

THÈSE

présentée à

L'UNIVERSITÉ SCIENTIFIQUE ET MÉDICALE ET L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE GRENOBLE

pour obtenir le grade
de

DOCTEUR DE 3^{EME} CYCLE

par

Carlos MAZURE

SUJET

Etude de domaines magnétiques , de défauts
cristallins et de la distribution spatiale de
l'aimantation spontanée dans YIG substitué au gallium

Soutenue le 29 Octobre 1980 devant la commission d'Examen

M. G. AUBERT

Président

Mme C. MALGRANGE

M. J. MILTAT

M. J.C. PEUZIN

M. M. SCHLENKER

Examineurs

Ce travail a été effectué au Laboratoire LOUIS NEEL du C.N.R.S.
Je remercie Monsieur J.C. BARBIER pour m'avoir accueilli dans son laboratoire. En ce qui concerne une partie des expériences, leur réalisation a été possible grâce à la coopération des chercheurs du département de Métallurgie du CEN-G, du Réacteur à Haut Flux de l'Institut LAUE-LANGEVIN, et du LURE d'Orsay.

Je suis heureux d'exprimer mes remerciements à Monsieur le Professeur G. AUBERT qui m'a orienté et fourni une aide inestimable lors de mon arrivée à Grenoble. Je lui suis reconnaissant d'avoir accepté la présidence de ce Jury de Thèse.

Il m'est agréable de remercier Madame C. MALGRANGE pour l'honneur qu'elle me fait en participant au Jury.

Je tiens à remercier très particulièrement Monsieur J.C. PEUZIN qui nous a posé le problème qui a constitué le sujet de cette thèse. Grâce à sa disponibilité, il nous a été possible d'affermir les liens entre notre laboratoire et le LETI. Il m'a toujours bien accueilli et m'a consacré du temps pour de longues et fructueuses discussions. Je suis très sensible à sa présence dans le Jury.

Monsieur J. MILTAT m'honore en participant au Jury. Je l'en remercie vivement.

Je suis très heureux de remercier Monsieur M. SCHLENKER que j'ai eu la chance d'avoir comme directeur de recherche. Il m'a appris le sens de l'indépendance en laissant libre cours à mes idées, tout en restant toujours disponible et présent ; cette présence s'est par ailleurs révélée inestimable lorsque j'en ai eu besoin. Sans compter son temps, ni ses efforts, il m'a fait profiter de son expérience et de ses connaissances, et a beaucoup contribué à ma formation. Qu'il soit assuré de ma profonde gratitude.

Monsieur le Professeur Ph. NOZIERES m'a accordé son soutien pour que je puisse entreprendre ce travail. Je tiens à lui exprimer ici ma profonde et respectueuse gratitude.

Je tiens à remercier également tous mes camarades chercheurs et techniciens qui m'ont aidé au cours de cette thèse et dont le concours m'a été très précieux. La liste étant longue, il m'est évidemment impossible de la donner, je les prie de m'en excuser. Je dois tout de même mentionner plus particulièrement J. BARUCHEL, camarade et ami à qui je dois plus que la seule collaboration professionnelle, fructueuse d'ailleurs, et que je remercie bien sincèrement. Je ne saurais d'autre part oublier l'aide apportée par MM. THILLIER et DRAPERI de notre laboratoire, de même que celle de M. RIMET du Groupe des Transitions de Phases, de M. ELOY du LETI et de MM. DAGLEISH et MEZEI à l'I.L.L.

J'ai beaucoup apprécié les conseils et suggestions de M. J.P. GUIGAY du CENG qui m'a aidé d'une manière très efficace à sortir d'impasses où je me suis trouvé plus d'une fois. Il me faut aussi remercier Mmes F. LEFAUCHEUX et M.C. ROBERT à Paris qui m'ont aidé de leurs conseils et connaissances et MM. R. de TOURNEMINE et A. MATHIOT du CENG qui ont mis à ma disposition les appareillages et outils nécessaires pour les expériences entreprises au CENG sans compter leur temps. Je leur suis très reconnaissant. Je voudrais aussi remercier M. J.F. TIERS qui était alors au Laboratoire de Spectrométrie Physique, pour l'aide et le soutien qu'il m'a accordés pendant mon séjour à Grenoble.

Je ne pourrai pas oublier l'aide efficace que Mme Y. RANC m'a apportée lors de la frappe de cette thèse ainsi que celles de MM. M. MIKI et A. DRILLAT et de Mme TREVISSON qui a assuré l'impression de cette thèse.

==:==:==:==:==:==:==:==:==

INTRODUCTION

Les grenats magnétiques, cristaux cubiques ferrimagnétiques, ont constitué dès leur découverte à Grenoble par Bertaut et Forrat (1) en 1956 un centre d'intérêt, d'abord pour la science, et ensuite dans l'industrie, où leur application connaît aujourd'hui un grand essor: hyperfréquences, mémoires à bulles, optique intégrée, etc.

L'un des grands avantages que présentent les grenats est la facilité des substitutions, et le grand nombre de composés qui sont ainsi possibles. On peut, par une substitution bien choisie, modifier et ajuster les propriétés aux valeurs recherchées. Ainsi, dans la technologie des mémoires à bulles, les substitutions permettent de régler le paramètre cristallin du grenat magnétique, support des bulles, par rapport au substrat sur lequel il est épitaxié. L'incohérence des mailles élémentaires (lattice misfit), qui perturbe les caractéristiques des films, est ainsi évitée.

Dans le cas qui nous concerne, le ferrite grenat d'yttrium (Yttrium Iron Garnet, ou YIG) substitué au gallium, la substitution visait à réduire le module de l'aimantation à saturation. Au LETI (Grenoble), par exemple, on taille à partir de ces cristaux des sphères d'environ un millimètre de diamètre, qui sont ensuite utilisées comme résonateurs en hyperfréquences.

La qualité cristalline est un facteur décisif pour la qualité des dispositifs fabriqués. Il a été observé, au LETI, que la valeur de l'aimantation à saturation présente, de bille à bille, une grande dispersion (2). Les fluctuations autour de la valeur recherchée peuvent aller jusqu'à 50% dans le cas de billes de GaYIG pour lesquelles 25% des ions fer étaient substitués par du gallium. De plus, les billes présentent des modes parasites en résonance ferromagnétique. Les études faites au LETI (2) ont montré que l'aimantation est, pour des échantillons taillés dans un même cristal et dans un même secteur de croissance, différente pour des échantillons correspondant à des

moments différents de la croissance.

Tandis que les modes parasites en résonance ferromagnétique sont liés à la présence de défauts de croissance ou à une sphéricité défectueuse, les inhomogénéités de l'aimantation ont une origine moins claire. Nous avons tenté d'apporter des éléments partiels de réponse à ces questions. L'étude a été entreprise en collaboration avec le LETI, qui nous a fourni les échantillons.

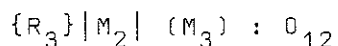
Cette thèse est constituée par l'étude des domaines magnétiques en liaison avec les défauts de croissance, et par celle de la variation de l'aimantation dans la direction de croissance. Elle est divisée en sept chapitres. Dans le premier, nous donnons les généralités sur les caractéristiques des grenats, et en particulier du YIG substitué au gallium; on rappelle au deuxième le principe de nos techniques expérimentales de base. La procédure suivie pour la préparation et le montage de nos échantillons est exposée dans le troisième chapitre. Les deux suivants constituent l'étude des domaines magnétiques et des défauts cristallins. L'étude des variations de l'aimantation est présentée dans les chapitres VI et VII: on y a fait usage de techniques inhabituelles, dont on présente brièvement les principes et les problèmes expérimentaux rencontrés.

CHAPITRE I

LES GRENATS MAGNETIQUES

I.1 - CRISTALLOGRAPHIE DES GRENATS MAGNETIQUES.

Les grenats constituent une famille d'oxydes magnétiques qui cristallisent dans un système cubique centré. La structure cristallographique a été déterminée par Bertaut et Forrat (1) qui ont montré que le groupe d'espace est $Ia\bar{3}d$ (O_h^{10}). La formule générale des grenats s'écrit conventionnellement :



notation qui permet de distinguer les occupants des différents sites de la maille. Les { } correspondent aux sites c, dodécaédriques ; les | | aux sites a, octaédriques et les () aux sites d, tétraédriques. R est un ion, en général trivalent, de la série des terres rares ou d'yttrium, et M correspond au Fe^{3+} pour les composés ferrimagnétiques et au Ga^{3+} et Al^{3+} pour les grenats diamagnétiques. Cette formule $R_3M_5O_{12}$, ne correspond qu'aux grenats les plus simples car des nombreuses substitutions sont possibles dans cette structure (3).

