des mesures d'aimantation et de résistivités.

Le cinquième chapitre expose les résultats expérimentaux obtenus concernant les propriétés magnétiques et de magnéto-transport dans les films épitaxiés de SGA ainsi que l'étude expérimentale de l'effet Hall.

Le sixième chapitre expose de même les propriétés magnétiques et de magnéto-transport mais dans les structures à base de SGA plus complexes que sont les vannes de spin dans le but d'observer un éventuel effet de magnéto-résistance géante.

I. SmGdAl_2 , un ferromagnétique d'aimantation nulle.

A) Contexte général.

Depuis une vingtaine d'année se développe une activité de recherche considérable sur l'électronique de spin basée sur l'utilisation du spin de l'électron comme paramètre supplémentaire par rapport à l'électronique classique ; il peut être contrôlé, analysé et peut véhiculer de l'information.

Un des aspects de cette « nouvelle science » est d'utiliser des polariseurs et analyseurs de polarisation, c'est-à-dire des matériaux magnétiques permettant de générer un courant d'électrons polarisé en spin. Néanmoins, il s'avère que l'utilisation de matériaux magnétiques pour de telles applications présente certains inconvénients car l'application d'un champ magnétique extérieur perturbe l'aimantation. Ainsi, l'idéal serait donc de disposer d'un matériau à la fois polariseur/analyseur de spin et sans aimantation.

La coexistence de ces deux propriétés au sein d'un même composé semble contradictoire, puisque la possibilité de polariser un courant est associée à un ordre ferromagnétique et que les composés ferromagnétiques sont connus pour présenter une aimantation.

Il convient de rappeler à ce stade :

- Les ferromagnétiques ont des moments parallèles entre eux et possèdent donc bien une polarisation des moments de spin mais l'aimantation associée n'est pas nulle
- Les antiferromagnétiques ont des moments couplés antiparallèles et possèdent bien une aimantation résultante nulle mais ils n'ont pas de polarisation de spin uniforme.
- Les ferrimagnétiques possèdent deux sous-réseaux magnétiques couplés antiparallèlement ce qui permet dans certains cas l'apparition d'une température de compensation, si les moments des sous réseaux ont même amplitude. L'aimantation résultante est bien nulle mais l'ordre de spin n'est pas uniforme (les deux sous-réseaux pointent dans des directions opposées).

La réalisation d'un matériau ferromagnétique sans aimantation nécessite d'aller au-delà de ces descriptions classiques des matériaux magnétiques. On expliquera dans la suite (paragraphe B) comment il est possible de concevoir un tel matériau.

B) Comment obtenir un ferromagnétique sans aimantation ?

a) Le composé SmAl_2 : un ferrimagnétique intrinsèque.

Le Sm est une terre-rare légère : sa couche $4f$ est moins qu'à moitié remplie ($n < 7$) ce qui conduit à un couplage spin-orbite antiparallèle. (moments de spin et orbital antiparallèles)

De plus, dans le Sm il y a un mélange entre le niveau fondamental et les premiers états excités qui sont très proches, ce qui conduit à une variation en température différente de L_{4f} et de S_{4f} .

Pour obtenir un ferromagnétique, l'idée est de s'appuyer sur le composé ferromagnétique à base de samarium $SmAl_2$, qui peut-être considéré comme un « ferrimagnétique intrinsèque ». Dans ce composé ferromagnétique, on conserve L et S antiparallèles ainsi qu'une variation thermique différente pour L et S comme l'indique la figure I.B1 ci-dessous.

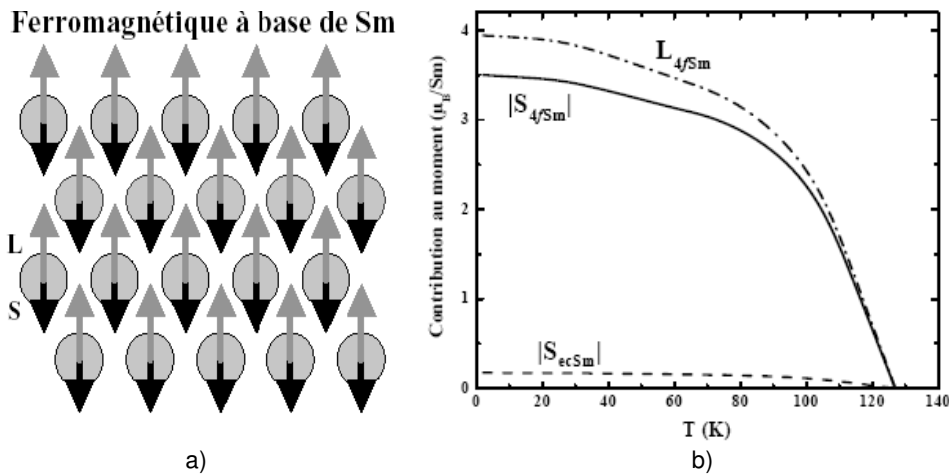


Figure I.B1 : Orientation des moments dans les composés ferrimagnétiques à base de Sm (a). Variations thermiques des composantes de spin et orbitales 4f su Sm ainsi que celles des électrons de conduction dans $SmAl_2$ (b).

Le moment de spin et le moment orbital, couplés antiparallèlement, sont presque compensés, mais le moment orbital reste dominant à toute température. On voit sur la figure I.B1 (b) que le moment de spin des électrons de conduction S_{ecSm} est très faible devant les composantes de spin et orbital du moment 4f. Néanmoins, ce moment de spin des électrons de conduction S_{ecSm} n'est pas négligeable devant le moment M_{4fSm} résultant sachant que $M_{4fSm} = L_{4fSm} - S_{4fSm}$. Il en résulte un $M_{total} = M_{4fSm} - S_{ecSm}$ (couplage antiparallèle) faible dans le composé $SmAl_2$.

On comprend aisément qu'il suffit d'une petite modification de M_{4f} ou de S_{ec} pour induire un état compensé pour lequel $M_{4f} = |S_{ec}|$

b) Générer un état compensé ferromagnétique.

On vient de voir que l'on a un état compensé quand $M_{4f} = |S_{ec}|$. De ce fait, l'obtention d'une température de compensation peut se faire en jouant sur deux facteurs :

- Soit par la modification de la contribution des électrons de conduction.
- Soit par le modification du moment 4f du Samarium.

Néanmoins, jusqu'à présent, aucun état compensé n'a pu être généré en modifiant la contribution des électrons de conduction dans un ferromagnétique à base de Sm.

La modification du moment 4f peut-être obtenue en substituant une très faible quantité d'atomes de Sm par un autre élément de terre rare. En effet, on rappelle que le couplage entre les moments de spin de deux terres rares est ferromagnétique. Ainsi, selon le choix de la terre-rare (légère ou lourde) substituée, on peut augmenter ou diminuer le moment 4f total.

Dans les composés $SmAl_2$, le moment total est dominé par la composante orbitale, c'est-à-dire : $|L_{4f}| > |S_{4f} + S_{ec}|$. Ainsi, il faut donc ajouter une contribution de spin pour induire une compensation dans ce composé.

Pour obtenir un tel état, une partie des ions Sm^{3+} (x %) a été substituée par des ions Gd^{3+} , qui est un ion S (L=0).

En tant qu'ion S, le Gd apporte deux contributions magnétiques de spin :

- Spin 4f : S_{4fGd}
- Spin 5d et 6s des électrons de conduction : S_{ecGd}

C) Le composé SGA à l'état massif.

Ce composé à l'état massif a été synthétisé pour la première fois par Adachi et al [1] qui ont ainsi obtenu un système compensé en substituant des ions Sm^{3+} par des ions Gd^{3+} . Ce composé a fait l'objet de nombreuses études récentes dont nous allons rappeler brièvement les principaux résultats.

Des mesures de champ hyperfin de l'aluminium par RMN [2] ont confirmé un couplage parallèle entre les moments de spin S_{4f} des deux terres rares. Ainsi, le moment magnétique du composé $Sm_{1-x}Gd_xAl_2$ est la somme de 5 composantes présentée sur la figure I.C1: quatre composantes de spin couplées parallèlement entre elles, et une composante orbitale provenant du Sm couplée antiparallèlement à la résultante de spin.

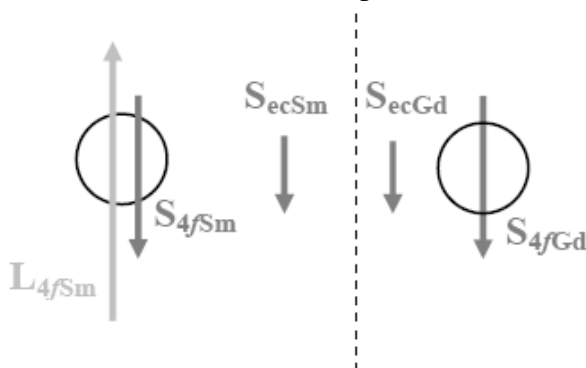


Figure I.C1 : Différentes contributions au moment magnétique dans un composé $Sm_{1-x}Gd_xAl_2$

L'ensemble des composés pour $x < 3.5\%$ montre un comportement atypique de la variation thermique de l'aimantation $M=f(T)$ avec l'existence d'une température de compensation. Cette température de compensation dépend de la teneur en Gd.

La diffusion magnétique Compton a montré l'existence d'un ordre ferromagnétique des spins des électrons de conduction à la température de compensation, des mesures de XMCD aux seuils $M_{4,5}$ du Sm et du Gd attestent un ordre à grande distance des spins 4f et des moments orbitaux.[3]

Du point de vue des propriétés de transport, on peut noter une étude de Chen et al [8]. Ils ont montré que la résistivité de Hall en température et sous champ présente un comportement tout à fait inhabituel attribué aux renversements des contributions L et S au voisinage de la température de compensation. Cet effet indique un changement du signe de l'effet Hall à la compensation. Finalement, ils mentionnent également une différence considérable entre les champs coercitifs extraits des cycles de résistivité et d'aimantation. Une différence d'anisotropie et de couplage pour les différentes contributions magnétiques pourrait expliquer un tel effet qu'il reste encore à confirmer.

D) Films minces épitaxiés de $SmGdAl_2$

Actuellement, on sait réaliser des films monocristallins épitaxiés de $Sm_{1-x}Gd_xAl_2$ sur un substrat de saphir [11 -2 0] recouvert d'une couche tampon de Nb [110]. [4]

La plupart des composés $Sm_{1-x}Gd_xAl_2$ réalisés correspondent à la substitution d'une faible quantité de Sm par Gd (inférieure à 10%).

Dans la gamme de composition utilisées, les conditions de réalisation des $Sm_{1-x}Gd_xAl_2$ sont les mêmes que celles pour les films de $SmAl_2$. Comme pour ces derniers, la direction de croissance dépend de la température de dépôt : [110] avec la coexistence de deux orientations dans le plan pour un dépôt à 620°C, et [111] monodomaine pour un dépôt à 510°C.

Les mesures d'aimantation macroscopique ont montré que la substitution d'une faible quantité des atomes de Sm par Gd conduit à l'apparition d'un état d'aimantation nulle dans les films de SGA épitaxiés [5], pour une température dite de compensation (T_{comp}). Par ailleurs, ils présentent un champ coercitif élevé et une anisotropie perpendiculaire, associée à une contribution d'origine magnétoélastique. Des mesures de dichroïsme magnétique circulaire des RX (XMCD), réalisées aux seuils $L_{2,3}$ du Sm et Gd, ont prouvé la persistance d'un ordre ferromagnétique à grande distance dans l'état magnétique compensé [6].

E) Objectifs de cette étude

L'objectif est d'étudier les propriétés de transport et de magnéto-transport dans les films de $SmGdAl_2$ afin d'approfondir la compréhension du comportement des films épitaxiés de SGA.

Rappelons que les résultats précédents obtenus sur les films épitaxiés SGA étaient exclusivement basés sur des mesures magnétiques et XMCD. Les mesures de magnéto-transport (magnétorésistance, effet Hall extraordinaire) doivent apporter des renseignements complémentaires.

Il semble en particulier intéressant de se pencher sur certains aspects observés dans le massif (inversion du signe de l'effet Hall, champs coercitifs différents entre les mesures magnétiques et de transport) pour ces films épitaxiés qui présentent une qualité cristalline bien supérieure. Par ailleurs, l'Effet Hall Extraordinaire est certainement un moyen efficace de sonder le renversement de l'aimantation dans de tels systèmes de faible aimantation.

Finalement, si l'on considère ces films de SGA potentiellement comme des polariseurs d'aimantation nulle, il est intéressant d'intégrer des structures plus complexes de type jonction tunnel et vanne de spin pour sonder la capacité de SGA à polariser un courant y compris, à la température de compensation. Pour cela, il faut examiner les propriétés de transport des films. Dans la logique de cette étude, nous nous sommes, dans un deuxième temps, intéressés aux propriétés des vannes de spin à base de SGA afin de répondre à la question d'un éventuel effet de magnéto-résistance géante.

Pour réaliser ce travail, on a effectué des mesures de résistivité longitudinales en température ainsi que des mesures de résistivité longitudinale et transverses sous champ. Pour corréler les mesures de transport sous champ au comportement magnétique, nous avons réalisé en parallèle une étude magnétique. Pour cela, on a fait des mesures d'aimantation en température et sous champ pour les différents films et les vannes de spin.

II. Le transport dans les métaux ferromagnétiques

A) Transport dans les métaux normaux (non magnétiques)

a) Origine de la résistance

Dans le cadre de la théorie des électrons presque libres [7], la conductivité électrique d'un métal s'exprime par :

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

où e est la charge de l'électron

v_F la vitesse des électrons au niveau de Fermi.

$N(E_F)$ la densité d'état électronique au niveau de Fermi.

τ est le temps moyen nécessaire aux électrons pour retrouver leur distribution d'équilibre après perturbation.

D'après la loi phénoménologique de Matthiessen [7], le temps de relaxation total utilisé dans l'expression de la conductivité (1) doit englober l'ensemble des modes de diffusion existant dans le matériau étudié. D'où l'expression :

$$\frac{1}{\tau} = \frac{1}{\tau_{\text{défauts}}} + \frac{1}{\tau_{\text{insertions}}} + \frac{1}{\tau_{\text{phonons}}} + \dots \quad (2)$$

Pour un métal non magnétique, le courant résulte du déplacement des électrons qui sont diffusés par les phonons (vibration des atomes du réseau) et les impuretés ou défauts. Ainsi, en première approximation, ces deux types de diffusion apportent chacune leur contribution à la valeur de la résistivité.

$\rho(T) = \rho_0 + \rho_g$ où ρ_0 est la résistivité résiduelle et $\rho_g(T)$ est la résistivité dans un métal pur résultant des interactions électrons-phonons. Cette loi est bien vérifiée [8] lorsque les probabilités de diffusion sont faibles, c'est-à-dire lorsque le libre parcours moyen est grand devant la distance interatomique.

b) Effet de la température

La résistivité résiduelle : ρ_0 résulte des défauts du réseau et des impuretés et est donc une constante quelle que soit la température.

En revanche, $\rho_g(T)$ dépend de la température.

Pour un métal, la résistivité croît linéairement avec la température dans un large domaine de températures « moyennes », c'est à dire dans une gamme de température de l'ordre de la température de Debye. En effet, le nombre de phonons augmentant linéairement avec T , la

diffusion des électrons par les phonons est une fonction croissante de T [9], et il en est donc de même pour la résistivité .

Cependant, à haute température ($T \gg$ Température de Debye), la résistivité présente généralement une courbure positive liée à l'anharmonicité des vibrations atomiques du réseau. Cet effet non linéaire conduit à une interaction entre les ondes élastiques qui s'interprète en terme d'interaction entre les phonons (diffusion phonons-phonons).

Aux basses températures ($T \ll$ Température de Debye), la résistivité est proportionnelle à T^5 . On peut noter que ce phénomène apparaît également dans les matériaux magnétiques.

c) Effet du champ magnétique

➤ Magnétorésistance

On désigne par magnétorésistance la variation de la résistance d'un matériau sous l'action d'un champ magnétique.

Par définition, la magnétorésistance est
$$MR = \frac{R(H) - R(H = 0)}{R(H = 0)}$$

Avec R la résistivité longitudinale.

Sous l'effet de la force de Lorentz, les électrons décrivent un arc de cercle autour du champ à la fréquence cyclotron $\omega_c = eB/(mc)$, ce qui allonge leur trajectoire totale relativement à celle parcourue parallèlement au champ électrique. Les électrons subissent alors plus de collisions avec les impuretés ou les phonons, d'où une augmentation de résistivité (magnétorésistance positive).

L'amplitude de la magnétorésistance augmente fortement lorsque la température diminue. Cela est dû au fait que le libre parcours moyen augmente quand la température diminue.

On retiendra donc que l'augmentation relative $\Delta R / R(H = 0)$ est d'autant plus grande que la résistance en champ nulle $R(H = 0)$ est plus faible, c'est-à-dire la température plus basse.

Pour un métal donné (non ferromagnétique), elle est régie par la loi de Kohler : ΔR varie en H^2 en champ faible, puis varie de manière linéaire ou sature pour des champs plus élevés.

Cet effet est observé aussi bien sur des métaux normaux que dans des métaux magnétiques.

➤ Effet Hall Ordinaire

Considérons que l'échantillon est un parallépipède conducteur de dimension L_x, L_y, L_z avec $L_z \ll L_x, L_y$.

On fait circuler un courant suivant la direction (Ox) et on applique une induction magnétique B orientée selon (Oz) comme le présente la figure II.A1.

Il apparaît alors une chute de tension aux bords de l'échantillon suivant (Oy), ce qui permet de définir une résistivité transverse ρ_{xy} .

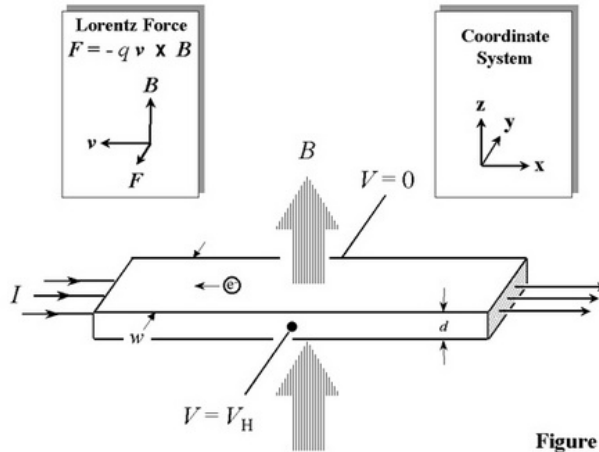


Figure 1

Figure II.A1 : Effet Hall ordinaire dans un métal non magnétique.

