La réflectivité de neutrons polarisés avec analyse de polarisation : un outil de choix pour l'étude des couches minces magnétiques

F. Ott

► To cite this version:

F. Ott. La réflectivité de neutrons polarisés avec analyse de polarisation : un outil de choix pour l'étude des couches minces magnétiques. Journal de Physique IV Proceedings, 1996, 06 (C7), pp.C7-77-C7-81. 10.1051/jp4:1996709 . jpa-00254497

HAL Id: jpa-00254497

<https://hal.science/jpa-00254497>

Submitted on 1 Jan 1996

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

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

La réflectivité de neutrons polarisés avec analyse de polarisation : un outil de choix pour l'étude des couches minces magnétiques

F. Ott

Laboratoire Léon Brillouin, Centre d'Études de Saclay, 91191 Gif-sur-Yvette cedex, France

Résumé : La réflectivité de neutrons polarisés avec analyse de polarisation est une technique qui permet d'obtenir des renseignements très précieux sur la structure de couches minces magnétiques. Outre la détermination de la structure chimique des films (épaisseur, interdiffusion entre couches...) comme le permettent les techniques classiques de réflectivité, la réflectivité de neutrons polarisés permet de déterminer des profils d'aimantation vectoriels dans des films ou des multicouches magnétiques.

1. INTRODUCTION

Ces dernières années ont vu un grand regain dans l'étude des couches minces magnétiques. De nouveaux phénomènes physiques ont été observés dans ces structures artificielles nanométriques. En effet à ces échelles que l'on maîtrise bien maintenant, les propriétés de surface jouent un rôle prépondérant. On voit donc l'apparition de phénomènes tels que l'anisotropie magnétique perpendiculaire ou bien la diminution ou l'augmentation des moments en surface. La réflectométrie de neutrons polarisés a subi un grand essor depuis une dizaine d'années. C'est un outil pratiquement unique pour l'étude de ces problèmes. En effet, la réflectivité de neutrons avec analyse de polarisation permet de déterminer un profil d'aimantation vectoriel dans l'épaisseur d'un film magnétique.

2. LA REFLECTIVITE DE NEUTRONS

La réflectivité de neutrons est une technique identique à la réflectivité de rayons X [1]. En mesurant la réflexion spéculaire d'un faisceau de neutrons en fonction de l'angle d'incidence, on peut déterminer la structure interne d'un film mince. L'amplitude de diffusion magnétique des neutrons étant du même ordre de grandeur que l'amplitude de diffusion nucléaire, l'utilisation de neutrons polarisés permet de déterminer des profils d'aimantation vectoriels dans des structures assez complexes [2-4]. Si on considère un faisceau de neutrons ayant deux états de polarisation up et down, les courbes de réflectivité des neutrons conservant leur état de polarisation après réflexion (incident up (resp. down)), réfléchis up (resp. down)) donnent des informations sur l'aimantation le long de l'axe de quantification des spins des neutrons (i.e. le champ extérieur appliqué). Les courbes de réflectivité des neutrons ayant flipé après réflexion sur l'échantillon (incident up (resp. down), réfléchis down (resp. up)) donnent des informations sur l'aimantation perpendiculaire à l'axe de quantification. Un formalisme complet peut être trouvé dans la référence [5].

3. LE REFLECTOMETRE A NEUTRONS POLARISES PADA

Le réflectomètre PADA construit au réacteur Orphée du Centre d'Etudes de Saclay est un spectromètre deux axes à neutrons polarisés avec analyse de polarisation. La longueur d'onde de travail est fixée à 0.4 nm. Le flux après analyse est de 3.10^4 n/s/cm². La divergence du faisceau est réduite à 0.03°. La polarisation et l'analyse sont réalisées par l'utilisation de supermiroirs polarisants. Pour augmenter le rapport de flipping, on effectue une double réflexion dans le polariseur et l'analyseur. La transmission de chaque polariseur est d'environ 70%. On peut obtenir des rapports de flipping allant jusqu'à 80. Un cryostat contenant deux bobines supraconductrices permet de faire varier la température de 1.5 K à 300 K dans un champ de 3.5 T appliqué soit parallèlement soit perpendiculairement au plan de l'échantillon. La figure 1 montre un schéma du dispositif expérimental.

Figure 1 : Un monocristal de graphite (b) permet d'obtenir un faisceau monochromatique ($\lambda = 4\text{\AA}$). On polarise les neutrons par une réflexion sur un supermiroir polarisant (c). On peut changer le signe de polarisation du faisceau grâce aux « flippers » (d). Le faisceau est fortement collimaté par les fentes (e). Après réflexion sur l'échantillon (f), on dispose d'un système d'analyse symétrique au système de polarisation.

4. POSSIBILITES DE MESURES

La technique de réflectivité de neutrons polarisés permet de faire des mesures sur des structures en multicouches et de déterminer directement l'ordre magnétique : ferromagnétique, antiferromagnétique, hélicoïdal... Des mesures très intéressantes sont présentées dans un article de C. Dufour sur la diffraction de neutrons par les superréseaux et films épitaxiés à base de terres rares [6]. Il est aussi possible de faire des mesures de cycles d'hystérésis sélectifs en profondeur [7]. Ces mesures donnent des valeurs absolues en μ_B par atome.

De manière générale, la sensibilité de la technique de réflectivité de neutrons polarisés permet de mesurer des moments inférieurs à 0.1 μ_B par atome. Les moments de très fines couches de fer (2-3 monocouches) en sandwich entre deux couches de tungstène ont pu être mesurés [8]. Sur des échantillons plus épais tels que des monocristaux de fer la précision peut atteindre 0.01 μ_B .