La maille élémentaire est formée par huit groupements $R_3M_5O_{12}$ (160 ions). Le paramètre de la maille est compris entre 12,2 et 12,6 Å. En réalité, du fait de la magnétostriction associée à l'ordre magnétique, la structure des grenats magnétiques n'est que quasi-cubique. D'ailleurs c'est par la différence de déformation magnétostrictive entre domaines qu'il est possible de visualiser les parois magnétiques par topographie aux rayons X (4, 5). Les études des grenats de terres rares à basses températures faites par Sayetat (6) ont montré que la maille a une symétrie plus faible que la symétrie cubique. Le groupe d'espace cristallographique est un groupe rhomboédrique du type $R\bar{3}C$ sous groupe de $Ia\bar{3}d$.

Des expériences récentes ont montré que même les grenats non

magnétiques présentent un léger écart à la cubicité (7) qui est encore mal compris.

I.2 - PROPRIETES MAGNETIQUES DES GRENATS DU TYPE $R_3Fe_5O_{12}$

Le modèle proposé par Néel (8) en 1948 pour expliquer le comportement magnétique des ferrites explique parfaitement celui des grenats magnétiques. Deux sous-réseaux ont, dans ce modèle, des aimantations antiparallèles du fait d'une interaction d'échange négative. Les modules des moments de sous-réseaux n'étant pas égaux, il en résulte une aimantation non nulle et un comportement macroscopique ferromagnétique (en première approximation). Dans le cas de grenats où R n'est pas un ion magnétique, par exemple Y, Lu, La, l'aimantation spontanée observée résulte de l'interaction d'échange entre les ions Fe^{3+} qui occupent les sites a et d. Le nombre d'ions n'étant pas le même dans les deux sous-réseaux 3 Fe^{3+} dans les sites d, tétraédriques ; 2 Fe^{3+} dans les sites a, octaédriques, l'aimantation résultante correspond donc au moment d'un ion Fe^{3+} ($5\mu_B$). Ceci a été vérifié dès les premières expériences (9-12).

Pour les grenats de terres rares magnétiques (Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm et Yb), il s'agit d'un ferrimagnétisme à trois sous-réseaux (13) comme le démontra R. Pauthenet en 1956 (14). Les moments des ions R s'ordonnent dans un sens opposé au moment résultant des ions Fe^{3+} sous l'influence de l'interaction fer-terre rare. L'ordre ferrimagnétique local est gouverné au total par six interactions négatives et de type super-échange (15, 16).

- Interactions Fer-Fer : J_{aa} , J_{dd} , J_{ad}

Les deux premières probablement de type super-échange (via deux ions diamagnétiques : O^{2-}) sont très faibles. La troisième, J_{ad} , est la plus forte. Elle est équivalente à un champ moléculaire de l'ordre de 2.10^6 gauss. Il y a donc un couplage antiferromagnétique très important. Les interactions fer-fer ont été étudiées par de nombreux auteurs (17-22) ; il subsiste néanmoins des écarts considérables au niveau des valeurs de J_{aa} et J_{dd} (23) que l'on trouve dans la littérature.

- Interactions Fer - Terre Rare : J_{cd} , J_{ca}

Elles ne sont pas négligeables et croissent quand la température décroît. En particulier, J_{cd} est environ dix fois plus petite que J_{ad} (17,24) et beaucoup plus grande en valeur absolue que J_{ca} .

Les ions Fe^{3+} tétraédriques étant les premiers voisins de

l'ion de terre rare et il est évident que le champ d'échange proviendra presque totalement d'eux. J_{cd} étant négatif, les ions de terre rare vont se coupler antiferromagnétiquement aux ions Fe^{3+} des sites a, et l'alignement des moments des terres rares sera par conséquent antiparallèle au moment résultant des ions fer. Les interactions fer-terre rare sont totalement affectées par la température (25). Au fur et à mesure que la température augmente, l'arrangement des moments des ions R dans les sites c est de plus en plus désordonné. Au-dessus de la température de compensation, l'aimantation résultante a le sens des moments des ions Fe^{3+} dans les sites d, tétraédriques. A la température de compensation, l'aimantation spontanée est nulle, mais l'ordre magnétique microscopique subsiste. Le moment résultant du sous-réseau c est égal en module au moment résultant de l'interaction entre les sous-réseaux a et d. Au-dessous de cette température, le sens de l'aimantation spontanée est celui des sites c, dodécaédriques.

La température de compensation θ_c des divers grenats s'étend sur une large gamme allant de $4 < \theta_c < 20,4$ K pour le TmIG à 290 K environ pour le GdIG (14).

- Interactions Terre Rare - Terre Rare : J_{cc}

Ces interactions sont normalement négligeables (19), puisque approximativement 100 fois plus faibles que les interactions J_{ad} (25).

Cependant, très récemment Falileev (26) a montré qu'il faut tenir compte des interactions terre rare-terre rare au-dessous d'une température critique d'environ 150 K pour expliquer le comportement en température de l'aimantation spontanée.

Les directions de facile aimantation observées à température ambiante dans les grenats sont les diagonales $\langle 111 \rangle$ du cube. Dans le développement en série de l'énergie magnétocristalline en fonction des cosinus directeurs α_i de l'aimantation spontanée par rapport aux axes du cube :

$$E_k = K_1 \sum_{\substack{i,j \\ i < j}} \alpha_i^2 \alpha_j^2 + K_2 \alpha_1^2 \alpha_2^2 \alpha_3^2 \quad (I-1)$$

ceci correspond à un coefficient d'anisotropie K_1 négatif, le coefficient K_2 étant en général négligeable devant K_1 .

A basses températures, plusieurs grenats de terres rares présentent des comportements magnétiques plus complexes. Ainsi à 4,2 K le SmIG et le ErIG ont comme directions de facile aimantation $\langle 110 \rangle$ et $\langle 100 \rangle$ (27) respectivement. Au-dessous de la température de compensation des structures non colinéaires des moments de terres rares, structure en parapluie, ont été observées. Les structures en parapluie

ont été étudiées dans le TbIG et le TbIG substitué au Gallium par F. Sayetat (6).

I.3 - CROISSANCE DE MONOCRISTAUX MASSIFS : LA METHODE DU FLUX

3.1 - Méthodes de croissance des monocristaux massifs

Plusieurs méthodes de croissance ont été essayées pour obtenir des cristaux de haute qualité cristalline : les plus importantes sont :

- . La méthode de Czochralski (28, 29) qui consiste à tirer un cristal à partir d'un germe d'un mélange d'oxydes fondus dans une atmosphère d'azote.
- . La méthode du flux (30 - 32) : un bain composé par un mélange d'oxydes et par un solvant est porté à haute température, environ 1200°C. La croissance commence par nucléation spontanée, puis se poursuit par la sursaturation obtenue en abaissant lentement la température du bain. Une variante de cette méthode est le tirage à partir du flux en introduisant un germe qui est ensuite tiré.
- . La synthèse hydrothermale (33) sous haute pression est un cas intermédiaire entre la croissance par vapeur et de solution. Le principe est similaire aux techniques de bain fondu où le cristal est produit à partir d'une solution sursaturée. Les solvants dans le cas de grenats sont généralement des solutions aqueuses, la température d'environ 400°C et la pression de quelques centaines d'atmosphères.
- . Une variante de la méthode de zone flottante (34-37) dont l'avantage principal est de ne pas avoir besoin de creuset. Une région fondue est maintenue entre une charge polycristalline frittée et un germe monocristallin par la tension superficielle du liquide.

Seules les méthodes Czochralski et du flux permettent aujourd'hui d'obtenir des cristaux de bonne qualité et de dimensions de l'ordre du cm^3 . Signalons néanmoins que récemment des progrès ont été faits par Kitamura et al (36) et Torri et al (37) qui ont pu obtenir des monocristaux de YIG et GaYIG par la méthode de zone flottante, de qualité comparable à ceux obtenus par la méthode du flux.