Dans un métal, la conduction est assurée par les électrons ou les trous. Considérons un électron. Lorsqu'un électron est injecté avec une vitesse $\mathbf{v} = v \cdot \mathbf{u}_x$, il est dévié par la force magnétique de Lorentz vers un des bords de l'échantillon. Il apparaît alors une accumulation de charges négatives sur un des bords de l'échantillon et de charges positives sur le bord opposé. Cette accumulation de charge crée un champ électrique transverse, appelée champ de Hall.

Le courant est lié à la densité de porteurs n et à leur vitesse v par la relation : $I = nqvL_xL_z$

On peut définir la résistance de Hall par le rapport $R_{xy} = \frac{V_y}{I} = \frac{B}{nqL_z}$.

La résistivité de Hall s'obtient en multipliant R_{xy} par l'épaisseur de l'échantillon, d'où

$$\rho_{xy} = R_{xy}L_z = \frac{B}{nq} = R_0B$$

- La résistivité transverse $\rho_{xy} = R_0B$ est proportionnelle à l'induction magnétique.
- Le coefficient $R_0 = \frac{1}{nq}$, appelée coefficient de Hall est indépendant de la température car la densité de porteurs est indépendante de la température dans les métaux.

B) Transport dans les métaux magnétiques.

Pour un métal magnétique, la résistivité comporte une contribution supplémentaire due à la diffusion des électrons de conduction sur les moments magnétiques.

La variation de la résistivité suit toujours la loi de Matthiessen[4] : $\rho(T) = \rho_0 + \rho_g(T) + \rho_m(T)$.

La présence du terme $\rho_m(T)$ par rapport à la partie A décrit les diffusions des électrons de conduction par le désordre dans l'arrangement des moments magnétiques.

a) Effet de la température

Dans les métaux normaux, on a vu que l'augmentation de la température génère des phonons susceptibles d'entraîner des diffusions inélastiques augmentant la résistance électrique du matériau.

Dans les ferromagnétiques, il a été démontré que **la contribution résistive des phonons était faible devant les excitations magnétiques nommées magnons.**

En effet, quand la température s'élève dans un ferromagnétique, il se crée des excitations de basses énergies, appelés ondes de spins, responsables de l'écartement local de la direction d'aimantation par rapport à la direction du moment magnétique global du matériau. Il apparaît une composante transverse de l'aimantation. Celle-ci se comporte d'un atome à l'autre comme une onde de spins. L'existence de magnons a un effet direct sur la résistance (chocs électrons- magnons). La présence de magnons dans un métal magnétique engendre le nouveau terme de résistivité dit « résistivité magnétique » : ρ_m contribuant à la résistivité totale.

Variation thermique du terme ρ_m :

- Pour des températures supérieures ou égales à la température d'ordre, ce terme ρ_m est indépendant de la température. En effet, la diffusion des électrons se produit avec des spins totalement désordonnés et il en résulte une saturation de la résistivité magnétique dans la gamme des hautes températures.
- Pour les basses températures ($T \ll T_{\text{Curie}}$), ρ_m diminue quand la température diminue car en dessous la température de Curie, l'augmentation de l'ordre magnétique quand la température diminue entraîne une diminution de la diffusion des électrons par les moments magnétiques

b) Effet du champ magnétique

➤ Magnétorésistance :

Pour rappel, on a vu que la MR et l'Effet Hall Ordinaire sont causés par la force de Lorentz agissant sur les électrons de conduction et que la MR ordinaire est une fonction parabolique du champ H^2 .

Par ailleurs, dans les matériaux magnétiques, l'effet du champ peut être indirect en agissant sur la direction d'aimantation. L'application du champ, en ordonnant les moments magnétiques peut-être ainsi à l'origine d'une diminution de la résistance et donc d'une MR négative.

Un autre effet indirect du champ est l'anisotropie de magnétorésistance.

➤ Anisotropie de Magnétorésistance : AMR

La résistivité dépend de l'angle entre la direction du courant et la direction de l'aimantation dans le ferromagnétique. On nomme cet effet anisotropie de magnétorésistance. (AMR). Il ne dépend pas de l'intensité du champ appliqué. La dépendance angulaire de la résistivité s'écrit : $\rho(\theta) = \rho_{\parallel} + (\rho_{\perp} - \rho_{\parallel}) \cdot \sin^2 \theta$

où θ est l'angle entre l'aimantation et le courant ; $\rho_{//}$ est la résistivité lorsque le courant circule parallèlement à l'aimantation et ρ_{\perp} celle lorsque le courant circule perpendiculairement à l'aimantation.

Pour expliquer ce phénomène, il faut considérer le modèle de conduction à deux courants et introduire la notion de couplage spin-orbite, qui induit une interaction entre le moment cinétique de spin d'un électron et son mouvement cinétique orbital. Dans le cas d'un métal de transition, le terme de couplage spin-orbite entraîne le mélange des états $d \uparrow$ et $d \downarrow$. Cela induit également la possibilité pour les électrons $s \uparrow (\downarrow)$ de passer dans un état $d \uparrow (\downarrow)$.

Les deux canaux de conduction ne sont plus totalement indépendants. On redéfinit alors la résistivité totale du conducteur ferromagnétique en ajoutant un nouveau terme $\rho \uparrow \downarrow$ caractéristique du mélange de spin qui augmente la résistance totale du matériau.

Or ce couplage n'est généralement pas isotrope et il est susceptible de créer un déficit de mélange dans le plan perpendiculaire à l'aimantation. On obtient ainsi des expressions différentes pour les résistivités dans la direction parallèle et dans les directions perpendiculaires à l'aimantation.

L'effet d'anisotropie de magnétorésistance est généralement de l'ordre du % (ou inférieur) mais peut atteindre des valeurs de 20% dans certains cas particuliers.

c) Effet Hall Extraordinaire

➤ Observations : [7]

Il a été observé dans les métaux ferromagnétiques que la résistivité de Hall est beaucoup plus grande que pour les métaux voisins non ferromagnétiques.

Par ailleurs, la résistivité de Hall ρ_{xy} décrit un cycle d'hystérésis dont la forme coïncide généralement avec celle du cycle d'aimantation perpendiculaire et dépend fortement de la température.

Dans un matériau ferromagnétique, on peut ainsi décomposer la résistivité de Hall en une partie ordinaire proportionnelle à H et une partie anormale proportionnelle à la composante perpendiculaire de l'aimantation M . (figure II.B1) : $\rho_{xy} = R_0 H + R_S 4\pi M$

R_0 et R_S sont appelés coefficients de Hall normal et anormal.

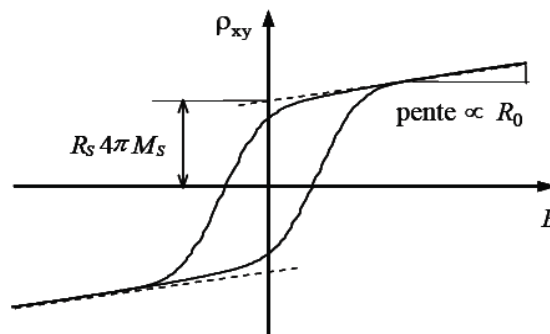


Figure II.B1 : Cycle d'Hystérésis de la résistivité de Hall pour un métal ferromagnétique

Contrairement à l'effet Hall ordinaire, l'Effet Hall Extraordinaire ne peut être expliqué en invoquant la déviation de porteurs par le champ magnétique. Cependant, l'ingrédient essentiel pour observer un champ électrique transverse dans l'échantillon reste la diffusion des électrons ou des trous dans un sens privilégié dépendant de l'orientation de l'aimantation.

Pour des matériaux ferromagnétiques composés de métaux de transition, les centres diffuseurs sont les électrons des bandes d des éléments magnétiques.

Pour les composés à base de terres-rares, les centres diffuseurs sont les électrons f portant des moments magnétiques localisés.

Trois principaux mécanismes peuvent conduire à un phénomène d'Effet Hall Extraordinaire : La **déflexion intrinsèque**, le « *Skew-scattering* » et le « *Side-Jump* ».

- **La déflexion intrinsèque : [11]**

L'application d'un champ électrique extérieur dans un solide conduit les électrons à acquérir une contribution « additionnelle » à la vitesse de groupe. Cette vitesse « supplémentaire » ou « anormale » est perpendiculaire au champ électrique. Dans le cas d'un métal ferromagnétique, la somme de la vitesse « anormale » sur tous les états occupés de la bande est non nulle impliquant une contribution à la conductivité de Hall.

Comme cette contribution dépend uniquement de la structure de bande et est largement indépendante de la diffusion, elle est considérée comme une contribution intrinsèque à l'Effet Hall Extraordinaire.

Dans la suite, on ne s'intéressera qu'aux mécanismes extrinsèques présentés ci-dessous.

- **La contribution « Skew scattering » :**

Cette contribution extrinsèque à l'effet Hall anormal s'explique par une probabilité différente pour la transition droite et gauche par rapport à la direction d'aimantation lors de la diffusion [12]. Ainsi, si nous considérons un champ magnétique selon l'axe z et un courant électrique selon l'axe x, l'asymétrie observée dans la diffusion génère un courant (donc une tension) le long de la direction de l'axe y qui va être compensé par la tension de Hall Anormal[11]. Cette asymétrie résulte d'un effet de couplage spin-orbite, c'est-à-dire une interaction entre les moments orbitaux des électrons de conduction et les moments de spins des électrons magnétiques. Elle domine à basse température et dans les alliages dilués.

La figure II.B2 illustre cette diffusion asymétrique des électrons de conduction résultant du terme de couplage spin-orbite.

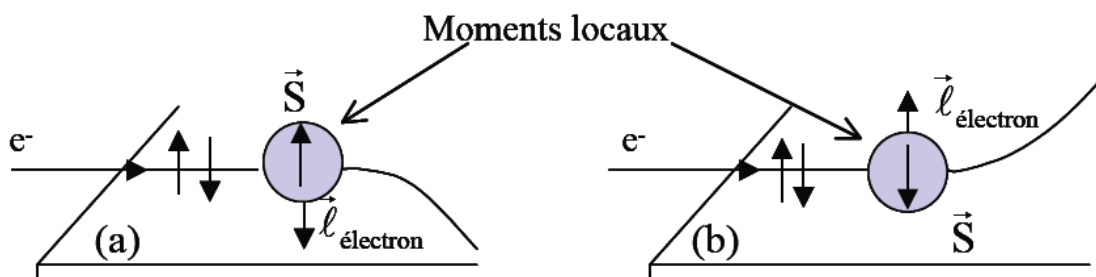


Figure II.B2 : Processus schématisés d'une déviation d'un électron s diffusant par exemple sur un électron d localisé portant un moment magnétique

- **La contribution « Side Jump » :**

Cette contribution peut être vue comme un saut du centre de gravité du paquet d'onde résultant d'une diffusion par un potentiel central (impuretés, phonons) en présence d'une interaction spin-orbite. En effet, en présence de ce couplage, non seulement les fonctions d'ondes électroniques sont modifiées, mais l'opérateur courant est renormalisé par un terme de courant dit anormal proportionnel au spin. Ainsi, cette modification formelle de l'opérateur courant correspond physiquement à un saut de côté du paquet d'onde électronique lors de chaque collision, d'où appellation de « Side-Jump ». Ce déplacement de l'ordre de 10^{-11} m est présenté sur la figure II.B3 [10][13].

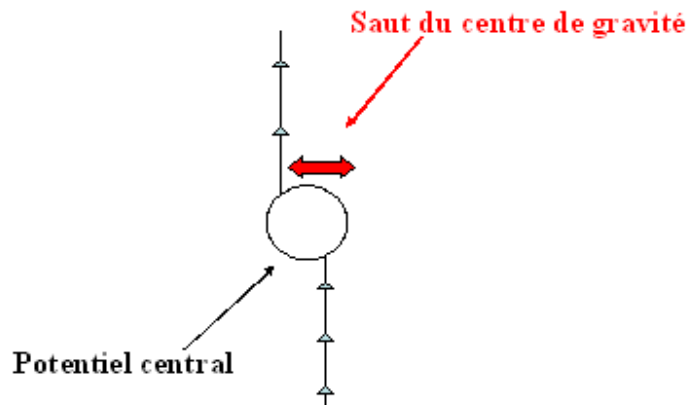


Figure II.B3 : Schéma du déplacement moyen d'un électron avant et après la diffusion par un potentiel central en présence du couplage spin-orbite par le mécanisme « Side-Jump »

Elle domine à haute température et dans les matériaux qui contiennent beaucoup d'impuretés. La distance entre les centres diffuseurs devient comparable à la longueur d'onde de Broglie, et il n'est donc plus possible d'appliquer la mécanique classique entre deux chocs. Ce mécanisme ne peut s'expliquer que par une théorie quantique contrairement au mécanisme évoqué précédemment [10].

La différence entre les deux mécanismes extrinsèques est reflétée dans la dépendance de chacun des termes en résistivité. L'importance relative des deux mécanismes dépend de la température et de la nature du désordre.

La théorie confirmée par l'expérience indique que le coefficient de Hall anormal R_S de skew scattering est linéaire en résistivité longitudinale alors que le coefficient R_S de side jump est quadratique en résistivité longitudinale. Ainsi, pour la plupart des systèmes cristallins, le coefficient extraordinaire de l'Effet Hall Anormal est relié à la résistivité par la relation suivante : $R_S = a\rho_{xx} + b\rho_{xx}^2$.

III. Les systèmes étudiés

A) Films de SGA.

La réalisation des films minces épitaxiés de composés de terres rares de type TRAl_2 comme le composé SGA est soumise à trois contraintes principales pour obtenir une bonne qualité cristalline :

- Les terres rares sont très réactives avec l'oxygène et la vapeur d'eau. Elles doivent donc être déposées sous un vide poussé de l'ordre de 10^{-11} Torr
- Afin d'obtenir le composé désiré, il est primordial de pouvoir contrôler précisément les vitesses d'évaporation de la terre rare et de l'aluminium.
- Enfin, pour une bonne épitaxie sur le substrat, il est nécessaire de pouvoir contrôler la température de substrat. Une température trop élevée peut provoquer des phénomènes de réévaporation ou d'interdiffusion. Au contraire, une température trop basse peut empêcher une bonne mise en ordre cristalline.

Ces contraintes justifient le choix de la technique d'épitaxie par jet moléculaire.

Le samarium est évaporé depuis une cellule d'évaporation et l'aluminium et le gadolinium depuis des canons à électrons. Les trois flux atomiques sont ajustés les uns par rapport aux autres dans les proportions choisies, lors d'une phase préliminaire d'étalonnage en utilisant un cristal de quartz inséré à la place de l'échantillon. En cours de fabrication du composé proprement dit, ce cristal de quartz est rétracté ; la vitesse d'évaporation depuis la cellule est alors maintenue stable par la puissance de son alimentation ; les vitesses d'évaporation depuis les canons sont régulées par l'utilisation de quartz et détecteurs optiques situés sur le parcours du flux atomique. Finalement, l'échantillon est mis en rotation pendant le dépôt afin de s'assurer une bonne homogénéité de composition sur toute la surface du substrat.

La figure I.A1 montre un film de SGA.

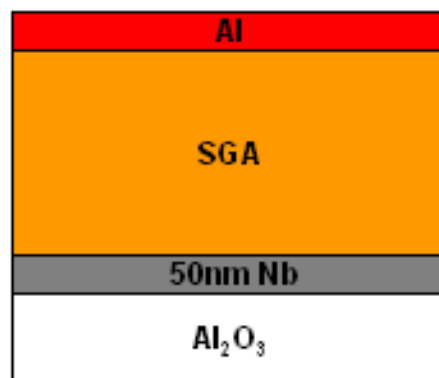


Figure I.A1 : Schéma des films de SGA étudiés durant de stage.

On reporte dans le tableau en figure I.A2 la liste des échantillons étudiés durant ce stage avec leurs épaisseurs respectives ainsi que la teneur nominale en Gd.

Nom de l'échantillon	Epaisseur (nm)	Pourcentage nominal de Gd (%)
SGA22	300	3
SGA43	300	3
SGA55	300	3
SGA44	500	3
SGA56	500	3
SGA25	1000	3
SGA29	1000	3

Figure I.A2 : Tableau récapitulatif de l'ensemble des films de SGA étudiés ainsi que leurs paramètres respectifs.

B) Vannes de spin.

Les vannes de spin sont fabriquées de la manière suivante : un film de SGA est élaboré dans l'enceinte d'Epitaxie par Jet Moléculaire comme cela a été expliqué précédemment. Une couche de 4nm de cuivre est ensuite déposée sur le film de SGA.

Cet échantillon est sorti de la MBE (Molecular Beam Epitaxy) et est introduit dans une enceinte de pulvérisation dans laquelle est déposée une multicouche $[\text{Co}(0.4\text{nm})/\text{Pt}(0.4\text{nm})]_4$ sur une partie de l'échantillon. Nous disposons ainsi du film SGA seul et d'une vanne de spin à base du même film de SGA. Ceci permettra l'analyse comparée des propriétés de ces deux systèmes.

Le schéma suivant de la figure III.B1 représente l'architecture d'une telle vanne de spin.

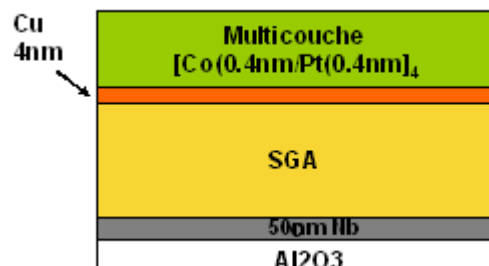


Figure III.B1 : Représentation schématique d'une vanne de spin

Les deux vannes de spin ont été obtenues à partir des films de SGA22 et de SGA29 d'épaisseurs respectives de 300nm et 1000nm.

C) Caractérisation structurale.

Les propriétés structurales des échantillons ont été caractérisées par diffraction de rayons X aux grands angles à l'aide du diffractomètre Xpert PRO MRD disponible au laboratoire.