5. EXEMPLES DE MESURES

L'apport essentiel de la technique de réflectivité de neutrons polarisés avec analyse de polarisation est la mesure de profils magnétiques vectoriels. Dans des couches simples, des rotations de l'aimantation peuvent apparaître sous l'effet d'anisotropies de surface [9], de polarisation RKKY de surface [10] ou de contraintes mécaniques [11].

5.1. Profil d'aimantation dans une triconche Au(8nm)/Co(3nm)/Au(28nm) [9].

Pour illustrer la sensibilité de la technique, citons l'exemple d'une triconche Au(8nm)/Co(3nm)/Au(28nm) déposée sur float glass. Les mesures de neutrons montrent que l'aimantation n'est pas homogène dans toute l'épaisseur de la couche de cobalt mais part d'une direction planaire au niveau de la première couche d'or qui est parfaitement plane et sort progressivement du plan pour atteindre un angle de 15° au niveau de la deuxième couche d'or qui est plus rugueuse (cf. figure 2)

Figure 2 : description de la triconche et résultat de l'ajustement numérique des courbes mesurées par réflectivité de neutrons. Les alliages d'interface ont une composition fixée à 50% de chaque élément.

5.2. Profil d'aimantation dans des couches minces de nickel soumises à des contraintes mécaniques [11].

Dans des films minces de permalloy, une très forte dépendance des constantes magnéto-élastique (ME) en fonction de l'épaisseur du film mince a été observée [12]. Ce comportement a été expliqué en décrivant la constante ME comme la somme d'une contribution volumique plus une contribution de surface décroissant comme l'inverse de l'épaisseur du film : $B_{eff}(z) = B_{bulk} + B_{surf}/(z-z_0)$. Par réflectivité de neutrons polarisés, nous avons pu mettre en évidence que ce gradient de constante ME pouvait induire des gradients de rotation dans des films minces soumis à des contraintes mécaniques externes (appliquées par déformation mécanique du substrat). La figure 3 montre les courbes de réflectivité pour une couche de nickel de 40 nm non contrainte puis soumise à une contrainte d'élongation de 3×10^{-4} (en déformation relative). Le tableau 1 résume les résultats des ajustements numériques pour deux couches différentes. L'aimantation présente des gradients d'environ 10° entre la surface du film et le « bulk » du film.

	18 nm nickel layer deposited on a silicon substrate			40 nm nickel layer deposited on a glass substrate		
	thickness (Å)	m (μB)	α (°)	thickness (Å)	m (μB)	α (°)
alloy layer	26	0.2	56	40	0.177	62.3
1 st nickel layer	35	0.53 ?	62	100	0.53	61.7
2 nd nickel layer	38	0.53	65	100	0.53	70
3 rd nickel layer	38	0.53	64	100	0.53	74.4
4 th nickel layer	35	0.53	57	94.5	0.53	75.3
surface layer	15	0.37	41	31.3	0.5	56.7

Tableau 1 : résumé des ajustements numériques pour des couches minces de nickel. L'aimantation est exprimée en magnéton de Bohr par atome, α est l'angle que fait l'aimantation avec la direction d'application de la contrainte. Les contraintes appliquées aux échantillons sont de 3.6×10^4 en déformation relative.

Figure 3: Courbes de réflectivité mesurées sur un film d'alliage nickel-fer non contraint et sous une contrainte d'élongation de 3×10^4 . Les ajustements numériques sont en trait plein. « Up-up » et « down-down » désignent les neutrons réfléchis qui n'ont pas changé de polarisation, « Up-down » désigne les neutrons qui ont flipé après réflexion.

6. CONCLUSION

Malgré de nombreuses difficultés expérimentales liées à la faiblesse du flux de neutrons et à la qualité des échantillons (planéité, rugosité...) et une limitation théorique importante qui est l'impossibilité de mesurer les moments perpendiculaires à la surface, la réflectivité de neutrons avec analyse de polarisation est un outil unique pour mesurer des configurations magnétiques avec une très grande sensibilité.

Références

- [1] J. Lekner, Theory of reflection (Martinus Nijhoff, Dordrecht, 1987).
- [2] G.P. Felcher, R. O. Hilleke, R. K. Crawford, J. Haumann R. Kleb, and G. Ostrowski, *Rev. Sci. Instrum.* **58** (1987) 609.
- [3] N.K. Pleshanov, *Z. Phys B* **94**, (1994) 233-243
- [4] J. Blundell and J.A.C. Bland, *Phys. Rev. B* **46** (1992) 3391
- [5] C. Fermon, Proceedings of ICNS, Sendai, *Physica B* **213&214** (1995) 910-913.
- [6] C. Dufour, K. Dumesnil, Ph. Mangin, G. Marchal et M. Hennion, *Journal de Physique*, même numéro (1997)
- [7] F. Ott, C. Fermon, à paraître.
- [8] O. Mc Grath, thèse de doctorat de l'université Joseph Fourier, Grenoble 1 (1994).
- [9] E. Train, C. Fermon, C. Chappert, A. Megy, P. Veillet and P Beauvillain, *JMMM* **156** (1-3) (1996) 86-88.
- [10] O.K.F. Mc Grath and al. *PhysicaB* **213&214** (1995) 236-238.
- [11] F. Ott and C. Fermon, to appear in *J.M.M.M.* (E-MRS 96 conference)
- [12] O. Song, C. A. Ballentine, and R. C. O'Handley, *Appl. Phys. Lett.* **64**, (1994) 2593.