3.2 - La Méthode du Flux

Tous les échantillons de YIG substitué au gallium que nous avons étudiés ici ont été produits par la méthode du flux.

Puisque les grenats de fer ont une fusion non congruente, les monocristaux doivent passer à une température aussi basse que possible. L'utilisation d'un solvant, le flux, permet d'abaisser la température de fusion et de travailler non pas à $\sim 1555^\circ\text{C}$, température de fusion du YIG dans l'air (30,38) mais vers 1200°C. Le solvant qui a été utilisé pour

la croissance de nos échantillons est le $\text{PbO-PbF}_2\text{-B}_2\text{O}_3$, proposé par Van Uitert et al (31) pour le YIG. L'ensemble d'oxydes et solvant est introduit dans un creuset en platine qui est fermé hermétiquement.

Dans la méthode du flux, la croissance d'un cristal est provoquée par la sursaturation du bain fondu. Au fur et à mesure que la croissance se poursuit, la température du creuset contenant l'ensemble cristal-bain fondu est abaissée de manière à conserver un bain sursaturé et ne pas arrêter la croissance. Le refroidissement graduel du creuset est fait d'après un programme de température constitué de faibles sauts négatifs de température allant de 2°C/h jusqu'à $0,3^\circ\text{C/h}$ et qui sont affichés à différents stades de la croissance. Le programme de température utilisé pour la croissance de nos échantillons est montré sur la figure I-1

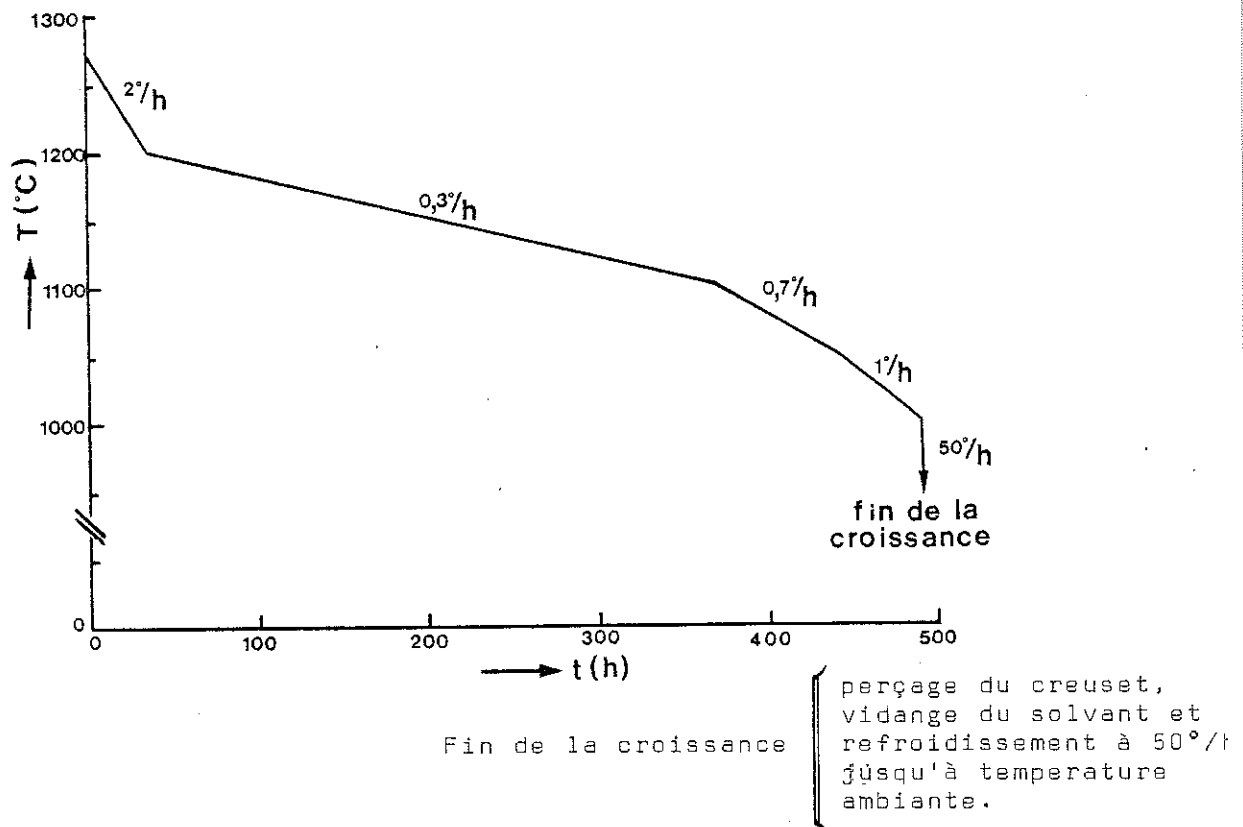


Fig. 1 - Programme de température pour la croissance du YIG et du GaYIG.
Par simplicité on a représenté les sauts de température du programme par une droite avec la pente moyenne correspondante.

Les cristaux fabriqués par cette méthode ont généralement :

- un faible taux de dislocations. Des cristaux exempts de dislocations ont même été obtenus (5) ;
- une bonne stoechiométrie.

Les principaux défauts sont les bandes de croissance et les inclusions de flux.

L'ACRT (Accelerated Crucible Rotation Technique) a été proposé par Scheel et Scholz-Dubois (39, 40) pour homogénéiser le bain fondu en accélérant et en décélérant le creuset. L'effet est de remuer le bain pendant le refroidissement du creuset. Un meilleur contrôle de la nucléation est ainsi possible. L'étude de Wende et Görnert (41) sur l'application de l'ACRT à la croissance du GaYIG indique que le taux d'inclusions est notablement diminué mais en ce qui concerne la vitesse de croissance ou la densité d'autres défauts tels que les dislocations ou les bandes de croissance des différences significatives n'ont pas été trouvées.

D'autre part, des études (42) sur l'influence du programme de température sur l'apparition des bandes de croissance montrent l'importance des fluctuations de température pour l'incorporation d'impuretés dans le cristal.

3.3. - Principaux défauts des cristaux élaborés dans un flux.

3.3.1. - Bandes de croissance

Les défauts les plus couramment rencontrés sont les bandes de croissance. Leur origine est liée aux variations de la sursaturation du bain par des fluctuations de la température du flux ou par des changements des courants de convection. La cause de ces variations trouve en grande partie son origine dans des facteurs technologiques mais il se peut aussi que certaines bandes de croissance, fines et périodiques, soient le résultat d'un phénomène inhérent à la croissance (42).

Bien que le processus qui conduit à la formation des bandes de croissance n'est pas complètement élucidé, il est communément admis qu'il s'agit de dépôts préférentiels d'impuretés sur un "plan" qui constitue à ce moment la face du cristal. Ceci entraîne un léger écart à la stoechiométrie et donc une petite variation du paramètre cristallin dans la direction de croissance.

Dans le plan de faute, les dimensions de la maille sont bloquées, les couches successives de cristal devant être compatibles. Autrement, des distorsions entre bandes de croissance apparaissent, lesquelles doivent être ensuite relaxées, par exemple par la formation des dislocations.

Les stries de croissance se développent toujours perpendiculairement à l'une des directions de croissance et sont particulières à chaque secteur de croissance. Les facettes naturelles des grenats sont du type $\{211\}$ ou $\{011\}$.