Deux types de spectres ont été collectés :

-mode spéculaire $\theta/2\theta$ avec le vecteur de diffusion perpendiculaire au plan du film. Cette géométrie permet de déterminer la direction de croissance des films et la présence éventuelle de phases parasites.
 -scan en (ω) (rotation de l'échantillon) autour d'un pic de Bragg donnée. Ceci permet de déterminer la « mosaïcité » du film, c'est-à-dire la dispersion d'orientation du film autour de la direction de croissance.

A titre d'exemple, le figure III.C1 présente les spectres ($\theta/2\theta$) obtenus pour les films SGA25, SGA29 et SGA55.

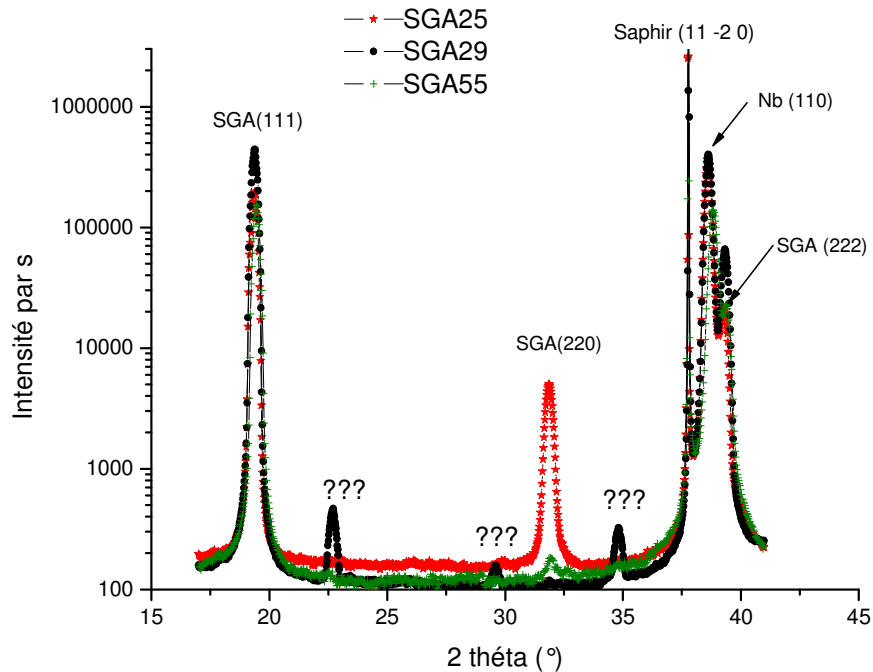


Figure III.C1 : Spectres de diffraction de rayons X aux grands angles mesurés pour trois films de SGA : étoile rouge : SGA25, rond noir : SGA29 et croix verte : SGA55.

Ces trois spectres présentent les pics de diffraction associés au substrat du saphir (11 -2 0), à la couche tampon de Nb(110) et au film de SGA épitaxié selon la direction (111)

Néanmoins, on peut aussi noter certaines différences entre ces films : le SGA55 ne présente pas d'autres contributions que celle mentionnées ci-dessus et attendues des conditions d'élaborations. En revanche pour le SGA25, il apparaît qu'une partie non négligeable du film SGA est épitaxié selon la direction [110] ; par ailleurs, de faibles contributions parasites, non identifiées pour le moment, sont présentes dans SGA29.

Dans l'ensemble, cette analyse a montré que pour l'ensemble des films étudiés pour ce stage, la direction de croissance [110] est largement minoritaire ou totalement absente et que la présence de contributions parasites est aussi très limitée. Les cas des films SGA25 et SGA29 présentés ici sont les exemples où la contribution [110] et les contributions parasites sont les plus importantes.

Les mesures de « rocking curve » indiquent que la mosaïcité des films épitaxiés est de l'ordre de 0.5° ce qui confirme la bonne épitaxie du système

IV. Les techniques expérimentales

Deux techniques expérimentales ont été utilisées durant ce stage pour étudier les propriétés magnétiques et de magnéto-transport dans les composés de SGA.

A. Caractérisation magnétique

a) Principe

Les mesures d'aimantation ont été réalisées à l'aide d'un magnétomètre à SQUID Quantum Design, équipé de bobines supraconductrices pouvant développer un champ magnétique vertical de 7 Teslas. Les mesures peuvent être effectuées en température entre 1.7K et 400K. Cependant, nous avons restreint nos mesures à des températures comprises entre 12K et 300K car le Nb est supraconducteur.

Le magnétomètre à SQUID est un détecteur de champ magnétique très sensible : La sensibilité de mesure est de 10^{-8} emu, autorisant ainsi des mesures sur des composés d'aimantation très faible. C'est pourquoi, il s'impose depuis sa découverte comme le magnétomètre le plus sensible actuellement disponible. Il est basé sur un détecteur supraconducteur qui est nommé "SQUID" (Superconducting Quantum Interference Device : détecteur supraconducteur à interférence quantique).

Il s'agit d'un anneau supraconducteur avec une ou deux zones normales de faibles épaisseurs. Le principe de fonctionnement est basé sur l'effet tunnel des porteurs du courant supraconducteur (l'effet Josephson) soumis à un champ magnétique à travers ces zones normales (dites jonctions normales ou liaisons faibles). Cet anneau est un instrument très sensible pour la détection de très faibles changements de flux magnétiques.

b) Traitement des données

Les aimantations mesurées pour les composés étudiés durant ce stage sont relativement faibles, ce qui nous contraint à corriger les valeurs brutes mesurées de toutes les contributions parasites qui ne correspondent pas à l'aimantation du SGA (diamagnétisme du substrat, de la paille dans laquelle est inséré l'échantillon...). Pour cela, on soustrait systématiquement des mesures expérimentales l'aimantation obtenue à $T=150K$. La température de Curie du composé SGA étant inférieure à 150K. Cette mesure peut-être en effet considéré comme le « bruit de fond ».

L'aimantation mesurée au SQUID est obtenue en emu. Afin de comparer les films entre-eux, il est nécessaire de travailler avec une aimantation par unité de volume, c'est-à-dire en unité : emu/cm^3 . Pour déterminer le volume des différents films étudiés, on a scanné les échantillons. Puis l'utilisation du logiciel Image J nous a permis de déterminer la surface avec une précision de l'ordre de $0.3 mm^2$. pour des échantillons de surfaces de $20mm^2$ environ. Ainsi, connaissant l'épaisseur des films, on peut calculer le volume et en déduire l'aimantation par unité de volume.

B. Mesures des propriétés de magnéto-transport

*Les propriétés de magnéto-transport ont été étudiées à l'aide de l'appareil PPMS de Quantum Design : **Physical Property Measurement System**, qui est très polyvalent permettant d'accéder à de nombreuses propriétés physiques importantes pour permettre de caractériser les matériaux. Ces propriétés incluent la résistivité, la résistivité de Hall. Cet appareil nous permet de faire des mesures sous des champs allant jusqu'à + 7 Teslas et la gamme de température étudiée s'étend de 20K à 300K.*

On mesure simultanément la résistivité et la résistivité de Hall pour une même température et pour un même champ. Ces mesures sont effectuées en mode AC avec un courant et une fréquence que l'on peut choisir. La majorité des mesures ont été réalisées en injectant un courant de 10 mA avec une fréquence de 31Hz.

Les mesures de résistivité et de résistivité de Hall au PPMS nécessitent une première étape de connexion électrique des échantillons.

On a utilisé deux techniques de préparation des échantillons dont on explique brièvement le principe ci- dessous :

- **Couche pleine**

La première technique consiste à coller les contacts électriques avec une résine conductrice (résistante à basse température) après avoir gratté la surface de l'échantillon. Cette résine conductrice constituée de polymère nécessite d'être chauffée pendant une heure à une température de 150°C pour durcir.

Les contacts sont réalisés avec du fil de cuivre et disposés sur la surface comme le présente la figure IV.B1.

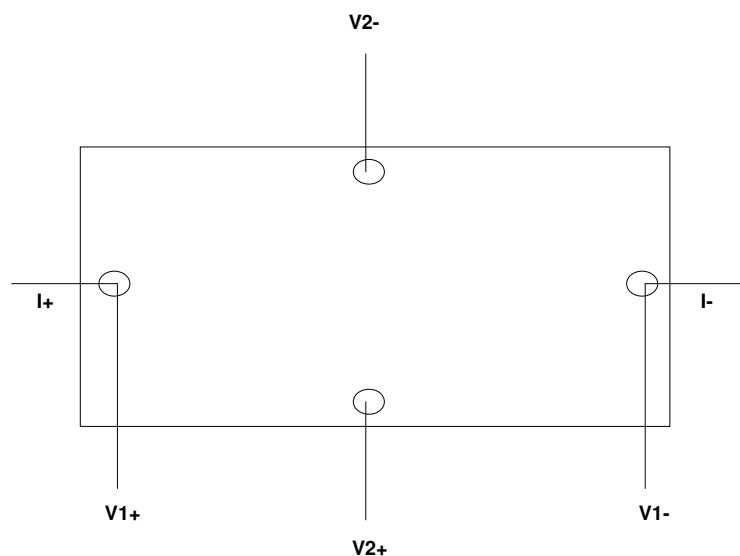


Figure IV.B1 : Schéma des contacts électriques déposés sur la surface préalablement grattée avec une résine conductrice pour un échantillon couche pleine.

Ensuite, l'échantillon est collé avec de la laque d'argent ou de la colle super glue sur le chip. Enfin, les fils de cuivre reliés à l'échantillon sont soudés sur les plots du chip. La figure IV.B2 ci-dessous présente un film de SGA ainsi préparé.

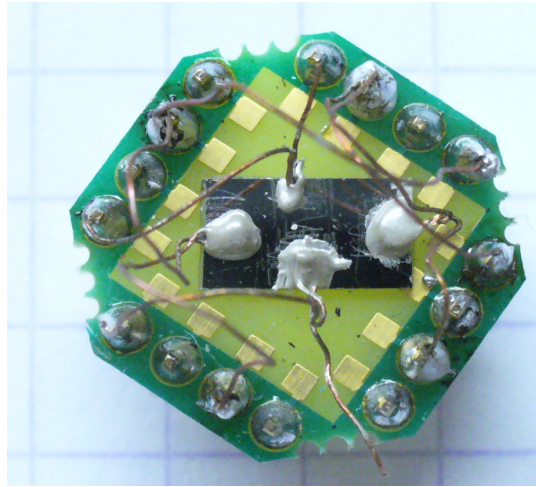


Figure IV.B2 : Photo d'un film de SGA « couche pleine ».

Enfin, le chip est connecté à un support qui peut être introduit dans le cryostat et permet le contact avec le PPMS. Le support utilisé est prévu pour appliquer un champ magnétique H perpendiculaire au plan de l'échantillon.

Cette technique est relativement simple et rapide. Néanmoins, avec cette technique, on ne maîtrise pas la géométrie des contacts (distance entre contacts et alignement). Par conséquent, on est toujours susceptible de mesurer une contribution longitudinale pour la résistance transverse et inversement pour la résistance longitudinale.

C'est pour ces raisons que nous avons eu aussi recours à la seconde technique qui consiste à graver la couche pleine pour définir un motif parfaitement contrôlé.

- **Lithographie UV**

La réalisation d'un échantillon lithographié nécessite plusieurs étapes. La figure IV.B3 ci-dessous récapitule les différentes étapes.

Tout d'abord, on dépose une résine positive photosensible (image 1).

Cette résine est ensuite insolée par un faisceau UV à travers un masque qui définit la forme des structures désirées.(image 2)

Lorsque l'on développe, les parties insolées de la résine partent (image 3)

Puis, on dépose alors un métal qui servira de masque Al dur aux endroits où la résine a été insolée.(image 4).

Enfin, on procède à l'étape de lift-off qui consiste à enlever le reste de résine. On obtient ainsi le film mince recouvert des motifs souhaités en masque dur constitué d'Aluminium (image 5) Ces motifs sont ensuite reportés dans le film mince par une étape de gravure ionique qui consiste à graver physiquement l'échantillon en le bombardant d'un faisceau d'ions argon accélérés. (image 6). Ainsi, on enlève le film de SGA où il n'y a pas de masque et on s'arrête

dans le substrat de saphir. Là où le masque a été déposé, c'est celui-ci qui s'use, laissant intact en dessous le film de SGA.

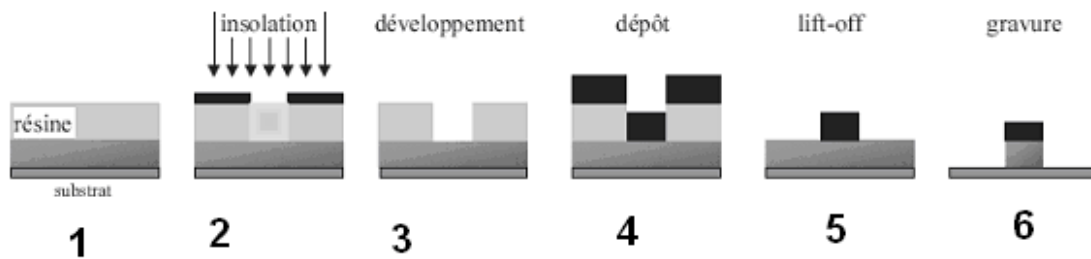


Figure IV.B3 : Schéma de la technique de gravure ionique avec utilisation d'un masque métallique.

On obtient ainsi le motif désiré. Le masque utilisé présente plusieurs motifs pour réaliser des mesures de transport. En ce qui nous concerne, nous avons utilisé pour nos mesures le motif croix de Hall que l'on découpe à l'aide d'une scie à fil diamantée.

Une fois découpé, le motif choisi est collé sur un chip. Il est ensuite connecté avec des fils d'or par le technique du wire-bonding.

Une seconde étape de lithographie permet de déposer les contacts électriques de Titane/Or.

On présente sur la figure IV.B4 le schéma des contacts électriques utilisés pour le motif croix de Hall.

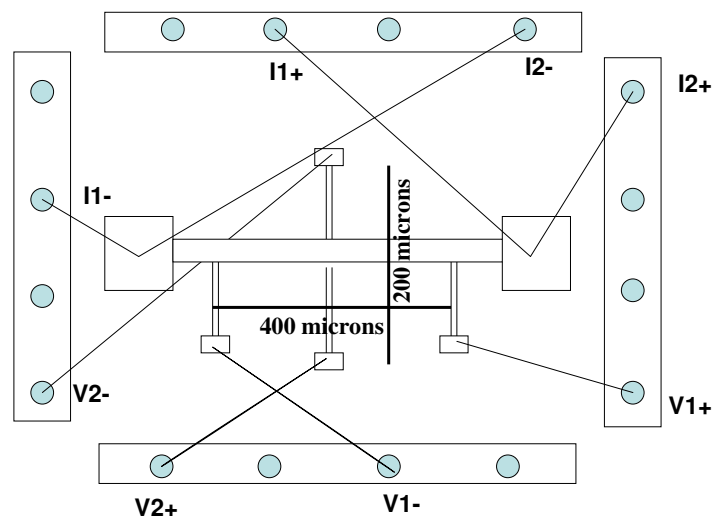


Figure IV.B4 : Schéma des contacts électriques dans le motif croix de Hall utilisé pour faire des mesures de résistivité et de résistivité de Hall au PPMS.

Le tableau IV.B5 indique la procédure utilisée pour les différents films de SGA étudiés.

Lithographie optique	Couche pleine
SGA29	SGA22
SGA44	SGA25
SGA55	SGA44
(SGA43)	SGA55
Vanne de spin SGA22/cu/[Co/Pt] ₄	SGA56
Vanne de spin SGA29/cu/[Co/Pt] ₄	

Tableau IV.B5 : Procédure utilisée pour les différents échantillons mesurés au PPMS

V) Propriétés magnétiques et de magnéto-transport dans les films épitaxiés de SGA

Nous présentons dans un premier temps, les mesures réalisées en température, à savoir la variation thermique de l'aimantation puis celle de la résistivité. Dans un second temps, nous analysons le renversement d'aimantation sous champ et son incidence sur la résistivité de Hall. Ceci nous amène à étudier un peu plus en détail l'Effet Hall dans ces films épitaxiés de SGA, en particulier les coefficients de Hall Ordinaire et Extraordinaire.

Enfin, nous présentons l'effet du champ sur la résistivité longitudinale, à savoir la magnétorésistance des films, en examinant en particulier comment elle est affectée par le renversement d'aimantation.

A) Comportements thermo-magnétiques des films minces de SGA.

Les mesures au magnétomètre à SQUID nous permettent d'obtenir dans un premier temps l'aimantation en fonction de la température : $M=f(T)$. Les mesures ont été réalisées sous champ nul ($H=0$) en chauffant le film de $T=12K$ à $T=150K$, après refroidissement préalable sous un champ de $H=7T$ appliqué suivant la direction perpendiculaire au plan du film.

Ces mesures nous renseignent sur la dépendance en température de l'aimantation et nous permettent de mettre en évidence l'état compensé et d'accéder à la température de compensation (T_{comp}) dans les différents films de SGA.

a) Variations thermiques expérimentales obtenues dans les films de SGA

On présente sur le graphe V.A1 les courbes obtenues pour les différents échantillons. L'aimantation mesurée est reportée en emu/cm^3 .

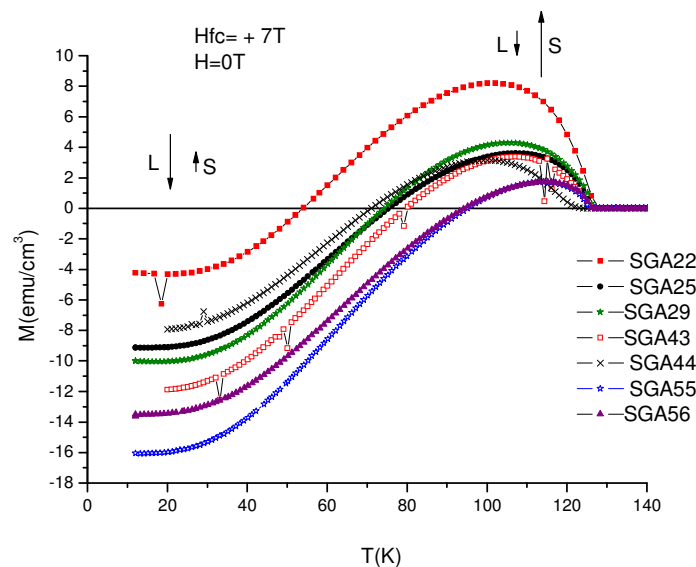


Figure V. A1 : Variation thermique de l'aimantation en emu/cm^3 mesurée au SQUID dans les différents films de SGA.