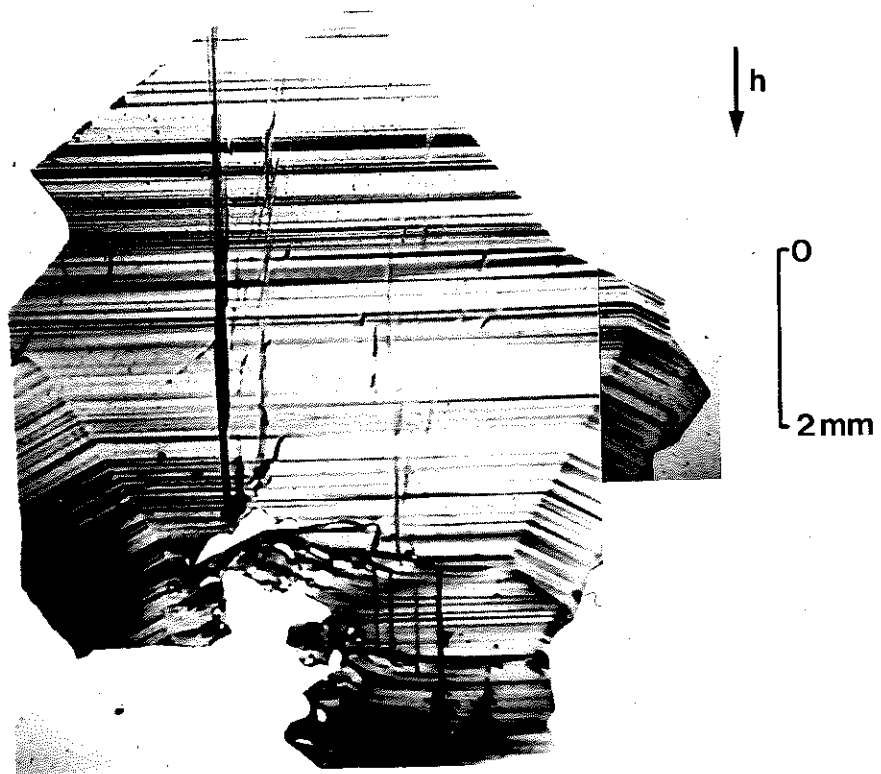
Le champ de déformation des bandes de croissance est associé à un déplacement de plans atomiques dans la direction de croissance, perpendiculairement au plan de faute. Comme on le verra dans le deuxième chapitre, ceci est la raison de la disparition du contraste des bandes de croissance pour les réflexions où le vecteur $\vec{h}$, vecteur du réseau réciproque associé aux plans réflecteurs, est perpendiculaire à la direction de croissance (c.f. condition 2.7). Les bandes de dissolution (43, 44) échappent à cette règle (45). Ces défauts apparaissent comme conséquence des sauts considérables de température qui font augmenter rapidement et de façon transitoire la température du bain. Cela amène à une dissolution du cristal jusqu'au rééquilibrage de la température du bain où la croissance recommence. Nous traiterons plus en profondeur ces défauts "plans" dans le Chapitre V car ils sont des sites de nucléation de domaines particuliers.

Les impuretés ségréguées dans les bandes de croissance peuvent être :

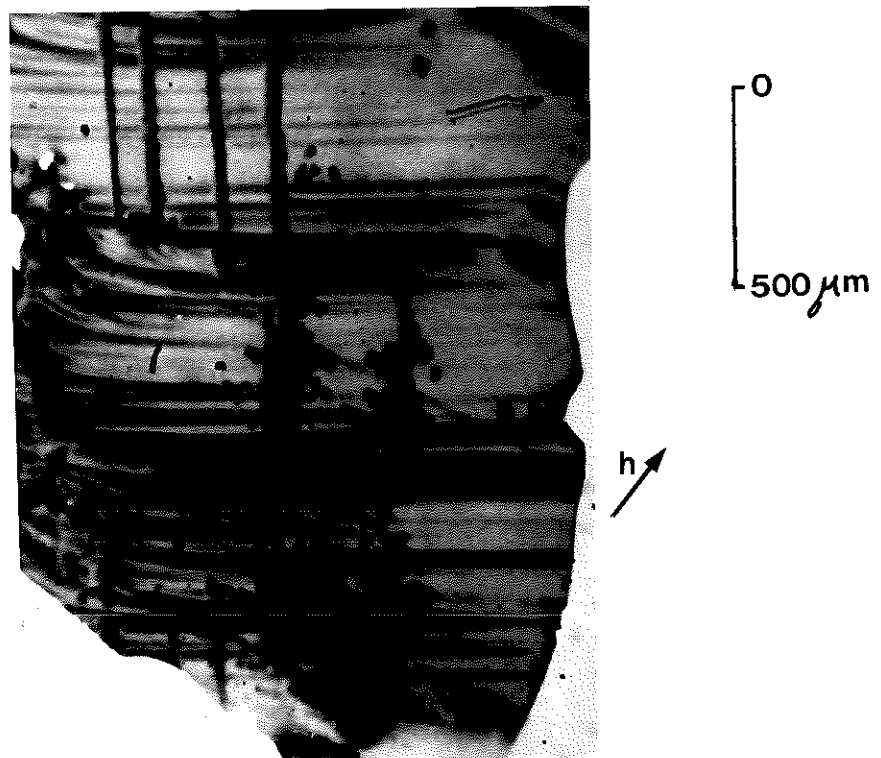
- des contaminants du solvant ;
- des composants du solvant incorporés ;

En n'utilisant que des produits de haute pureté, il est possible d'éliminer presque entièrement la ségrégation des contaminants. Par contre, l'incorporation de composants du solvant est plus difficile à éviter. Le plomb et le fluor sont les impuretés de concentration la plus importante (46, 48). L'incorporation du plomb augmente au fur et à mesure que la température décroît (42, 48). Les ions de plomb sont l'un des principaux responsables de l'anisotropie de croissance (49) et d'une absorption accrue (48) de la lumière dans le visible et le proche infra-rouge. D'autres impuretés comme le Fe^{2+} (46), le complexe $(\text{BO}_3)^{3-}$ (50) et le Pt^{4+} (46) sont également trouvées mais dans une proportion moindre.

La figure I-2, topographie d'une plaquette de GaYIG, nous donne une idée plus concrète de la géométrie des bandes de croissance. Elles apparaissent sur la topographie comme une série de contrastes rectilignes blancs et noirs. On distingue trois secteurs de croissance où les traces des bandes de croissance ont chaque fois une orientation différente. De même on peut remarquer que la partie inférieure du cristal est une région inhomogène et très perturbée. Par contre, la partie supérieure, plus importante en surface, montre une croissance ordonnée et bien définie. Cela fait penser que la formation de cette dernière est postérieure. La croissance qui suit la nucléation est rapide et régulière ; il paraît donc raisonnable de supposer que la partie inférieure correspond à ce stade



a



b

Fig. I-2 - Défauts habituels dans les grenats :

bandes de croissance, dislocations et inclusions. Topographie d'une plaquette de GaYIG, $x \sim 1$, d'orientation (111).

a) Vue d'ensemble

b) Région accidentée correspondant probablement aux débuts de la croissance.

et que la croissance s'est développée vers la partie supérieure. Le sens de la croissance que l'on trouve ainsi est en accord avec le critère de la non-existence d'angles rentrants.

On déduit ainsi non seulement la direction mais aussi le sens de la croissance.

3.3.2 - Dislocations et Inclusions

Les dislocations et les inclusions sont aussi des défauts souvent rencontrés dans les grenats élaborés par la méthode du flux.

Du fait que la nucléation se fait sur les parois du creuset, la première étape de la croissance est irrégulière avec production de dislocations et inclusions. L'effet de la paroi du creuset peut être assimilable au cas où la croissance se fait sur une facette de croissance non habituelle (42) : la formation d'inclusions et des dislocations accompagne la croissance jusqu'à ce que des faces habituelles soient formées. La croissance se poursuit ensuite dans ces nouvelles directions. La figure I-2 illustre bien l'irrégularité de cette première étape de croissance. La plaquette a été découpée perpendiculairement aux bandes de croissance. Dans la région A correspondant au début de la croissance, on observe les inclusions (I) et les dislocations (D). On remarque même la formation d'un front de croissance (F) compétitif à la direction de croissance $[10\bar{1}]$ qui a prédominé ensuite. Une fois le front et la direction de croissance établis (région B), la croissance se développe de façon uniforme. Les amas de dislocations (D_1, D_2, D_3) qui se sont aussi développés ont leur origine (O_1, O_2) dans la première étape. Les contrastes noirs et blancs, perpendiculaires à la direction de croissance, correspondent aux bandes ou stries de croissance.

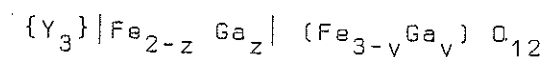
Il a été observé (50, 42) que les inclusions du flux se produisent soit dans la première étape de la croissance, soit dans la dernière et qu'il existe une forte corrélation entre la formation d'inclusions et le régime de refroidissement employé. De longues fluctuations de la température sont essentielles pour la formation d'inclusions tandis qu'il suffit de très courtes pour donner lieu à une bande de croissance.

Les dislocations, par ailleurs, ne jouent qu'un rôle mineur. Des faibles taux de dislocations sont facilement atteints par cette technique et elles restent généralement confinées dans la région de croissance irrégulière qui suit la nucléation du cristal. Il semble très probable qu'elles soient corrélées avec des petites inclusions coincées pendant cette première étape de croissance rapide à haute température. Les vecteurs de Burgers pour les dislocations dans les grenats sont du type $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ et $\frac{1}{2} \langle 111 \rangle$ (51).

I-4 - SUBSTITUTION PREFERENTIELLE DU GALLIUM DANS LA STRUCTURE GRENAT :
CAS DU $Y_3Ga_xFe_{5-x}O_{12}$.

L'aimantation résultant de la substitution des ions de Fer par des ions non magnétiques, le Ga^{3+} dans notre cas spécifique, dépend fortement du contenu et de la distribution de l'ion non magnétique dans les sous-réseaux octaédrique et tétraédrique occupés par les ions de fer.

La formule générale s'écrit :



où $x = y + z$ est le taux de substitution total, y et z représentent les taux de gallium dans les sous-réseaux tétraédriques et octaédriques respectivement.

Le Ga^{3+} a une préférence marquée pour les sites d tétraédriques pour les faibles taux de substitution : $x < 1,5$ (52-54). La valeur de l'aimantation varie presque linéairement avec x comme on le remarque sur les courbes de la figure I-3 obtenues par Hansen et al (53).

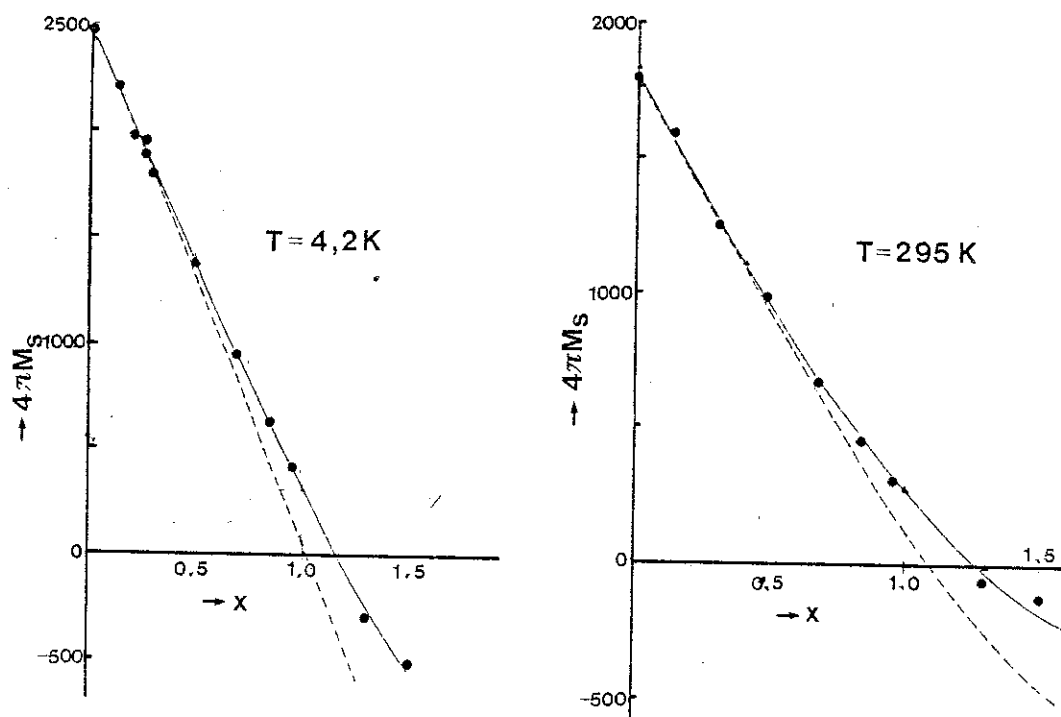


Fig. I-3 - Variation de la valeur de l'aimantation à saturation avec la concentration en gallium. La ligne en pointillés représente le cas où le gallium ne serait que dans les sites d tétraédriques. La ligne entière est obtenue en ajustant les valeurs expérimentales au modèle à deux sous-réseaux. (Les courbes ont été tirées de la réf. (53)).

Le taux d'occupation des sites a, octaédriques et d, tétraédriques, est calculé en ajustant les mesures expérimentales de l'aimantation pour un x donné au modèle à deux sous-réseaux de la théorie de champ moléculaire (8, 55) qui donne des bons résultats dans la région $0 < x < 1,5$, la plus intéressante techniquement.

Le taux de la répartition du gallium dans les sites a et d qui est défini par la fraction :

$$f_t = \frac{y}{x}, \quad x = y + z \quad (1.4)$$

pouvait être affecté par les conditions de fabrication du cristal. Les taux donnés par Hansen et al (53) : $f_t = 0,94$ pour $x = 1$, pour des monocristaux de GaYIG sont supérieurs à ceux indiqués par Geller al (52) pour des échantillons polycristallins ($f_t = 0,90$ pour $x = 1$) (Fig.I-4). Par conséquent, la valeur de $4 \pi M_s$ doit être plus grande pour les polycristaux. A $T = 4,2$ K, on a :

$$4 \pi M_s = 483 \text{ gauss (52)} \quad \text{polycristal}$$

$$4 \pi M_s = 300 \text{ gauss (53)*} \quad \text{monocristal}$$

* Valeur déduite de la courbe donnée par Hansen et al.

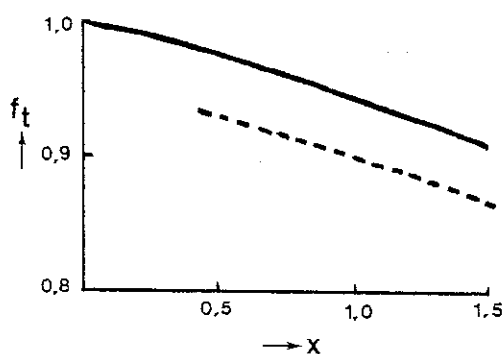


Fig. I-4 - Fraction f_t des ions de Ga^{3+} dans les sites d tétraédriques :

— monocristal
 --- polycristal (52)
 (Tirée de la réf. (53)).

Tableau I-1

Constantes typiques comparées du $Y_{3-x}Ga_xFe_5O_{12}$, $x \sim 1$, à température ambiante.

	Fe	Ni	YIG	GaYIG
$A(10^{-8} \text{ erg.cm}^{-1})$	85,1	81,0	15,8	15,8 (2)
$K_1(10^4 \text{ erg.cm}^{-3})$	47	- 5	- 0,61	- 0,17 (1)
$+ 10^6 \lambda_{100}$	20,7	- 45	- 1,25	- 0,95 (1)
$+ 10^6 \lambda_{111}$	- 21,2	- 24,3	2,73	0,99 (1)
$4\pi M_s (G) \text{ à } T = 295^\circ K$	21580	6084	1797	275
$4\pi M_s (G) \text{ à } T = 4,2 K$	21805	6399	2470	300
$T_c (K)$	1043	631	559	432 (1)

(1) valeurs pour $x = 0,95$

(2) Pour $x \sim 1$, on peut considérer que les coefficients d'échange sont les mêmes que pour le YIG (réf. 18, 53, 56, 57, 58).

De même que l'aimantation spontanée, les autres propriétés magnétiques du YIG sont aussi fortement affectées par la substitution (voir tableau I-1). Hansen (56) donne la variation à 4,2 et 295 K de l'anisotropie K_1 et des constantes de magnétostriction λ_{100} et λ_{111} en fonction du taux de substitution (Fig. I-5).