Pour l'ensemble des films mesurés, nous pouvons observer que :

- Tous les films possèdent la même température de Curie, à savoir $T_c=126\text{K}$. La littérature mentionne une température de curie de l'ordre de 127K dans le massif [9].
- Il existe une température de compensation, c'est-à-dire une température où l'aimantation est nulle.
- L'allure de la variation thermique de l'aimantation est différente de la forme classique attendue pour un ferromagnétique. L'aimantation est négative pour les températures inférieures à la température de compensation et elle est positive au dessus de la température de compensation. Pour les températures inférieures à la température de compensation, l'aimantation est donc opposée au champ de refroidissement. Le champ de refroidissement de 7 T n'est pas suffisant pour retourner l'aimantation en dessous de la température de compensation. L'aimantation est négative car pour $T < T_{\text{comp}}$, la contribution orbitale, opposée au champ de refroidissement, devient dominante.

On peut aisément expliquer l'allure de la courbe à partir des différences de variation thermique des contributions M_{4f} et S_{ec} comme le présente la figure V.A2. Le moment M_{4f} est supérieur à S_{ec} pour $T < T_{\text{comp}}$. Cependant, la diminution plus rapide en température du moment M_{4f} par rapport à S_{ec} conduit à une inversion de cette dominance à la température de compensation, de telle sorte que pour $T > T_{\text{comp}}$, la composante de spin S_{ec} devient dominante.

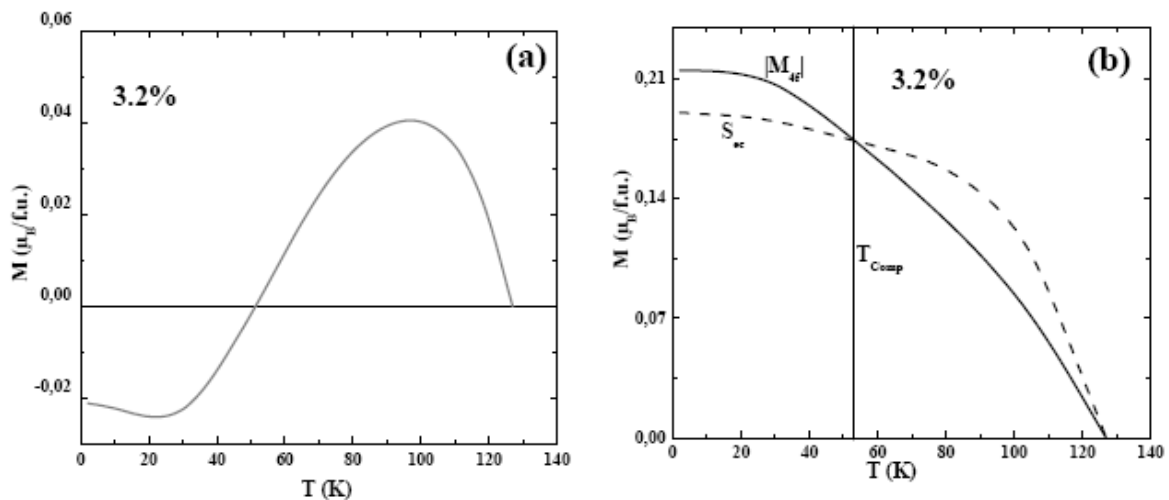


Figure V.A2 : A gauche (graphe a) : Aimantation calculée en fonction de la température pour un composé SGA de teneur 3.2% ; à droite (graphe b) : contributions séparées de M_{4f} (trait continu), et de S_{ec} (tirets).

On reporte dans le tableau ci dessous (Tableau V.A3) les températures de compensation obtenues pour les différents échantillons présentés dans la figure V.A1.

Nom du film	Température de compensation (K)	Épaisseur du film (nm)
SGA22	54	300
SGA25	75	1000
SGA29	74	1000
SGA43	78	300
SGA44	71	500
SGA55	94	300
SGA56	95	500

Tableau V.A3 : Tableau récapitulatif présentant la température de compensation pour les différents films évaluées d'après les courbes $M=f(T)$ sous champ nul.

Par soucis de clarté, dans la suite de ce rapport, nous nommerons les échantillons SGA(T_{comp} , épaisseur).

b) Détermination de la teneur en Gd dans les différents échantillons

Les compositions nominales attendues en Gd sont de 3% pour tous les échantillons. En revanche, l'apparition d'une température de compensation différente pour les différents films laisse supposer que cette teneur n'est pas la même pour tous les films.

On connaît les valeurs d'aimantation à basse température qui sont : $0.26 \mu_B / f.u$ (par unité formulaire) pour $SmAl_2$ et $7.25 \mu_B / f.u$ pour $GdAl_2$.

Donc, en première approximation, le moment à saturation de $Sm_{1-x}Gd_xAl_2$ à basse température peut s'écrire en fonction de la teneur x en Gd.

$$M_{sat} (\mu_B / f.u) = 0.26.(1-x) - 7.25.x$$

Cette valeur d'aimantation à saturation M_{sat} en $\mu_B / f.u$ est reliée à l'aimantation M obtenue au SQUID à basse température sous champ nul par la relation ci-dessous :

$$M_{sat} = \frac{10^9.M.3}{S.e.c.\mu_B}$$

avec S, la surface de l'échantillon en mm^2

e, l'épaisseur en nm

c, la densité atomique tel que $c = 4.79.10^{22} at / cm^3$

$\mu_B = 9.274.10^{-21} emu$

On obtient ainsi pour chaque échantillon de $Sm_{1-x}Gd_xAl_2$ la teneur x en % de gadolinium présent. On reporte dans le tableau qui suit (Tableau V.A4) les résultats expérimentaux obtenus pour chaque échantillon ainsi que la température de compensation associée.

Nom de l'échantillon	Epaisseur (nm)	Tc (K)	x (%)
SGA 22	300	54	3.08
SGA 25	1000	75	2.63
SGA 29	1000	74	2.58
SGA43	300	80	2.39
SGA44	500	71	2.75
SGA 55	300	94	1.74
SGA 56	500	95	2.23

Tableau V.A4 : Tableau récapitulatif de la teneur en Gd substituée dans les différents films de SGA ainsi que la température de compensation associée.

On observe une certaine dispersion sur le pourcentage de Gd par rapport à la teneur nominale. Ceci montre qu'il est difficile de contrôler parfaitement ce paramètre dans les conditions d'élaboration actuelles.

On reporte les résultats expérimentaux obtenus sur le graphe ci-dessous (figure V.A5) représentant la température de compensation en fonction de x.

A titre de comparaison, on reporte également sur ce graphe les résultats obtenus dans la littérature pour le composé massif [14].

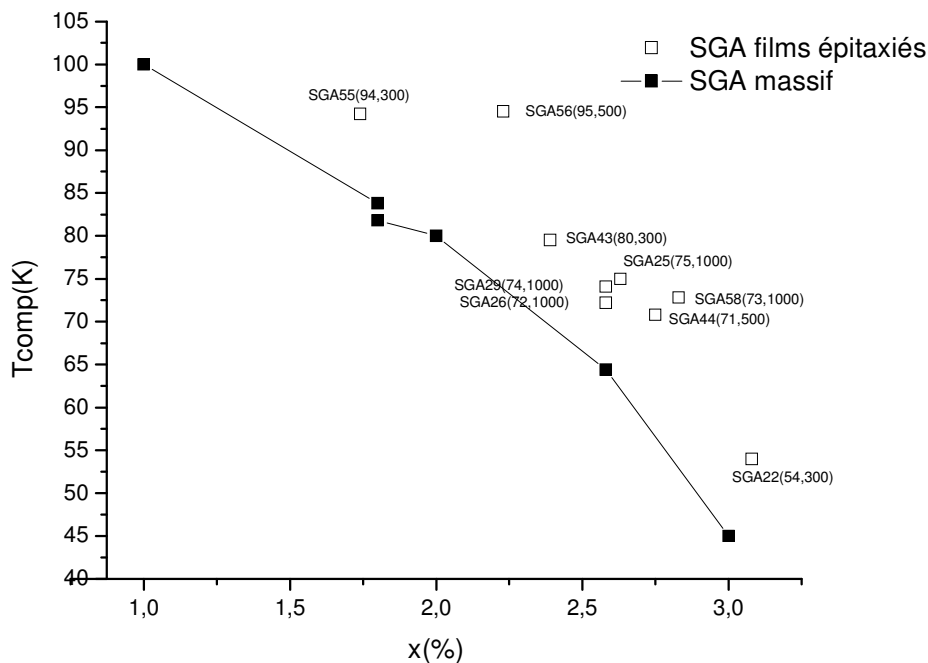


Figure V.A5 : Variation de la température de compensation en fonction du pourcentage de Gd : pour les différents films étudiés (carrés vides) et pour le composé SGA massif (carrés pleins).

On remarque que la température de compensation diminue rapidement quand la concentration de Gd augmente. Cette évolution se comprend bien à partir de la figure V.A2, qui montre que la diminution du moment M_{4f} (consécutif à une augmentation de S_{4fGd}) et l'augmentation de S_{ec} (due à la contribution S_{ecGd}) entraîne une diminution de T_{comp} .

On note également que les températures de compensation du composé massif sont pour une même teneur x inférieures à celles des films étudiés. Ce constat a déjà été établi dans la littérature [14] mais l'origine de cette différence n'est pas claire à ce jour. Elle est peut-être simplement liée à l'incertitude sur la concentration en Gd des composés substitués. En effet, pour les valeurs considérées pour le composé massif, les auteurs ne mentionnent pas la méthode utilisée pour déterminer le pourcentage de Gd.

B. Variation thermique de la résistance longitudinale.

On va présenter dans cette partie les variations thermiques de la résistance longitudinale notée ρ . Comme pour l'étude de l'aimantation en fonction de la température, l'ensemble des mesures a été réalisé sous champ nul en chauffant l'échantillon, après refroidissement sous un champ de 7T appliqué perpendiculairement au plan du film.

On présente en figure V.B1, la résistivité électrique longitudinale en fonction de T obtenue dans différents films de SGA.

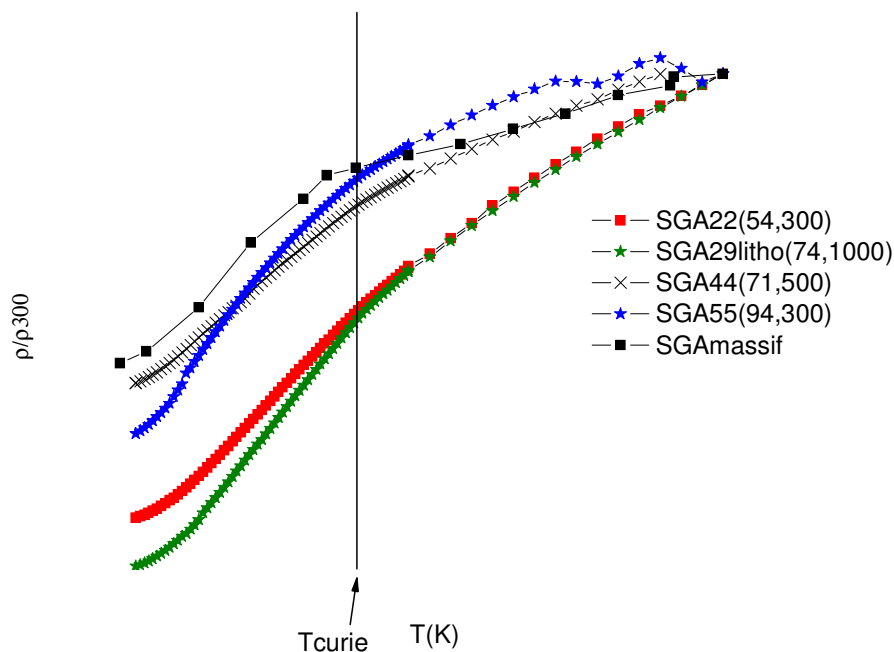


Figure V.B1 : Variation thermique de la résistivité longitudinale normalisée à la valeur mesurée à 300K pour quatre films de SGA. Les résultats du composé massif [9] sont représentés par un carré plein.

On remarque que les variations thermiques normalisées sont assez similaires entre-elles et à celle du composé massif avec :

- une variation linéaire à haute température due à la variation des phonons en température.

- une réduction plus importante pour $T < T_c$ en raison de la présence du désordre magnétique. En effet, à basses températures ($T < T_c$), la diffusion dominante est la diffusion électron- magnon qui est proportionnelle à T^2 [7].

En revanche, la rupture de pente observée dans le composé massif à T_c n'est pas clairement mise en évidence dans les films épitaxiés. On peut par ailleurs constater qu'il n'existe pas d'anomalies de résistivité à la température de compensation de ces films.

Notons cependant que ces remarques restent extrêmement qualitatives. En effet, il est difficile de comparer les valeurs absolues mesurées étant donné la résistance de contact à prendre en compte pour les films mesurés en couche pleine et l'estimation grossière de la distance entre ces contacts.

Par ailleurs, nous devons garder à l'esprit la présence de la couche tampon de Nb sachant que le Nb massif a une résistivité d'environ $15 \mu\Omega.cm$, il est susceptible d'introduire une résistance en parallèle dans ces mesures.

A titre indicatif, nous pouvons cependant déterminer la résistivité obtenue à 300K pour le film SGA29 qui a été lithographié : Cette mesure correspond donc à une réelle mesure 4 points pour un barreau de dimension contrôlée.

A titre informatif, on répertorie dans le tableau ci-dessous (V.B2) quelques valeurs de résistivité à 300K pour des métaux couramment rencontrés.

Element	Résistivité à T=300K (μ ohm.cm)
Argent	1.6
Cuivre	1.7
Or	2.2
Aluminium	2.7
Fer	10.4
SGA29litho(74,1000)	41.9
SGAmassif	130

Figure V.B2 : Tableau répertoriant les valeurs de résistivité à T=300K dans quelques métaux classiques. On donne aussi la résistivité à T=300K dans le film de SGA29litho(74,1000) à titre comparatif.

C. Renversement d'aimantation sous champ dans les films de SGA

Dans le but de comprendre les propriétés magnétiques et les propriétés de magnéto-transport des films de SGA sous champ, une grande partie de ce stage a été consacrée aux mesures de cycles en champ à différentes températures et pour les différents échantillons. On a donc effectué en parallèle des mesures d'aimantation et de résistivité.

a) Processus de renversement d'aimantation

Les termes énergétiques qui gouvernent le renversement d'aimantation dans un matériau magnétique sont principalement : L'énergie Zeeman et l'énergie d'anisotropie.

L'énergie Zeeman s'exprime comme $E_{zeeman} = -\vec{m} \cdot \vec{H}$. Cette énergie tend à aligner l'aimantation parallèlement au champ magnétique externe.

L'énergie d'anisotropie peut avoir différentes origine : énergie magnétocristalline, énergie magnétoélastique, anisotropie de forme... Dans les films de SGA, il a été montré que c'est l'énergie d'anisotropie magnétoélastique qui est responsable de l'anisotropie perpendiculaire.

Le renversement se produit lorsque le champ est suffisant pour que la contribution Zeeman permette de franchir la barrière d'énergie liée à l'anisotropie.

Les processus de renversement d'aimantation sont essentiellement liés à la présence de défauts locaux. Ainsi, il est bon de rappeler que la coercivité n'est pas une propriété intrinsèque mais est étroitement liée à la présence et au type de défauts. Généralement, le renversement d'aimantation se fait en plusieurs étapes :

- L'apparition de noyaux d'aimantation inverse : c'est la nucléation. Cette étape se fait localement au niveau de défauts que l'on trouve dans des zones perturbées.
- L'extension des domaines d'aimantations opposées, par déplacement des parois sous la pression du champ appliqué : c'est la propagation.
- La poursuite du processus de renversement implique la propagation des parois dans l'ensemble du film.

b) Résultats expérimentaux

Nous présentons ici les cycles d'aimantation (figures V.C1 et V.C2) à différentes températures pour deux films d'épaisseur différentes : SGA29(74,1000) et SGA22(54,300).

Les cycles d'aimantation à différentes températures ont été obtenus au SQUID après refroidissement sous un champ de 7T.

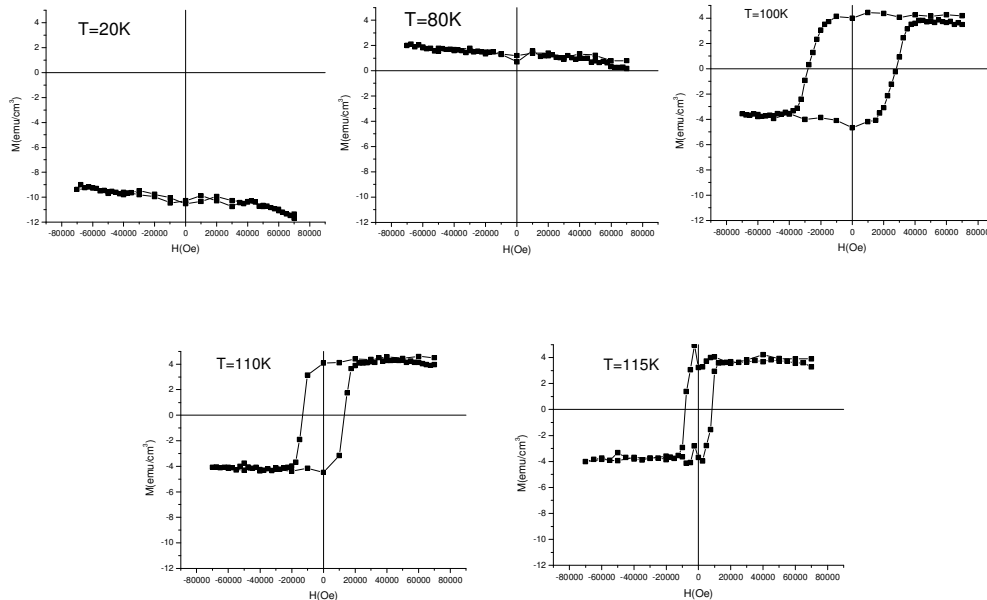


Figure V.C1 : Cycles d'aimantation du film SGA 29(74,1000) à différentes températures ($H_{fc}=+7\text{T}$).