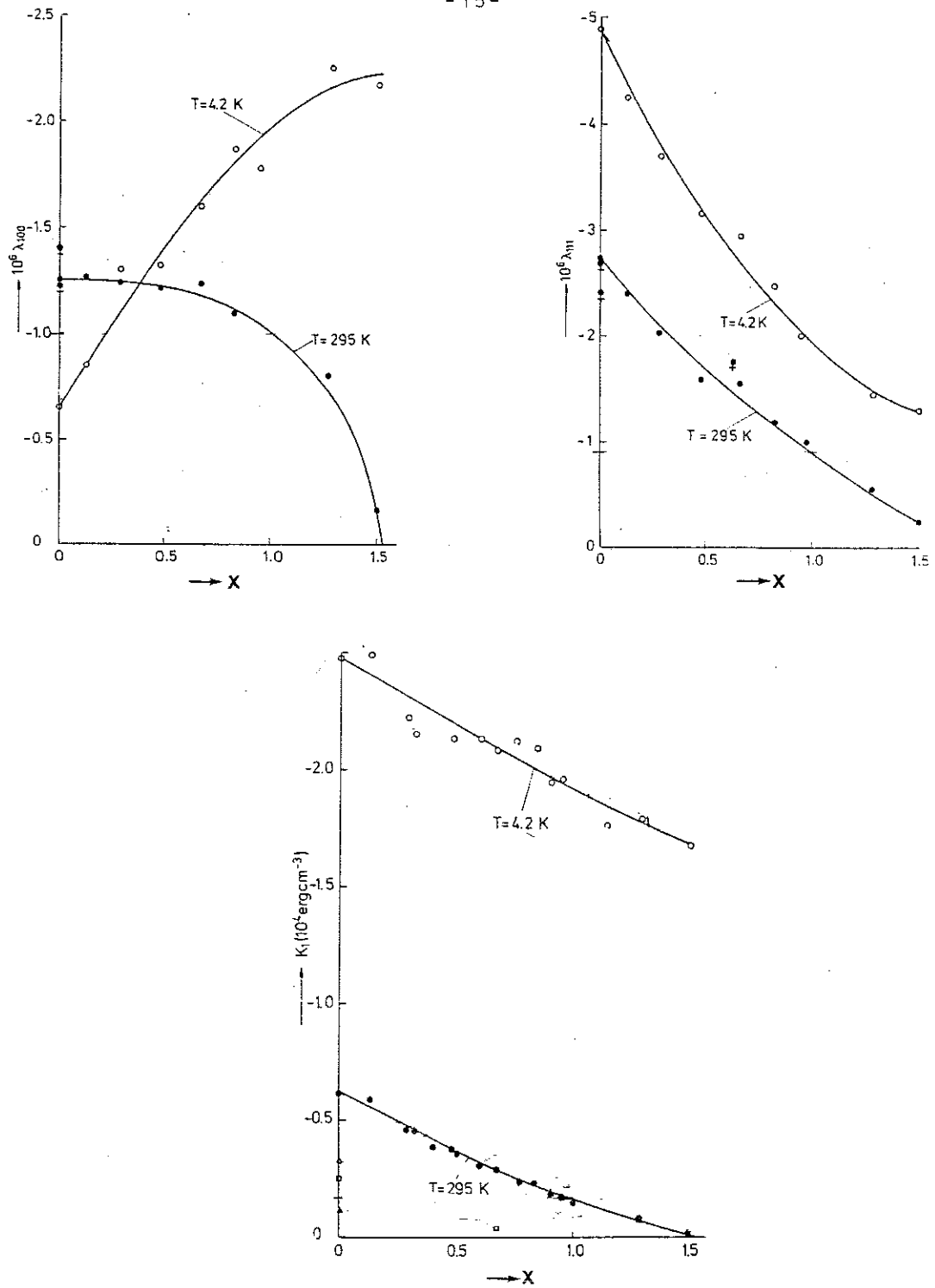


Fig. I-5 - Variation de :

a) λ_{100} , b) λ_{111} et c) K_1 avec le taux x de gallium
à $T = 4,2 \text{ K}$ et 295 K (Tiré de la réf. (56)).

I-5 - DOMAINES MAGNETIQUES DANS LES GRENATS

Dans le YIG comme dans la plupart des grenats, les directions de facile aimantation sont les directions $\langle 111 \rangle$. Les domaines qui en résultent sont alors du type 180° , 71° et 109° . Le plan de paroi satisfait généralement les conditions suivantes :

- la composante normale à la paroi de l'aimantation $\vec{M}_s$ doit se conserver à travers la paroi. C'est la condition $\vec{\nabla} \cdot \vec{M}_s = 0$. Autrement, on aurait une répartition de charges magnétiques au niveau de la paroi qui correspond à une énergie libre trop grande par rapport aux arrangements à divergence nulle possibles :

- les projections $\vec{M}_s$ des deux domaines sur le plan de paroi doivent être dans la même direction et de sens opposés. Ceci est la condition pour les parois sans contrainte.

La première condition est accomplie par les plans $\{001\}$ et $\{011\}$ pour les domaines à 71° et 109° et par les plans $\{111\}$ pour les domaines à 109° mais la deuxième condition réduit ces possibilités à deux : les plans $\{011\}$ et $\{001\}$ pour les parois à 71° et à 109° respectivement (fig. I-6).

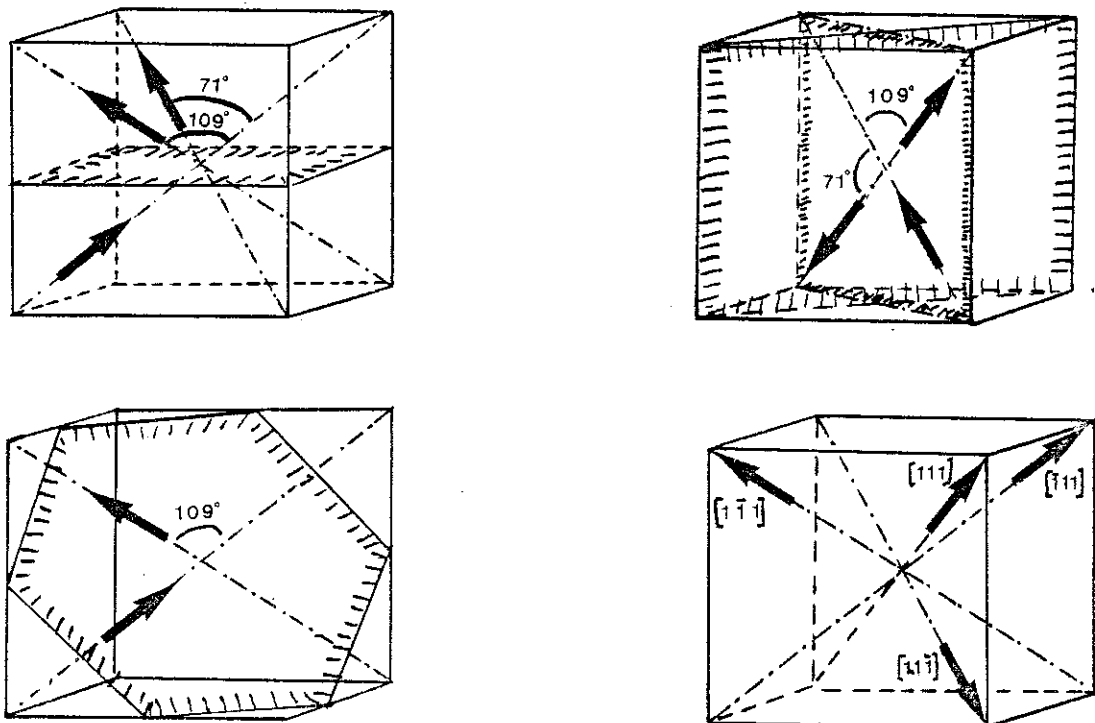


Fig. 1-6 - Parois à 71° et 109° possibles pour la condition $\vec{\nabla} \cdot \vec{M} = 0$

Tableau I-2

Largeurs de parois comparées (59,60)

Largeur de paroi (10^3 Å)	Fe	Ni	YIG	GaYIG
Largeur caractéristique $\delta_0 = \sqrt{A/K_1}$	0,1	0,4	0,5	1,0
$\delta_{71^\circ(110)}$		1,7	2,2	4,1
$\delta_{90^\circ(110)}$	0,5			
$\delta_{180^\circ(110)}$	0,8	3,2	4,0	7,6
$\delta_{180^\circ(112)}$		1,8	2,3	4,3

Tableau I-3

Energies de parois comparées (59,60)

Energie de paroi (Erg.cm ²)	Fe	Ni	YIG	GaYIG)
Energie caractéristique $\gamma_0 = 2\sqrt{A/K_1}$	1,3	0,4	0,06	0,03
$\gamma_{71^\circ(110)}$		0,2	0,03	0,01
$\gamma_{109^\circ(100)}$		0,4	0,07	0,03
$\gamma_{90^\circ(110)}$	4,3			
$\gamma_{180^\circ(110)}$	3,6	0,9	0,13	0,07
$\gamma_{180^\circ(112)}$		0,9	0,14	0,07

Dans le cas des domaines à 180° , les parois ont un continuum d'orientations possibles parallèlement à la direction d'aimantation. Les configurations de domaines à 180° sont alors beaucoup plus diverses que celles des domaines à 71° ou 109° . Par exemple, la Fig. 1-7 nous montre une structure vermiculaire où M_s est perpendiculaire à la surface de la lame, ainsi que les parois qui n'ont pas de plan bien défini. Lorsque l'échantillon contient des directions faciles, des structures à 180° où les parois sont planes et ont un plan cristallographique défini sont possibles. C'est le cas des figures 1-7b et c correspondant à des plaquettes de GaYIG d'orientation (011) et YIG d'orientation (211) respectivement.

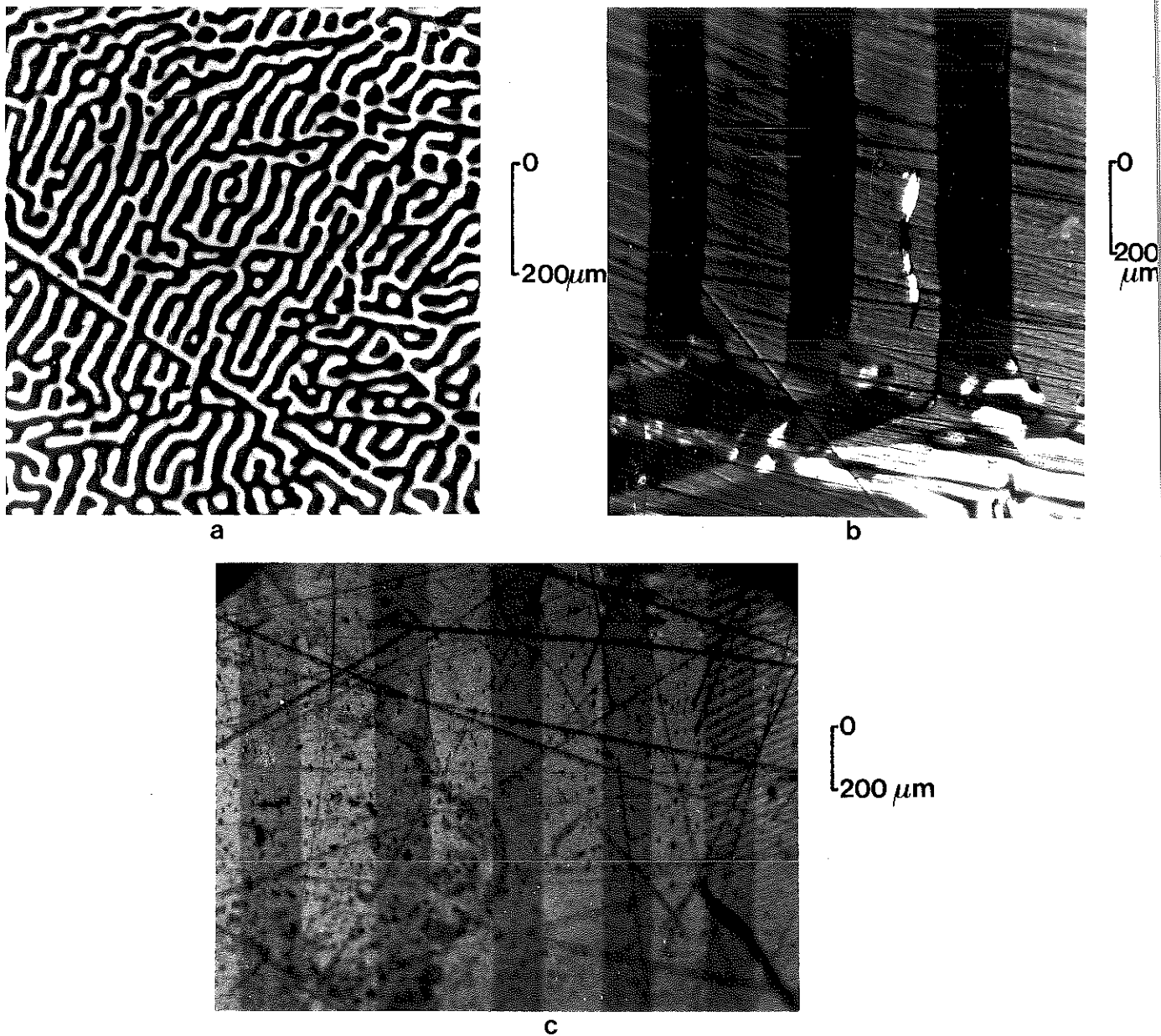


Fig. 1-7 - Domaines à 180° : Plaquettes de GaYIG d'orientation a) (111) et b) (011) ; c) Plaquette de YIG d'orientation (211). Dans les 2 derniers cas, les échantillons sont légèrement inclinés par rapport à la direction de polarisation du faisceau de lumière incident.

C H A P I T R E II

TECHNIQUES EXPERIMENTALES

II-1 - INTRODUCTION

Les études que nous allons présenter dans ce mémoire sont le résultat des recherches menées par des techniques différentes mais complémentaires dans notre cas.

Les techniques de base, comme nous l'avons déjà dit, ont été la topographie aux rayons X et les effets magnétooptiques . Ces deux techniques comme celles que nous avons employées en plus dans le cas du GaYIG sont toutes non destructives. Nous avons donc la possibilité de comparer les résultats obtenus et de refaire les expériences si cela se révélait nécessaire. La topographie et les observations par les effets magnétooptiques présentent de nombreux avantages : les dispositifs expérimentaux sont suffisamment souples pour accepter des montages additionnels et modifier les conditions de l'expérience (champ magnétique, basses températures).

II-2 - TOPOGRAPHIE AUX RAYONS X EN TRANSMISSION

2.1. - La méthode de Lang : Principe.

La méthode de topographie en transmission, proposée en 1958 par A. Lang (61) est l'une des techniques topographiques les plus évoluées. C'est une méthode bien adaptée pour l'étude des monocristaux massifs. Elle permet, entre autres, d'étudier les champs de déformation induits par des défauts non-superficiels.

Le principe est de faire diffracter un pinceau de rayons X sur un cristal réglé en position de Bragg pour une réflexion donnée et de recueillir le faisceau diffracté sur une plaque photographique (Fig. II-1).

Comme détecteur, nous avons utilisé des émulsions nucléaires (62) Ilford L4 de 50 et 100 μm d'épaisseur qui permettent d'atteindre une meilleure résolution qu'avec les films radiographiques normaux.

Le faisceau diffracté forme sur la plaque une image, la topographie, qui correspond à la distribution des intensités diffractées par le cristal. La topographie est donc la carte des intensités du faisceau réfléchi. Les différences d'intensité locale dues à des inhomogénéités dans le cristal diffractant forment sur la plaque des régions de différent noircissement que l'on appelle contrastes. Il faut remarquer qu'il ne suffit pas que le cristal soit déformé pour qu'il y ait un contraste, il faut en plus que la distribution des déformations soit inhomogène.

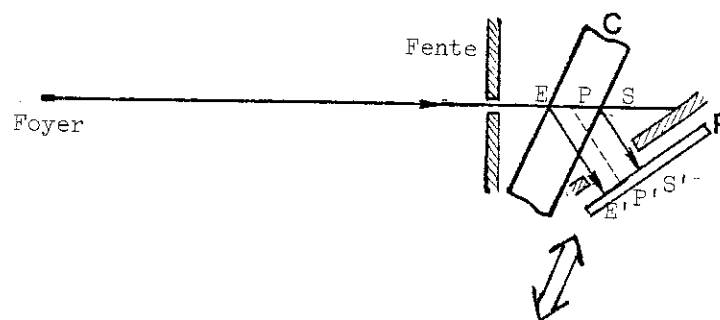


Fig. II-1 - Schéma de la méthode de Lang.