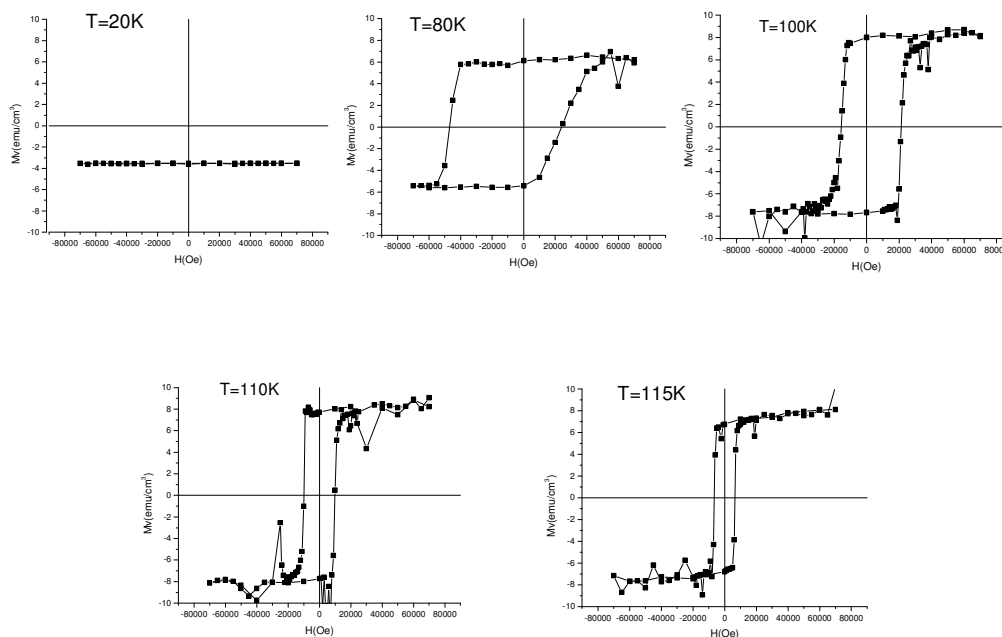


Figure V.C2 : Cycles d'aimantation mesurés à différentes températures (T=20,80, 100,110, 115,) pour le film SGA22(54,300).

Pour les basses températures, on note que le cycle en champ entre $-7T$ et $+7T$ n'est pas suffisant pour induire le renversement de l'aimantation dans ces films. L'aimantation est négative car le champ de refroidissement de $+7T$ a orienté les moments de spin parallèles au champ et les moments orbitaux opposés sont dominants à basse température. Ceci est conforme aux mesures en température présentées en figure V.A1.

A $T=80K$, l'aimantation de SGA29 ne se retourne toujours pas dans la gamme de champ appliqué. En revanche, elle est positive, conformément à la température de compensation de $74K$. Pour le SGA22 le renversement d'aimantation est observé à $80K$ mais on peut noter une dissymétrie importante du cycle d'hystérésis.

Pour les deux films, on observe que le renversement d'aimantation se produit pour des températures supérieures à $100K$ et que le champ coercitif diminue nettement quand la température augmente.

Pour résumer les résultats obtenus sur l'ensemble des films, la figure V.C3 présente les variations du champ coercitif en fonction de la température et en fonction de l'écart à la température de compensation.

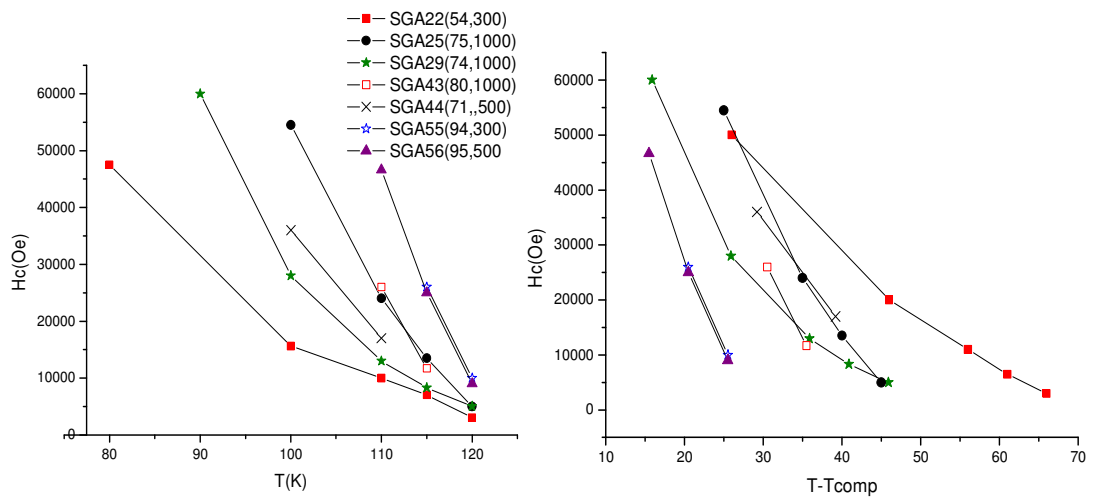


Figure V.C3 : Variation du champ coercitif obtenu au SQUID en fonction de la température (graphe de gauche) et en fonction de l'écart à la température de compensation pour les différents films de SGA .

.On remarque une variation importante en température avec une forte diminution quand la température augmente. Cette réduction peut être attribuée à une diminution de l'anisotropie quand la température augmente mais est aussi liée à la présence d'un état compensé. En effet, on attend une divergence du champ coercitif à la température de compensation. Au voisinage de la compensation, la réduction importante du moment magnétique conduit à une diminution de la contribution Zeeman sous champ. Il en résulte une augmentation significative du champ magnétique requis pour renverser l'aimantation. A T_{comp} , l'annulation du moment magnétique conduit à un champ coercitif infini. Cet effet est nettement visible sur le graphe de droite où le champ coercitif est présenté en fonction de $(T - T_{comp})$.

Sur ce graphe, il apparaît que pour un même écart à la température de compensation, le champ coercitif est d'autant plus faible que la température de compensation est élevée. Ceci est lié à la réduction du champ coercitif quand la température augmente.

En revanche, le champ coercitif ne semble pas dépendre de l'épaisseur du film puisque pour une même température de compensation, les films SGA55 et SGA56 de 300 et 500nm présentent des champs coercitifs similaires. Cette observation contredit ce qui avait été avancé lors d'une étude précédente où le champ coercitif semblait diminuer pour les épaisseurs croissantes, ce qui avait été attribué à une réduction de la densité de défauts.

Ainsi, dans le cadre de ce travail, aucun des films étudiés, y compris les plus épais ne présentent de renversement de l'aimantation pour des températures inférieures à la température de compensation. Ceci aura pour conséquence de limiter notre étude de l'Effet Hall Extraordinaire dans la gamme de température supérieure à la température de compensation où l'aimantation est dominée par S.

D. Résistivité de Hall

Comme pour les cycles en aimantation, on a effectué les mesures de résistivité de Hall sous champ, en refroidissant jusqu'à la température désirée sous un champ de 7T. On présente en figure V.D1 les cycles de résistivité de Hall obtenus pour l'échantillon SGA22(54,300). Les cycles présentés ont été corrigés de la contribution de l'Effet Hall Ordinaire dont on reparlera plus précisément dans le paragraphe suivant.

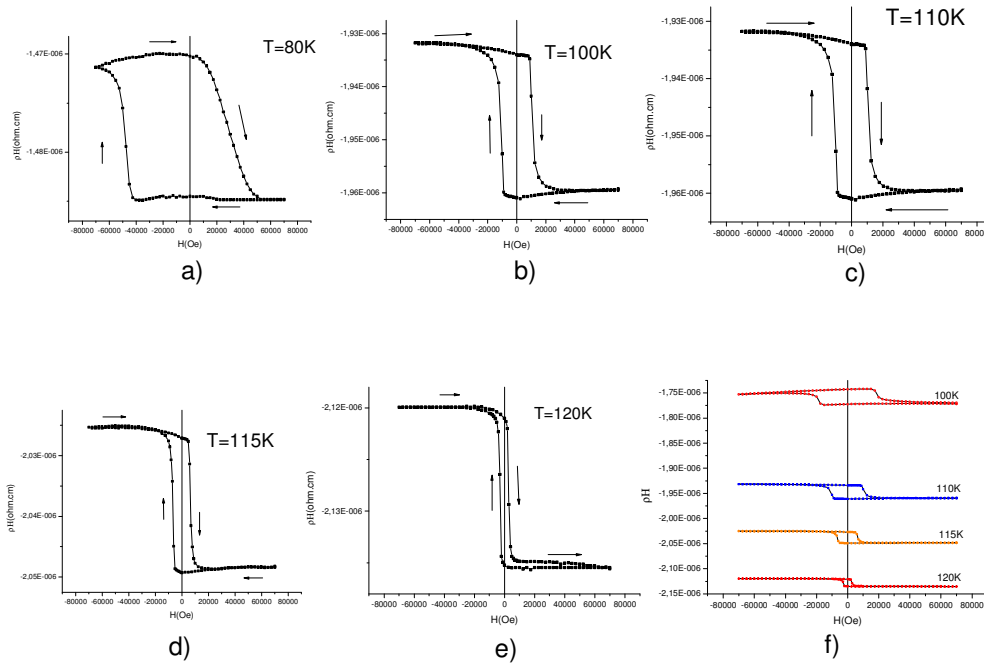


Figure V.D1 : Cycles de résistivité corrigés de l' Effet Hall Ordinaire pour le composé SGA22(54,300) à différentes températures : T=80K a), T=100K b), T=110K c), T=115K d), T=120K e). Superposition de ces cycles sur un même graphe f)

Si l'on compare ces mesures aux mesures d'aimantation réalisées sur le même film (figure V.C2), on peut tout d'abord noter une meilleure sensibilité de la mesure en résistance (moins de bruit) que de la mesure magnétique.

On remarque que la résistivité de Hall décrit un cycle d'hystérésis dont la forme coïncide avec celle du cycle d'aimantation et que l'amplitude du cycle, qui correspond à l'intensité de l'effet Hall Anormal, diminue quand la température augmente (Figure V.D1 f). Par ailleurs, la polarité du cycle de la résistivité de Hall est négative car le cycle est décrit dans le sens inverse du cycle d'aimantation. Cela sera étudié plus en détails dans le paragraphe V.E consacré aux coefficients de l'Effet Hall Ordinaire et Extraordinaire.

De plus, le graphe f) montre une dérive en température de la résistivité de Hall. En effet, les cycles mesurés à des températures différentes ne sont pas tous centrés à la même valeur. Cette dérive peut s'expliquer par une contribution longitudinale due aux contacts transverses qui sont sensiblement décalés sur cet échantillon non lithographié. Cette contribution parasite diminue en température en suivant la variation thermique de la résistivité longitudinale.

Pour analyser ce qui a été mentionné sur le massif, à savoir une différence considérable entre les champs coercitifs obtenus au magnétomètre à SQUID et au PPMS, les tableaux qui suivent reportent les valeurs expérimentales obtenues pour les films SGA22 et SGA44.

Température (K)	Champ coercitif obtenu au SQUID (KOe)	Champ coercitif obtenu au PPMS (KOe)
80	47,5	48
100	15,6	12
110	10	10,9
115	7	7
120	3	3

FigureV.D2 : Tableau comparant les champs coercitifs obtenus au SQUID et au PPMS pour différentes températures pour le composé SGA22(54,300)

Température (K)	Champ coercitif obtenu au SQUID (KOe)	Champ coercitif obtenu au PPMS (KOe)
100	33,5	36
110	13	16
115	5	9,5

FigureV.D3: Tableau comparant les champs coercitifs obtenus au SQUID et au PPMS pour différentes températures pour le composé SGA44(71,500)

On voit sur le cas particulier du composé SGA22(54,300) que les valeurs des champs coercitifs obtenus par les deux types de mesure sont en assez bon accord. Les faibles écarts peuvent s'expliquer par l'inhomogénéité des films lors de l'élaboration. On note un écart un peu plus important pour le SGA44 dont l'origine peut aussi s'expliquer par des mesures de résistivité très bruitées et donc une incertitude plus grande dans la détermination des champs coercitifs que pour le film SGA22.

La différence considérable observée entre les champs coercitifs des deux types de mesures dans le massif ne se retrouve pas dans les films épitaxiés de SGA. On note uniquement des faibles écarts que l'on peut attribuer à l'inhomogénéité des films et à l'imprécision des mesures et donc des déterminations des valeurs des champs coercitifs.

La mise en parallèle des cycles d'aimantation et de résistivité de Hall va nous permettre d'étudier plus précisément l'Effet Hall Extraordinaire dans le paragraphe qui suit.

E. Analyse des coefficients de Hall Ordinaire et Extraordinaire les films épitaxiés de SGA.

On a vu dans la partie II que la résistivité transverse dans un milieu magnétique s'exprime de la façon suivante : $\rho_{xy} = R_0 H + R_s 4\pi M$. Il est donc intéressant d'extraire des cycles en résistivité le paramètre R_0 et le paramètre R_s qui indique, on le rappelle, le type de régime de diffusion qui domine l'Effet Hall Extraordinaire.

A partir des cycles d'hystérésis obtenus au SQUID et au PPMS, il est possible d'extraire ces deux paramètres. La procédure utilisée pour traiter les données des cycles est la suivante :

- Extraire R_0 en champ fort à partir des cycles de résistivité. Il s'agit en fait de la pente correspondant à l'effet Hall ordinaire.
- Faire la correction de l'effet Hall ordinaire en soustrayant la partie linéaire $R_0 H$ et extrapoler à $H=0$ pour obtenir $4\pi M_S R_S$.
- Evaluer la valeur de $4\pi M_S$ [emu/cm³] obtenue par SQUID et diviser $4\pi M_S R_S$ par cette valeur afin d'en extraire R_S .

Ceci a été possible pour deux films : SGA22 et SGA44. On détaille ici le cas du SGA22 et l'on présentera les résultats obtenus pour le SGA44.

a) Coefficient de l'Effet Hall Ordinaire

La figure V.E1 présente les valeurs du paramètre R_0 ainsi déterminées dans le cas du SGA22(54,300) qui ont été utilisées pour corriger les cycles de résistivité de l'Effet Hall Extraordinaire.

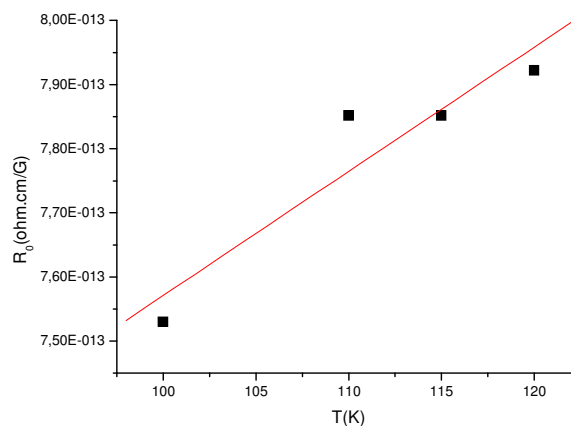


Figure V.E1 : Variation en température du paramètre R_0 pour le film SGA22seul évalué pour les champs H positifs.

On note que le coefficient R_0 est positif et de l'ordre de $8 \cdot 10^{-13}$ ohm.cm/G pour le SGA22.

A titre indicatif, la littérature [15] indique que R_0 vaut $2.5 \cdot 10^{-12}$ ohm.cm/G pour les composés $NdAl_2$ et $TbAl_2$ et $4 \cdot 10^{-12}$ ohm.cm/G pour $LaAl_2$ et $GdAl_2$.

R_0 est de l'ordre de 10^{-24} ohm.cm/G pour les métaux nobles [10] et pour le Ni à température ambiante [16], R_0 est de l'ordre de -10^{-13} ohm.cm/G, c'est-à-dire du même ordre de grandeur que dans les films étudiés de SGA.

Dans le modèle à deux bandes, le signe de R_0 est relié à la densité n et la mobilité μ des trous (h) et des électrons (e) par la relation suivante : $\frac{n_h \mu_h^2 - n_e \mu_e^2}{e(n_h \mu_h + n_e \mu_e)^2}$ [16]. Ainsi, on peut dire que pour les films de SGA dans ce modèle, on a prédominance du terme $n_h \mu_h^2 > n_e \mu_e^2$

On remarque comme le prévoit la théorie sur l'Effet Hall Ordinaire que le paramètre R_0 dépend très peu de la température. La variation en température n'étant seulement que de $\Delta R_0 = 3.92E^{-14} \text{ ohm.cm/G}$ pour une variation en température de $\Delta T = 20K$.

Cette légère variation peut certainement s'expliquer en partie par les incertitudes des régressions linéaires effectuées pour déterminer R_0 .

Elle peut aussi trouver son origine, comme le mentionne la littérature [Hurd-1972], dans la dépendance du temps de relaxation des électrons de conduction avec le vecteur d'onde en raison de l'anisotropie.

b) Coefficient de Hall Extraordinaire

On présente dans le tableau V.E2 les valeurs expérimentales utilisées pour le composé SGA22(54,300) pour déterminer le paramètre R_s ainsi que la résistivité longitudinale évaluée en champ nul.

T [K]	$4\pi M_s R_s$ [ohm.cm]	$4\pi M_s$ [G]	R_s [ohm.cm/G]	ρ [ohm.cm]
120	-8.561E ⁻⁹	72.97	-1.17E ⁻¹⁰	1.85E ⁻⁵
115	-1.16E ⁻⁸	91.91	-1.26E ⁻¹⁰	1.76E ⁻⁵
110	-1.40E ⁻⁸	101.24	-1.33E ⁻¹⁰	1.70E ⁻⁵
100	-1.44 E ⁻⁸	105.50	-1.37E ⁻¹⁰	1.55E ⁻⁵

Tableau V.E2 : Tableau récapitulant les valeurs nécessaires à l'étude de l'effet Hall anormal pour le composé SGA22(54,300).

Dans notre étude de l'Effet Hall Extraordinaire qui a été limitée à la gamme de température $T > T_{\text{comp}}$, le signe de R_s est négatif pour l'ensemble des films considérés.

Notons que pour les métaux de transition de type d, le signe de R_s est généralement attribué à la nature et à la polarisation des porteurs [17].

Dans la gamme $T < T_{\text{comp}}$, on pourrait s'attendre à une inversion du signe de R_s lorsque l'aimantation est dominée par L. En effet, un changement de signe brutal de la résistivité de Hall est observé en température dans le massif [18] lorsque l'aimantation se renverse sous champ au voisinage de la compensation.

Par ailleurs, une inversion de la polarité est observée dans les alliages ferrimagnétiques à la température de compensation. La polarité de l'Effet Hall Extraordinaire change de signe selon la nature du sous-réseaux dominant.

Afin de vérifier si la loi d'échelle présentée dans la partie II est suivie par le film SGA22, on trace en figure V.E3 graphe a : $R_s / \rho = f(\rho)$. De plus, pour quantifier la contribution relative

de $a\rho$ (« skew scattering ») et de $b\rho^2$ (side jump) à l'Effet Hall Extraordinaire, on trace la valeur absolue du rapport $b\rho/a$ en fonction de la température sur le graphe b.

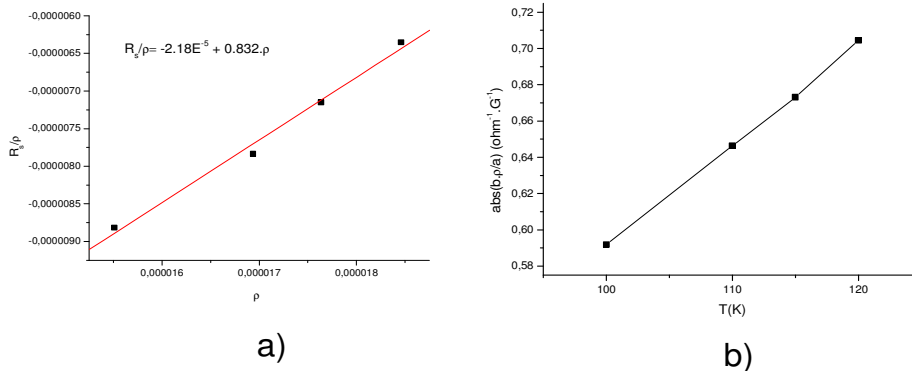


Figure V.E3 : (a) : Vérification de la loi d'échelle : $R_s / \rho = a + b\rho^2$ et (b) : valeur absolue du rapport $b. \rho / a$ en fonction de la température.

Le graphe a) de la figure V.E4 montre que la loi d'échelle est relativement bien vérifiée dans cette gamme de température. Par conséquent, on peut en conclure que l'effet Hall extraordinaire résulte majoritairement de deux processus de diffusion : le « skew scattering » et le « side jump ». Ainsi, on peut extraire les paramètres a et b :

$$\begin{aligned} \mathbf{a} &= \mathbf{-2.18.E^{-5} G^{-1}} \\ \mathbf{b} &= \mathbf{0.83\text{ohm}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1} \cdot G^{-1}} \end{aligned}$$

Le graphe de droite montre que la valeur absolue du rapport $b\rho/a$ reste toujours inférieure à 1 dans la gamme de température étudiée, ce qui laisse penser que le mécanisme de diffusion dominant est le « skew scattering », proportionnel à ρ et correspondant à une diffusion asymétrique.

Ce résultat n'est pas surprenant dans la mesure où c'est ce mécanisme qui est attendu dans les matériaux ferromagnétiques au libre parcours moyen grand, c'est-à-dire dans les métaux assez purs ou les alliages dilués.

En revanche, pour les matériaux désordonnés ayant un libre parcours moyen petit, on s'attend à une dominance du mécanisme de diffusion Side-jump.

D'autre part, la valeur absolue du rapport $b\rho/a$ croît presque linéairement en fonction de la température, comme la résistivité longitudinale dans cette gamme de température. Cela est dû à la plus forte contribution des phonons lorsque la température augmente.

En procédant de la même manière que pour le film SGA22, on obtient pour le film SGA44(71,500) une variation linéaire de R_s / ρ en fonction de ρ dont on extrait les paramètres a et b suivants :

$$\begin{aligned} \mathbf{a} &= \mathbf{-3.18.E^{-5} G^{-1}} \\ \mathbf{b} &= \mathbf{+0.13\text{ohm}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1} \cdot G^{-1}} \end{aligned}$$

On observe aussi une variation linéaire de $b \cdot \rho/a$ en fonction de T dont la valeur absolue du rapport $b \cdot \rho/a$ reste inférieur à 1. Comme pour le film SGA22(54,300), le mécanisme de diffusion dominant est la diffusion asymétrique, nommée « Skew Scattering ».

On remarque que pour ces deux films minces les coefficients a et b ont le même signe et sont du même ordre de grandeur.

Un des aspects fondamentaux qui nous reste à étudier dans les films de SGA est la magnétorésistance.

F. Magnétorésistance dans les films de SGA

On présente en figure V.F1, la magnétorésistance obtenue pour le film SGA44.

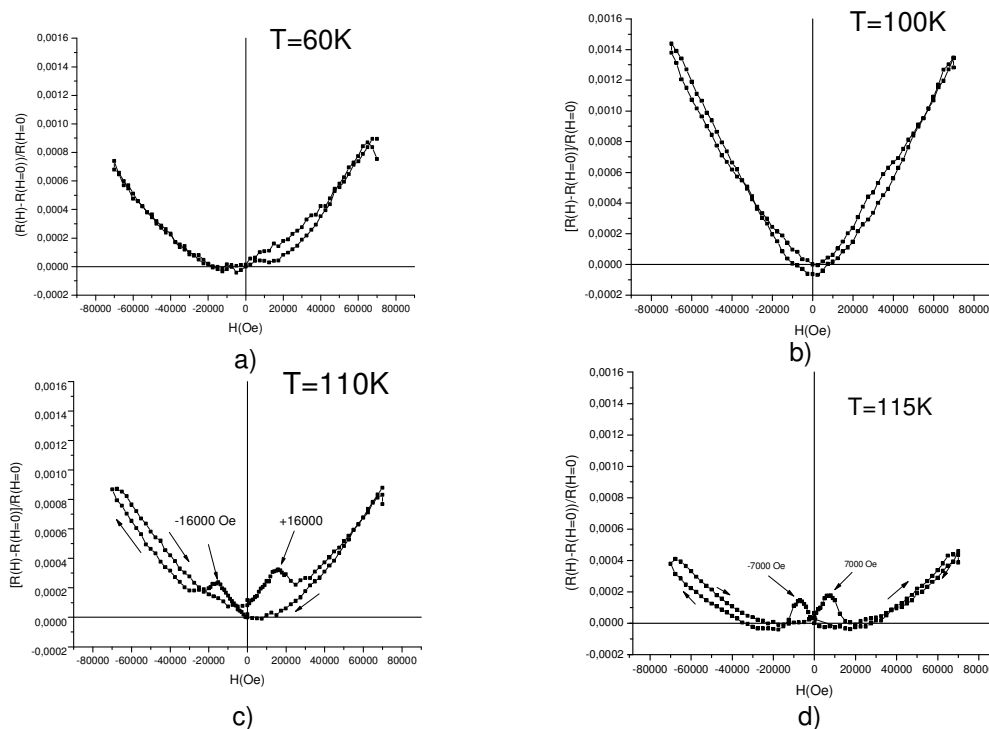


Figure V.F1: Magnétorésistance pour le film SGA44(71,500) à différentes températures : a) 60K, b) 100K, c)110K, d)115K.

La magnétorésistance (MR) présente une allure parabolique avec le champ en raison de la contribution de Lorentz. De plus, on remarque une augmentation de la MR pour un champ proche de celui du renversement de SGA. Cette augmentation est plus visible à haute température où elle se produit dans le creux de la parabole. Cette augmentation peut-être liée à un effet d'AMR.

En effet, on peut supposer que lors du processus de renversement de l'aimantation, une proportion des moments se retrouve parallèle à la direction du courant dans le plan du film. La

résistance étant plus élevée lorsque l'aimantation est parallèle au courant en raison de l'effet d'AMR, un tel processus est susceptible d'engendrer une augmentation de la magnétorésistance.

Afin d'explorer cet aspect, on va comparer la MR avec le cycle de résistivité de Hall.

La figure V.F2 ci-dessous permet de comparer la MR avec le cycle de résistivité de Hall à la température $T=115K$. On a préalablement pris soin de soustraire à la MR la parabole de Lorentz afin d'éviter tout décalage éventuel en champ.

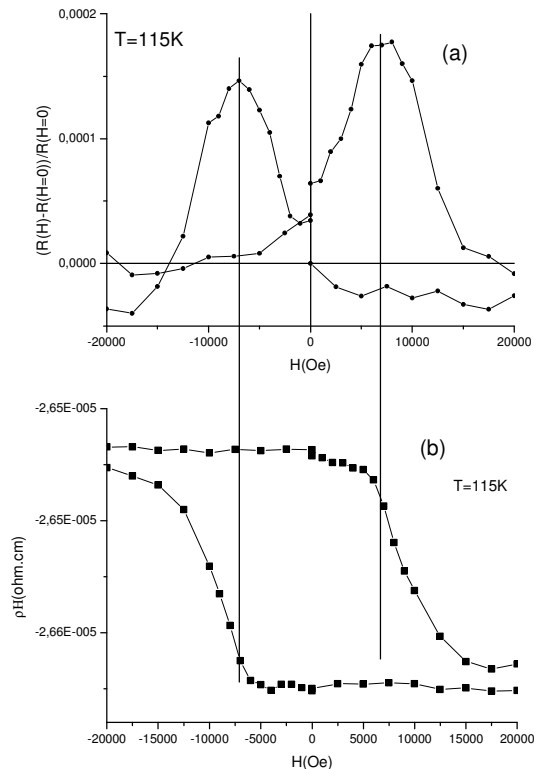


Figure V.F2 : Mise en parallèle de la MR (a) à laquelle on a soustrait la parabole et au cycle de résistivité de Hall (b) pour le film SGA44 pour la température $T=115K$.

On constate que l'augmentation de la MR débute avant l'augmentation de la résistivité de Hall. Donc, si cette augmentation de MR est attribuée à un effet d'AMR, cela indiquerait que le retournement d'aimantation débiterait avant l'augmentation brutale de la résistivité de Hall.

De plus, on remarque que le maximum de la MR apparaît à un champ inférieur au champ coercitif repéré sur le cycle de résistivité de Hall. Cette observation est importante et met en doute l'unique contribution de l'AMR à cette augmentation de MR. En effet, si l'augmentation de MR est uniquement liée à un effet d'AMR, on s'attend à ce que le maximum du pic corresponde à la situation où une proportion maximale de l'aimantation est parallèle au courant. Ceci devrait se produire à la valeur du champ coercitif évalué sur le cycle de résistivité de Hall.

Ces observations ne nous permettent donc pas d'affirmer la présence d'un effet d'AMR dans ce film SGA44. De plus, ce film étant mesuré en couche pleine, on peut suspecter la

contamination de la mesure de résistivité longitudinale par une contribution transverse en raison du mauvais contrôle de la position des contacts électriques.

L'idéal serait de comparer la magnétorésistance et la résistivité de Hall pour un film lithographié, mais cela n'a pas été possible en raison de problèmes expérimentaux.

En revanche nous présentons figure V.F3 les mesures de MR réalisées sur le film lithographié SGA29. Elles peuvent être comparées aux mesures d'aimantation sous champ (figure V.F4).

Dans ce cas, les mesures de MR ne doivent pas être contaminés par une contribution de Hall transverse. Cependant, la comparaison avec les mesures magnétiques n'est pas totalement satisfaisante car :

- les morceaux de SGA29 pour les mesures magnétiques et les mesures de transport sont différents et on ne peut pas exclure une inhomogénéité du film.

- les mesures magnétiques et de transport sont réalisées dans deux appareils différents et il est possible que les températures réelles des échantillons soient différentes pour une même température nominale. Ceci est d'autant plus probable que le porte échantillon utilisé au PPMS pour les mesures en champ perpendiculaire ne permet pas un couplage thermique idéal.

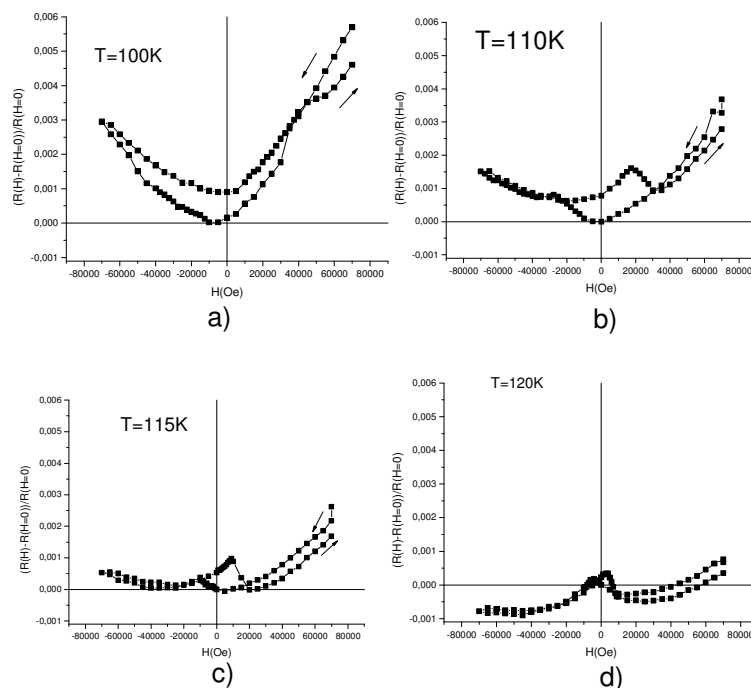


Figure V.F3 : Magnétorésistance pour le film SGA29(74,1000) lithographié à différentes températures : a)100K, b)110K, c)115K, d) 120K.

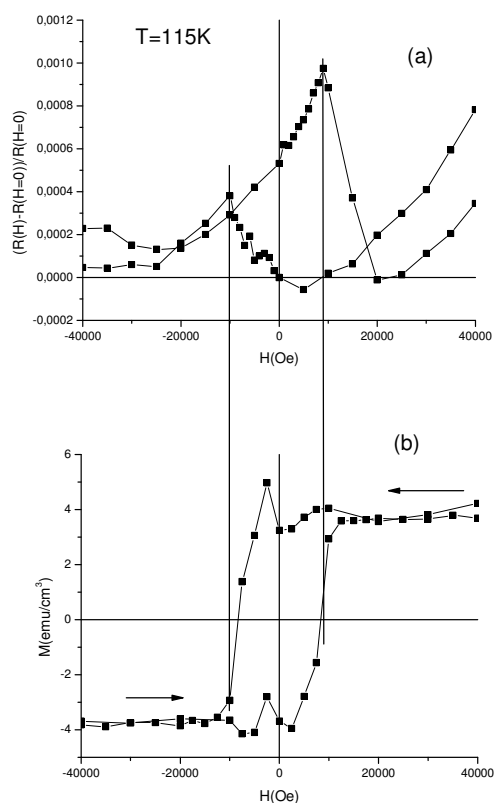


Figure V.F4 : Mise en parallèle de la MR (a) à laquelle on a soustrait la parabole avec le cycle d'aimantation (b) pour le film SGA29 à la température $T=115K$.

Ici encore, on observe une augmentation de MR pour une valeur du champ qui correspond approximativement au champ de renversement déterminé pour les mesures magnétiques. Elle ne doit pas résulter d'une contribution de l'Effet Hall Extraordinaire.

En revanche, si on compare ces mesures aux mesures magnétiques (Figure V.F4), on constate de nouveau que l'augmentation de MR s'étend sur une gamme en champ bien plus large que le renversement d'aimantation et qu'elle est maximale pour un champ inférieur au champ coercitif extrait des mesures magnétiques.

Ainsi, si ces mesures de MR réalisées pour un film lithographié laisse supposer un effet d'anisotropie de magnétorésistance, la comparaison aux mesures magnétiques, bien que très insatisfaisante, fait apparaître certaines incohérences avec ce qui serait attendu d'un effet d'AMR. Des mesures complémentaires sont manifestement nécessaires pour approfondir cet aspect.

VI. Propriétés magnétiques et de magnétotransport dans les vanes de spin à base de SGA.

On s'intéresse dans cette partie aux propriétés magnétiques et de magnétotransport de deux vanes de spin élaborées à partir du composé SGA épitaxié. L'un des objectifs est d'analyser la présence éventuelle d'un effet de Magnétorésistance Géante (GMR) dans ces vanes de spin.

Pour permettre de distinguer un effet lié aux arrangements magnétiques dans la vanne de spin d'un effet qui serait simplement lié au composé SGA, on rappelle que les vanes de spin ont été élaborées de telle sorte à garder une partie du film SGA seul (sans dépôt de la multicouche [Co/Pt]). Les deux vanes de spin ont été élaborées à partir des films SGA22(54,300) et SGA29(74,1000).

Avant d'aborder l'aspect spécifique des mesures de Magnétorésistance qui seront présentées dans le dernier paragraphe C de ce chapitre, les paragraphes suivants présentent les propriétés magnétiques et les mesures de l'Effet Hall Extraordinaire réalisées sur les vanes de spin.

A. Renversement d'aimantation dans les vanes de spin

On présente sur la figure VI.A1 ci-dessous les cycles d'aimantation obtenus pour les deux vanes de spin SGA22/Cu/[Co/Pt] (a et b) et SGA29/Cu/[Co/Pt](c et d) à deux températures : T=20K et T=100K.

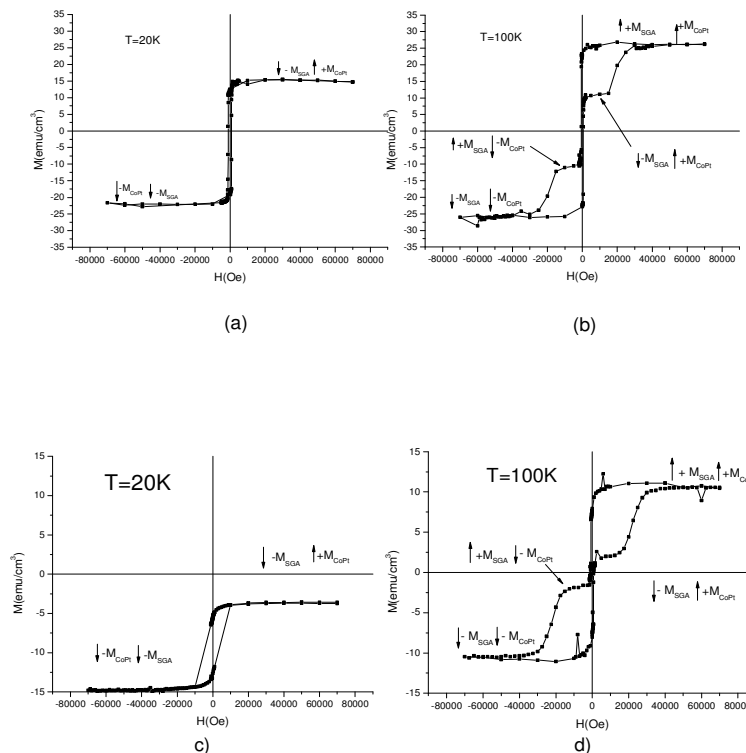


Figure VI.A1 : Graphes de haut : Cycles d'aimantation dans la vanne de spin SGA22 à la température T=20K (a) et T=100K (b). Graphes du bas : Cycles d'aimantation dans la vanne SGA29 à T=20K (c) et T=100K (d).

On observe pour les deux systèmes qu'à basse température les cycles présentent un unique saut pour un champ coercitif voisin de 1000 Oe.

Par ailleurs, ce cycle est décalé vers les valeurs négatives de l'aimantation. Cette observation est conforme au fait que les films de SGA à basse température ne se retournent pas dans cette gamme de champ et présentent une aimantation opposée au champ de refroidissement.

Ainsi sous champ fort, l'aimantation de SGA est opposée au champ alors que celle de la multicouche [Co/Pt] est orientée selon la direction du champ. Seule l'aimantation de la multicouche [Co/Pt] se retourne en champ faisant passer le système d'un état antiparallèle à un état parallèle.

A $T=100K$, les cycles présentent deux sauts d'aimantation séparés : le renversement de [Co/Pt] pour un champ coercitif de 550 et 950 Oe respectivement pour la vanne 22 et la vanne 29 et le renversement du SGA à 20 000 et 22 000 Oe.

Il a été vérifié que les amplitudes des sauts à champs faibles correspondent bien à ce qui est attendu des épaisseurs de [Co/Pt]. De même, les amplitudes des sauts à fort champ et la valeur des champ coercitifs associés sont conformes à ce qui a été mesuré pour les films SGA22 et SGA29 seuls.

On peut cependant souligner que la gamme en champ sur laquelle s'étale le renversement dans les films et dans les vannes de spin associées peut-être légèrement différente. Ceci peut-être attribué à une certaine inhomogénéité lors de la fabrication d'un film sur un substrat de grande surface.

Dans ces vannes de spin, à $T=100K$, on observe ainsi le renversement de deux constituants ([Co/Pt] et SGA) pour des champs significativement différents. Le système est dans un état parallèle jusqu'au renversement de la multicouche de [Co/Pt], il bascule dans un état antiparallèle qui persiste sur la gamme en champ comprise entre les champs coercitifs des deux constituants puis il retrouve un état parallèle lors du renversement de SGA.

Le comportement magnétique de ces vannes de spin permet d'étudier un éventuel effet de Magnétorésistance Géante qui doit se manifester comme la différence de résistance entre ces états parallèle et antiparallèle.

B. Résistivité de Hall dans les vannes de spin

Les figures VI.B1 et VI.B2 présentent les cycles de résistivité de Hall mesurés pour les deux vannes de spin. Ils ont été corrigés de la contribution de l'Effet Hall Ordinaire. Les cycles mesurés à $T=115K$ sont ensuite présentés en comparaison des cycles d'aimantation en figure VI.B3.

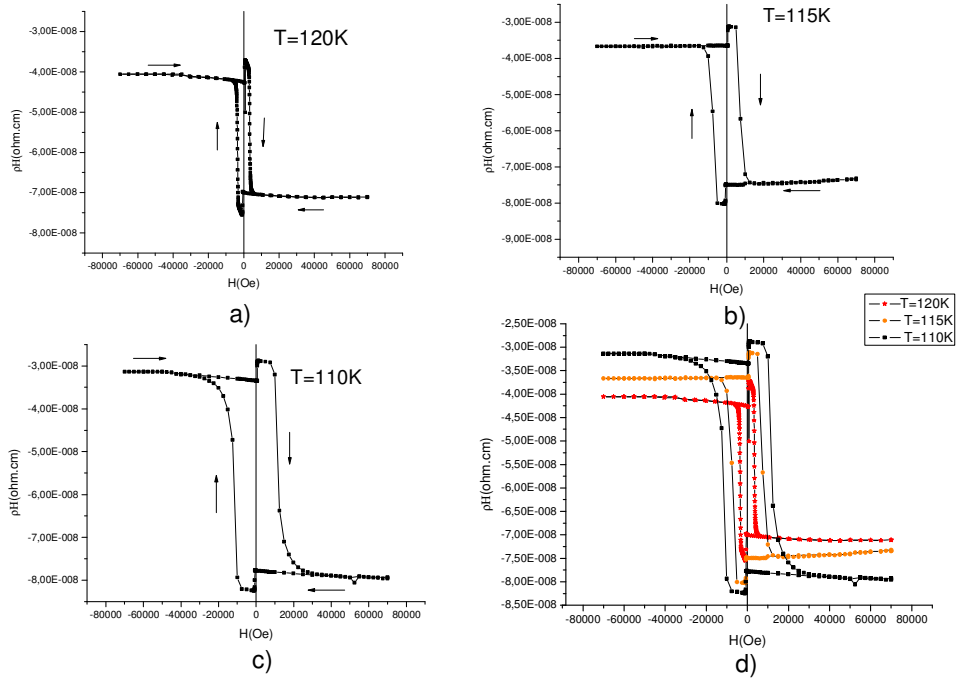


Figure V.B1 : Cycles de résistivité de Hall pour la vanne de spin SGA22/Cu/[Co/Pt] à différentes températures. $T=120\text{K}$ (a), $T=115\text{K}$ (b), $T=110\text{K}$ (c) et superposition des trois températures (d).

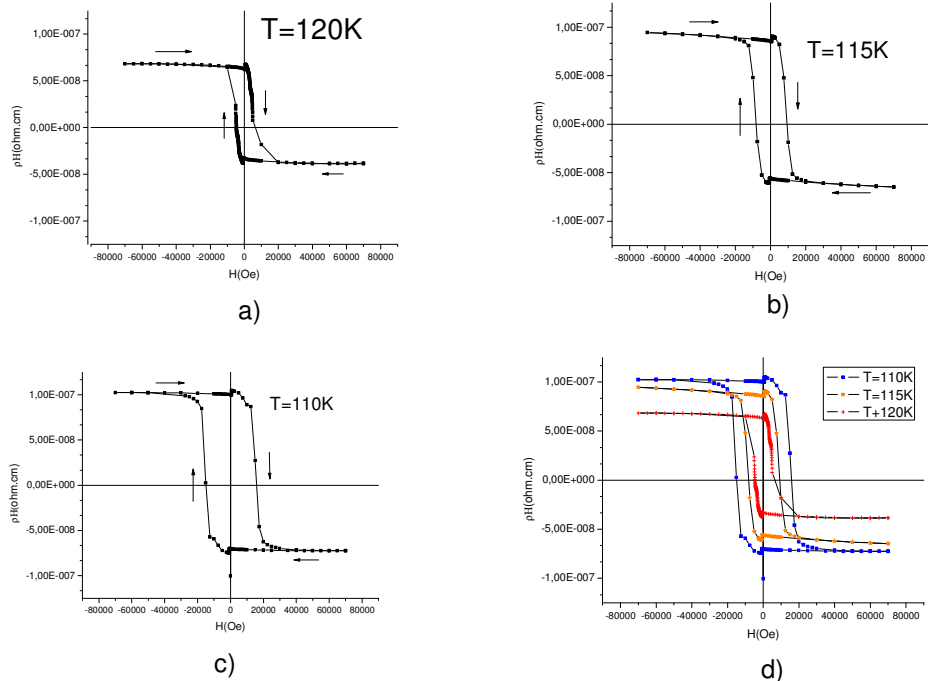


Figure VI.B2 : Cycles de résistivité de Hall pour la vanne de spin SGA29/Cu/[Co/Pt] à différentes températures : $T=120\text{K}$ (a), $T=115\text{K}$ (b), $T=110\text{K}$ (c), Superposition des trois températures (d).

Pour les deux systèmes, il apparaît que l'amplitude de la résistivité de Hall diminue quand la température augmente.

On constate que les cycles relatifs à la vanne de spin SGA22 sont tous décentrés par rapport à la résistivité nulle d'une même contribution négative qui est indépendante de la température. Les cycles de la vanne SGA29 sont aussi décentrés par rapport à la résistivité nulle mais d'une contribution positive beaucoup plus petite.

L'origine de cette contribution n'est pas élucidée pour le moment.

Analysons maintenant la forme de ces cycles de Hall en comparaison des cycles d'aimantation (Figure VI.B3).

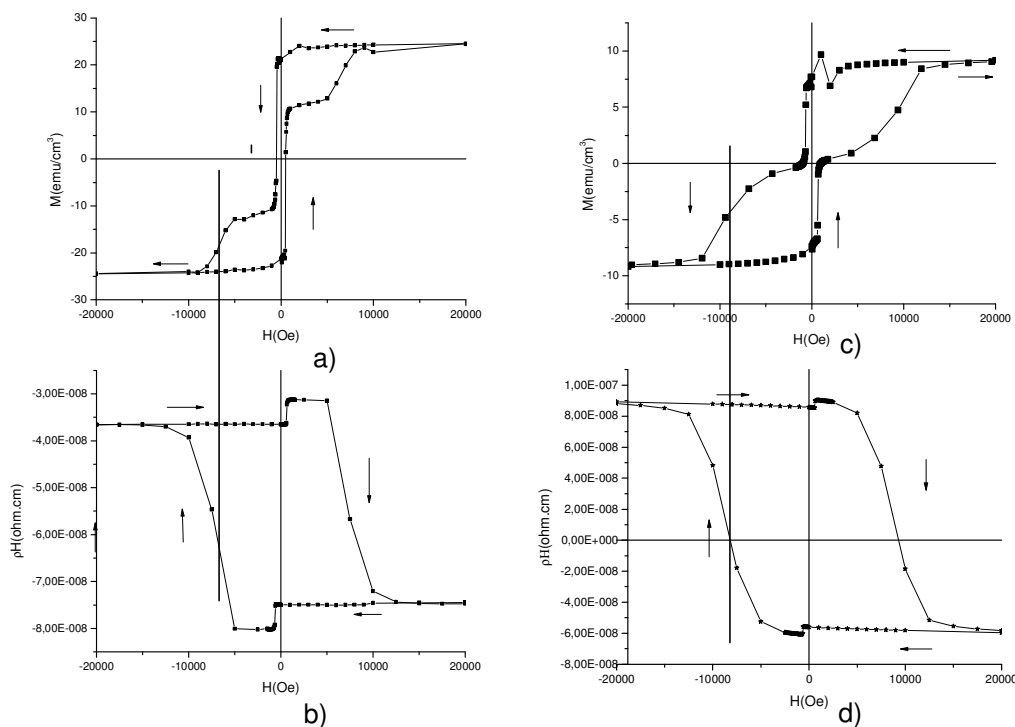


Figure VI.B3 : Cycle d'aimantation (a) et Cycle de résistivité de Hall (b) à T=115K pour SGA22/Cu/[Co/Pt]. Cycle d'aimantation (c) et Cycle de résistivité de Hall (d) à T=115K pour SGA29/Cu/[Co/Pt]

Les traits verticaux permettent pour chaque système de comparer le champ coercitif du SGA dans le cycle d'aimantation avec celui du cycle de résistivité de Hall. Les champs coercitifs évalués avec les deux types de mesures sont en assez bon accord dans les deux vanne.

On constate que pour chaque système, le renversement d'aimantation du [Co/Pt] s'accompagne d'une diminution de la résistivité de Hall alors que le renversement de SGA s'accompagne d'une augmentation de la résistivité de Hall.

Par ailleurs, alors que le saut d'aimantation est plus important pour le [Co/Pt] que pour le SGA, le saut de résistivité de Hall est plus faible pour [Co/Pt] que pour SGA.

On rappelle que la résistivité de Hall extraordinaire s'exprime de la façon suivante : $\rho_H = 4\pi M_s R_S$.

Les observations précédentes impliquent que les coefficients R_S pour [Co/Pt] et SGA sont de signes opposés (Polarité négative pour SGA et positive pour la multicouche de [Co/Pt]) et d'amplitudes différentes.

Nous avons déterminé ces coefficients R_S pour les deux constituants de la vanne de spin en suivant la procédure mentionnée précédemment pour les films de SGA (voir V.E)

La figure VI.B4 présente les variations thermiques des coefficients de Hall Extraordinaire ainsi déterminés pour la couche de SGA et l'empilement [Co/Pt] dans les deux vanes de spin. Les résultats obtenus pour le film SGA22 seul ont été ajoutés à titre de comparaison.

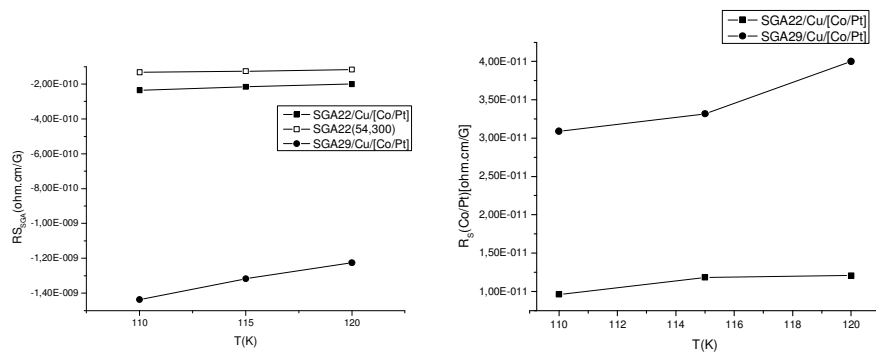


Figure VI.B4 : A gauche : Comparaison de la variation thermique du coefficient de l'Effet Hall Extraordinaire du composé SGA dans les vanes de spin SGA22/Cu/[Co/Pt] et SGA29/Cu/[Co/Pt] ainsi que le film SGA22 . A droite : Variation thermique du coefficient R_S [Co/Pt] pour les deux vanes de spin.

Comme attendu de l'observation des cycles, il apparaît que R_S est positif pour l'empilement [Co/Pt] et négatif pour SGA et que son amplitude est presque deux fois plus faible dans [Co/Pt] que dans SGA.

Par ailleurs, il est intéressant de noter que la valeur absolue de R_S diminue avec la température pour SGA alors qu'elle augmente pour la multicouche de [Co/Pt]. Dans le [Co/Pt] dont l'aimantation varie peu en température dans la gamme analysée ici, cela se traduit par une réduction du saut de résistivité de Hall quand la température diminue.

Finalement la comparaison des coefficients R_S pour la couche SGA de la vanne de spin et pour le film seul montre un accord qualitatif du point de vue du signe, de l'ordre de grandeur et de la variation en température. Cependant, le coefficient R_S est environ deux fois plus élevé dans la vanne de spin que dans le film seul comme cela est illustré sur la figure VI.B5 qui ci-dessous.

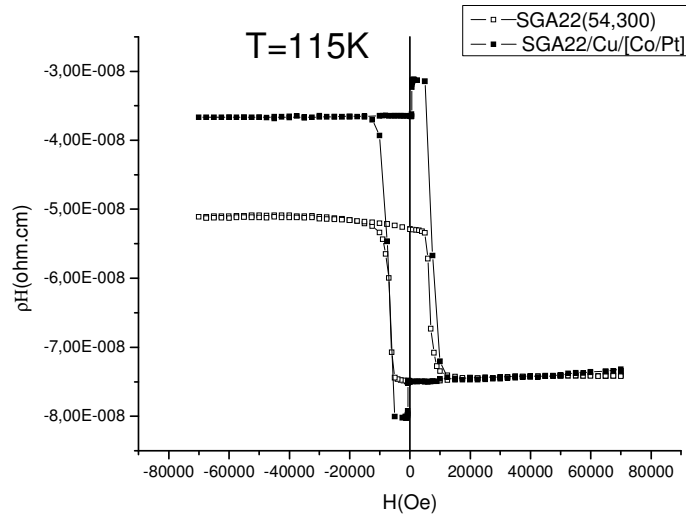


Figure VI.B5 : Illustration expérimentale de la différence d’amplitude de l’Effet Hall Extraordinaire entre la vanne SGA22/Cu/[Co/Pt] et le film à la température $T=115\text{K}$. Le cycle du film a été volontairement décalé pour permettre la comparaison avec la vanne de spin.

Ainsi, pour une même amplitude de saut d’aimantation, la variation de la résistivité de Hall est deux fois plus importante dans la vanne de spin que dans le film. L’origine d’une telle différence n’est pas expliquée pour le moment. Une fois encore, il faut souligner que les mesures réalisées sur la vanne de spin ont été réalisées sur un motif croix de Hall lithographié alors que celles sur le film ont été réalisées pour des contacts couches pleines. Des mesures complémentaires sont donc nécessaires pour confirmer la différence de R_s entre le film seul et la vanne de spin.

C. Rappel sur la Magnétorésistance Géante.

La Magnétorésistance Géante (GMR en anglais pour Giant MagnetoResistance) est observée dans des systèmes multicouches où des métaux magnétiques sont séparés par des couches non magnétiques. Elle correspond à une grande différence de résistance électrique du système lorsque les aimantations des couches magnétiques sont parallèles et lorsqu’elles sont antiparallèles.

Elle s’exprime de la manière suivante :
$$MR = \frac{R_{AP} - R_P}{R_{AP}}$$

Avec R_{AP} , la résistance quand les aimantations des couches magnétiques sont antiparallèles et R_P la résistance quand on a un alignement parallèle.

La figure VI.C1 illustre le comportement typique observé sur ce type de structure : sous l’action d’un champ magnétique extérieur, une chute importante de la résistance accompagne l’alignement progressif des aimantations de toutes les couches.

La grande variation de résistance observée est à l’origine du terme magnétorésistance *géante*.

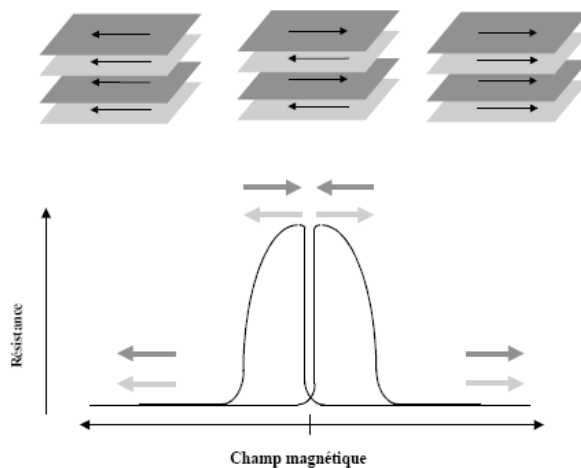


Figure VI.C1 : Représentation schématique de la Magnétorésistance Géante. Sous l'application d'un champ magnétique, une diminution de la résistance accompagne le passage progressif d'un alignement antiparallèle des aimantations à champ nul à un alignement parallèle à fort champ. Pour plus de clarté, seules les couches magnétiques sont représentées (les flèches indiquent leur direction d'aimantation).

Dans ce cas, les couches magnétiques représentées en deux niveaux de gris différents présentent des champs coercitifs différents. Le cyclage en champ permet ainsi de passer d'un état parallèle de faible résistance à un état antiparallèle de forte résistance.

La magnétorésistance repose sur un modèle où le courant électrique dans un ferromagnétique est porté par deux canaux parallèles d'électrons de spins différents (up et down).

La résistivité associée à chaque canal de spin est différente selon si la direction de spin de l'électron est parallèle ou antiparallèle à l'aimantation.

On voit ainsi sur le schéma VI.C2 que pour des aimantations antiparallèles les deux canaux ont la même résistivité et sont chacun fortement diffusés par l'une ou l'autre des directions d'aimantation. En revanche, pour des aimantations parallèles, l'un des canaux est faiblement diffusé, assurant la réduction globale de la résistivité du système parallèle par rapport au système antiparallèle.

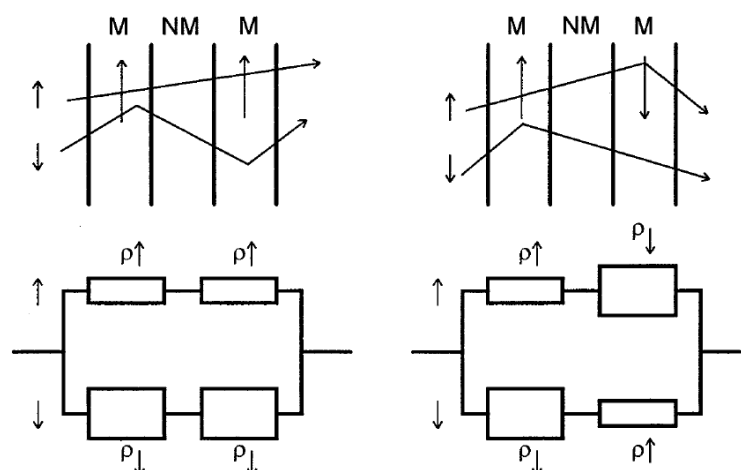


Figure VI.C2 : Schéma de principe de la magnétorésistance géante dans une multicouche. A gauche, avec une configuration ferromagnétique des aimantations et, à droite, avec une configuration antiferromagnétique. Les figures du haut illustrent la trajectoire des électrons, plus fortement diffusés quand leur direction de spin est antiparallèle à la direction locale de l'aimantation. Les figures du bas illustrent la représentation équivalente à l'aide du modèle à deux courants, où les résistivités propres à chaque canal varient selon la configuration des aimantations.

D. Effet de Magnétorésistance géante dans les vanne de spin ?

La figure VI.D1 présente les résultats de Magnétorésistance obtenus à différentes températures pour la vanne SGA22/Cu/[Co/Pt]. Les résultats expérimentaux concernant la vanne SGA29/Cu/[Co/Pt] étant similaires, on ne les présentera pas dans ce rapport.

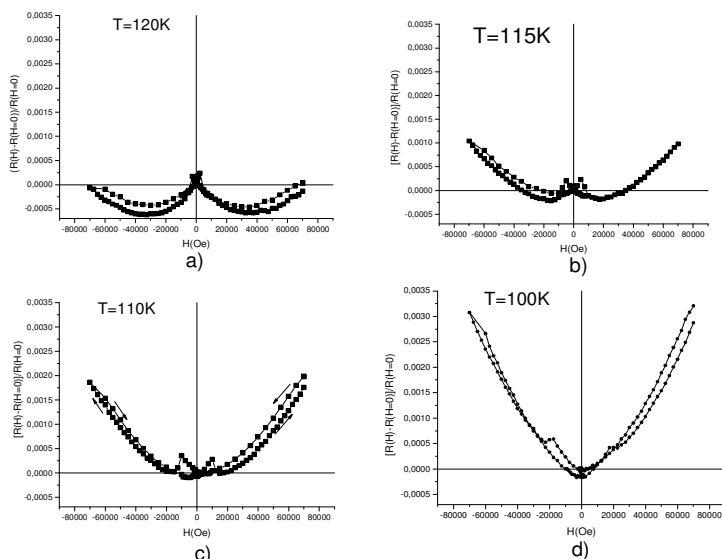


Figure VI.D1 : Magnétorésistance dans la vanne de spin SGA 22/Cu/[Co/Pt] lithographiée à différentes températures : a) 120K, b) 115K, c) 110K, d) 100K.

La figure VI.D2 présente une comparaison des mesures de Magnétorésistance et de résistivité de Hall pour deux températures différentes.

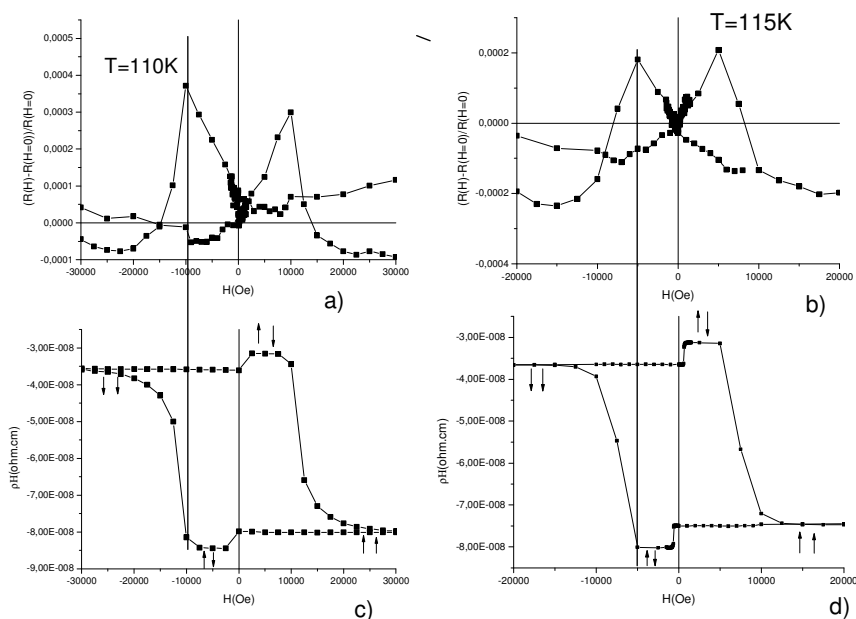


Figure VI.D2 : Mise en parallèle de la MR à laquelle a été soustraite la parabole de Lorentz avec le cycle de résistivité de Hall pour deux températures : T= 110K (a et b) et T=115K (c et d) pour la vanne de spin SGA22/Cu/[Co/Pt].

Comme dans le cas des films de SGA, on observe une augmentation de magnétorésistance qu'il est intéressant de corréliser aux cycles de Hall. Rappelons que les mesures sur ce système sont réalisées sur un motif lithographié en croix de Hall et que les mesures de Magnétorésistance et de résistivité de Hall sont donc obtenues pour un même morceau d'échantillon et successivement à chaque pas en champ.

Il apparaît pour les deux températures présentées ici que la Magnétorésistance augmente nettement à partir du champ magnétique où est observée une réduction de résistivité de Hall, c'est-à-dire lors du renversement d'aimantation de l'empilement [Co/Pt]. La résistance continue alors d'augmenter quand le champ augmente pour atteindre un maximum juste avant le saut de résistivité de Hall, c'est-à-dire avant le retournement d'aimantation de SGA. La résistance diminue ensuite quand le champ augmente simultanément au renversement de SGA.

D'après ces observations, il semble que la résistance dans la vanne de spin est plus élevée lorsque les aimantations de la multicouche [Co/Pt] et de SGA sont antiparallèles que quand elles sont parallèles. Ceci laisserait supposé un effet de Magnétorésistance géante dans les vanes à base de SGA.

Cependant un aspect reste à éclaircir pour pouvoir définitivement conclure : La forme de la Magnétorésistance observée n'est pas conforme à ce qui est attendu d'un effet de Magnétorésistance géante. En effet, dans le cas d'un effet de Magnétorésistance géante, le maximum de résistivité obtenu dans une configuration antiparallèle de l'aimantation du SGA et du [Co/Pt] devrait s'étendre sur une certaine gamme de champ correspondant à cette configuration antiparallèle plutôt que de présenter une forme piquée.

La figure VI.D3 présentant la superposition des mesures de Magnétorésistance réalisées sur cette vanne de spin et sur le film seul montre en effet que les formes sont assez similaires avec en particulier cette augmentation « piquée » dans les deux cas.

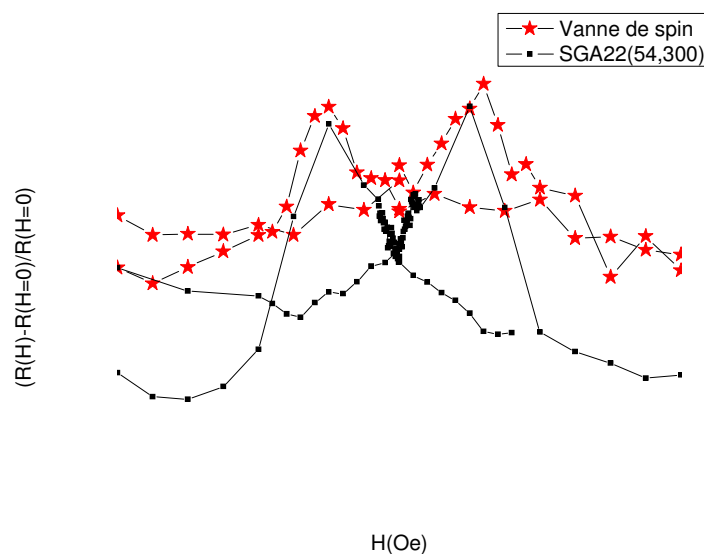


Figure VI.D3 : Comparaison de la Magnétorésistance à la température $T=115K$ à laquelle on a soustrait la parabole de Lorentz pour la vanne de spin SGA22/Cu/[Co/Pt] (carré plein noir) et le film associé (étoile rouge)

CONCLUSION

L'objectif principal de ce stage était d'initier une étude concernant les propriétés de transport et de magnéto-transport dans les films de SGA épitaxiés notamment pour analyser l'effet de la compensation magnétique sur le transport électronique.

Dans ce but, on a ainsi réalisé des mesures d'aimantation à l'aide d'un magnétomètre SQUID et des mesures de résistances au PPMS.

La grande sensibilité de mesure du SQUID nous a permis de mesurer la faible aimantation de nos films. Les mesures de dépendance thermique nous ont permis la détermination de la température de compensation des différents films étudiés durant ce stage. La variation de la T_{comp} en fonction de la teneur en Gd obtenue dans les films étudiés présente une allure similaire à celle obtenue pour le composé massif. Les mesures sous champ ont révélé que contrairement au massif, nos films ne présentent pas de renversement d'aimantation en dessous de la température de compensation, ce qui nous a contraint à restreindre l'étude de l'Effet Hall Extraordinaire à une plage réduite de température.

Concernant les mesures de résistance effectuées au PPMS, deux techniques expérimentales de préparation de l'échantillon ont été testées. La prise de contact directement sur la couche pleine présente certes l'avantage d'être rapide et simple mais aboutissent trop souvent à des contacts défectueux engendrant des mesures non reproductibles et introduit de surcroît des contributions parasites dans les mesures en raison de la géométrie des contacts qui ne peut être maîtrisée. On retiendra donc l'intérêt de la lithographie optique qui permet d'avoir une géométrie parfaitement maîtrisée et des mesures davantage reproductibles. Néanmoins, afin de disposer de valeurs expérimentales vraiment fiables, il serait bon d'avoir plusieurs motifs identiques de croix de Hall pour améliorer la statistique des mesures.

Ces deux types de mesures (aimantation et transport) nous ont permis d'observer un effet Hall extraordinaire et d'en faire l'analyse en terme de contribution linéaire et quadratique de la résistivité longitudinale.

Les mesures de résistivité longitudinale ont montré une augmentation de la magnétorésistance à champ faible dont on peut expliquer l'origine par un effet d'AMR. Néanmoins, ces mesures n'ont pu être menées que sur un seul film lithographié pour lequel on ne dispose pas des mesures de résistivité de Hall. Toutes les autres mesures réalisées sur des couches pleines peuvent introduire des contributions transverses parasites. Pour valider avec certitude l'hypothèse d'un effet d'AMR, des mesures avec le champ dans le plan sont prévues pour la suite ainsi que de nouvelles mesures sur des films lithographiés.

La comparaison des champs coercitifs obtenus au SQUID et au PPMS sont en relativement bon accord et ne confirme pas ce que mentionne la littérature, à savoir que les champs coercitifs obtenus à partir des cycles de résistivité sont plusieurs fois plus grands que ceux déterminés par les mesures SQUID. Les faibles écarts qui apparaissent dans les films étudiés peuvent être expliqués simplement par l'inhomogénéité lors de l'élaboration des films qui possèdent une surface assez grande. On retiendra de cette observation que s'il est pertinent de comparer entre-elles les mesures de résistivité longitudinale et de Hall qui sont effectuées simultanément (même température, même échantillon), la comparaison entre-elles des

mesures d'aimantation et de transport a beaucoup moins de sens et il faut rester prudent. En effet, non seulement on utilise deux échantillons différents et de surcroît, rien ne nous garantit que les températures de travail soient rigoureusement identiques dans les deux appareils de mesures.

Concernant les vanes de spin, la question de l'observation d'un éventuel effet de magnétorésistance géante se pose toujours à l'issue des mesures effectuées durant ce stage. La forme « piquée » de l'augmentation de la Magnétorésistance dans les vanes reste encore à élucider. Des mesures complémentaires sont manifestement nécessaires pour approfondir cet aspect.

Remerciements

Merci à Danielle Pierre ainsi que Michel Hehn pour l'élaboration des échantillons indispensables à la réalisation de cette étude.

Un grand merci à Sylvie Robert pour m'avoir initiée aux mesures de diffraction de rayons X.

Merci également à François Montaigne et Gladys Lengaigne qui ont accepté de réaliser les travaux de lithographie sur les films ainsi que la formation pour la gravure.

Je tiens également à remercier Daniel Lacourt pour m'avoir montré sa technique pour les contacts électriques ainsi que pour sa bonne humeur permanente.

Mille mercis à Julien Cucchiara pour sa grande maîtrise de la technique du wire bonding et pour avoir connecté mes échantillons.

Je tiens à remercier Christine Bellouard pour son aide sur les mesures SQUID. Mes remerciements vont aussi à Luc Moreau et à Stéphane Suire qui m'ont permis de satisfaire mes besoins en Hélium tout au long de ces six mois de manips.

Merci aussi à Christian Senet pour sa sympathie et sa capacité à résoudre l'ensemble des problèmes informatiques du laboratoire.

Merci également à tous les autres doctorants ou stagiaires que j'ai rencontrés durant ce stage pour leur sympathie et tout particulièrement à Mathias Gottwald pour m'avoir aidé à faire le plein d'hélium et pour m'avoir souvent remonter le moral lors de mes moments de découragement.

Mes remerciements vont bien sûr à Karine Dumesnil pour m'avoir encadrée et avoir fait preuve de beaucoup de patience face à mes nombreuses bêtises. Je remercie aussi Catherine Dufour. Durant ces six mois de stage, elles m'ont fait bénéficier de leurs connaissances, tant théoriques qu'expérimentales.

Bibliographie

- [1] H.Adachi et H.Ino, Nature **401** (1999) 148
- [2] A.K. Grover, S.K. Malik et R.Vijayaraghavan, J. Appl.Phys. **50** (1979) 7501
- [3] Avisou A, Dufour C, Dumesnil K and Pierre D 2006 *J.Cryst Growth* **297** 239
- [4] Avisou A, Dufour C, Dumesnil K and Pierre D 2006 *J.Cryst Growth* **297** 239
- [5] Epitaxial films of $Sm_{1-x}Gd_xAl_2$, a zero moment ferromagnet, A. Avisou, K. Dumesnil et C. Dufour, *J.Mag.Mag.Mat.* **316**,317 (2007)
- [6] Epitaxial films of $Sm_{1-x}Gd_xAl_2$, a zero moment ferromagnet, A. Avisou, K. Dumesnil et C. Dufour, *J.Mag.Mag.Mat.* **316**,317 (2007)
- [7] N.W.Ashcroft et N.D.Mermin, « Physique du solide », EDP Science (2002)
- [8] E. Trémolet de Lacheisserie, « Magnétisme », tome I, EDP Sciences (2000)
- [9]. J.W. Taylor, J.A Duffy, Phys. Rev. B **66** (2002) 161319.
- [10] F. Cayssol, thèse de doctorat : « Etude de la dynamique d'une paroi magnétique dans des pistes submicroniques. », Université Paris-Diderot (2003),
- [11] Z H Wu, J L Luo , Z J Chen , G T Liu, J. Appl. Phys.38 (2005) 3567-3571
- [12] Intermetallics : Hall Effect
- [13] L.Berger, *Physical Review B*, vol2,**11** (1970)
- [14] A.Avisou, these de doctorat : "Croissance épitaxiale et propriétés magnétiques des films de $Sm_{1-x}Gd_xAl_2$: un ferromagnétique sans moment", Université Henri Poincaré, Nancy I.
- [15] M.Christen, B. Giovannini, and J.Sierro, *Physical Review B*, vol**20**.11 (1979)
- [16] I.A Campbell, A. Fert, « Ferromagnetic Materials », vol 3, 1982
- [17] A.K. Gangopadhyay, R.K. Ray, and A. K. Majumbar, *Physical Review B* **30** (1984) 1801.
- [18] X.H. Chen, K.Q. Wang, P.H. Hor, Y.Y. Xue, C.W. Chu, *Phys. Rev. Lett.* 72(2005) 054436.