La prise d'une topographie peut se faire soit en pose fixe ou en translation. La première, appelée aussi section, est la projection d'une très fine bande virtuelle du cristal. Dans la topographie en translation, un volume plus important du cristal est étudié. Ceci est fait en déplaçant l'ensemble cristal-plaque par rapport au faisceau des rayons X : c'est l'intégration de toutes les sections correspondantes.

Les renseignements que l'on obtient de ces deux façons sont dans tous les cas complémentaires. La topographie en translation donne une idée générale de la distribution des défauts dans l'échantillon tandis que les sections permettent de situer en volume un défaut précis et le champ de déformation qui lui est associé. Par exemple dans la figure II-1, on voit qu'au jeu des points (E,P,S) sur la trajectoire du faisceau incident correspond sur le cliché le jeu (E',P',S'). Cette correspondance n'est plus possible pour la topographie en translation mais en échange on est renseigné sur l'importance des défauts et de leur entourage.

L'interprétation du contraste se fait à l'aide de la théorie dynamique de la diffraction (63,64).

La topographie est sensible aux déformations de l'ordre de $\Delta a/a \sim 10^{-6}$ comme celles qui peuvent être produites par des changements de stoechiométrie dans la maille du cristal tandis que les méthodes les plus raffinées de diffractométrie n'arrivent à détecter que des distortions de l'ordre de 10^{-3} ou 10^{-4} . Mais en même temps, la bonne sensibilité de la technique constitue l'un de ses handicaps : elle n'est applicable qu'à de très bons monocristaux. La topographie est une technique bien adaptée pour l'étude des défauts isolés.

Le dispositif expérimental, la chambre de Lang, a deux points délicats :

- Il doit être stable. La largeur à mi-hauteur de la réflexion cherchée est en général de l'ordre de la minute. Il suffit donc de faibles mouvements pour que le cristal se trouve hors réflexion ;

- La translation du cristal doit être très uniforme pour éviter un noircissement préférentiel sur le cliché qui pourrait écranter l'information.

Face à la microscopie électronique, la topographie ne peut être considérée comme une technique de haute résolution. Dans le meilleur des cas, la résolution que l'on peut atteindre est de l'ordre du micron (62), $\sim 10^4$ fois plus mauvaise que celle de la microscopie électronique. De plus, elle n'est applicable qu'à des monocristaux de très bonne qualité, mais malgré cela, la topographie présente aujourd'hui un intérêt croissant. Avec cette technique, il est possible :

- d'étudier des échantillons dans une gamme d'épaisseurs correspondant aux propriétés des cristaux massifs par opposition aux couches minces ($\sim 1000 \text{ \AA}$) de la microscopie électronique ;

- de connaître la distribution des défauts dans des cristaux très parfaits (Si, Ge, grenats), ce qui n'est parfois pas possible en microscopie électronique malgré la résolution de l'ordre de l'ångström à cause de la petite surface étudiée ;

- de comparer les résultats obtenus avec ceux d'autres techniques car la topographie est non destructive ;

- de modifier facilement les conditions de l'expérience, i.e. appliquer des champs, introduire un cryostat ou une résistance chauffante, appliquer des contraintes, etc ...

2.2. - Propagation des rayons X dans un cristal parfait.

La condition de diffraction d'une onde arrivant sur un milieu périodique s'exprime géométriquement :

- dans l'espace direct par la loi de Bragg :

$$2 d_{hkl} \sin \theta_B = \lambda \quad (2.1)$$

où d_{hkl} est la distance interréticulaire des plans hkl et θ_B l'angle de Bragg (fig. II-2a).

- dans l'espace réciproque par la relation :

$$\vec{k}_h - \vec{k}_0 = \vec{h} \quad (2.2)$$

$\vec{k}_0$ et $\vec{k}_h$ sont les vecteurs d'onde des ondes incidente et réfléchie respectivement et $\vec{h}$ est le vecteur du réseau réciproque, associé aux plans (hkl) , de module $1/d_{hkl}$. L'intersection des vecteurs $\vec{k}_0$ et $\vec{k}_h$, le point P sur la fig. II-2 représente la réalisation de la condition de Bragg. Plus généralement, le point P correspond à l'intersection des sphères de rayon k tracées autour des points O et H qui définissent le vecteur de diffraction $\vec{h} = \vec{OH}$.

Dans le cadre de la théorie dynamique de la diffraction des rayons X, la condition de diffraction est généralisée à une surface de révolution autour du point P : c'est la surface de dispersion (fig. II-2c).

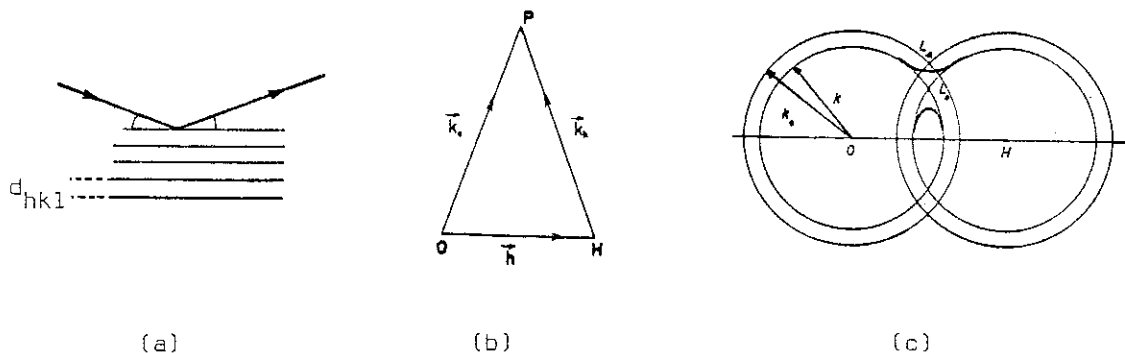


Fig. II-2 - Diffraction d'une onde k dans un milieu périodique.

Dans le cristal, il n'est plus possible de distinguer onde incidente d'onde réfléchie. La propagation de l'énergie se fait alors par des champs d'ondes qui résultent du couplage entre l'onde réfléchie et l'onde transmise par l'intermédiaire du réseau. Pour une onde sphérique incidente comme celle issue d'un générateur aux rayons X, le flux d'énergie est réparti dans l'éventail compris entre les directions transmise et réfléchie appelé le triangle de Borrmann (Fig. II-3). A la sortie du cristal, les champs d'ondes se décomposent en ondes réfléchies et transmises. Les champs d'ondes, excités par une même onde, ne se propagent pas indépendamment ; un battement caractérisé par la période de Pendellösung Λ_0 :

$$\Lambda_0 = \frac{\pi V_c \cos \theta_B}{r_e \lambda |P| \sqrt{F_h F_h}} \sim \text{longueur} \quad (2.3)$$

où V_c est le volume de la maille élémentaire, r_e est le rayon classique de l'électron, λ la longueur d'onde des ondes diffractées, $|P|$ dépend de la polarisation de l'onde incidente et F_h est le facteur de structure. La valeur $1/\Lambda_0$ correspond à la distance entre les sommets des deux branches de la surface de dispersion.

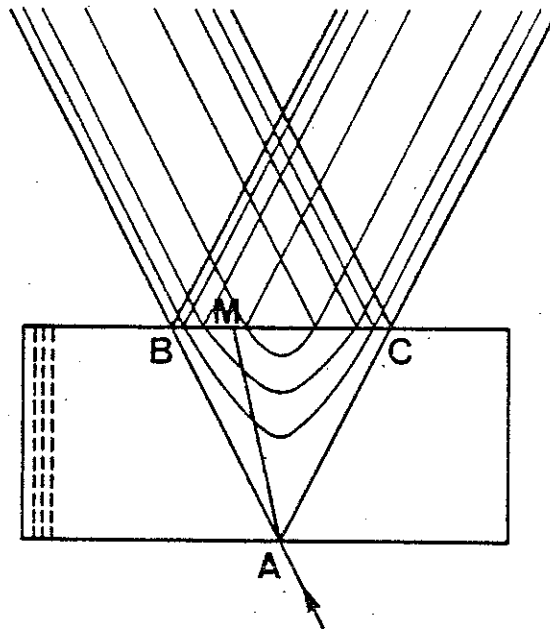


Fig. II-3 - Triangle de Borrmann ABC

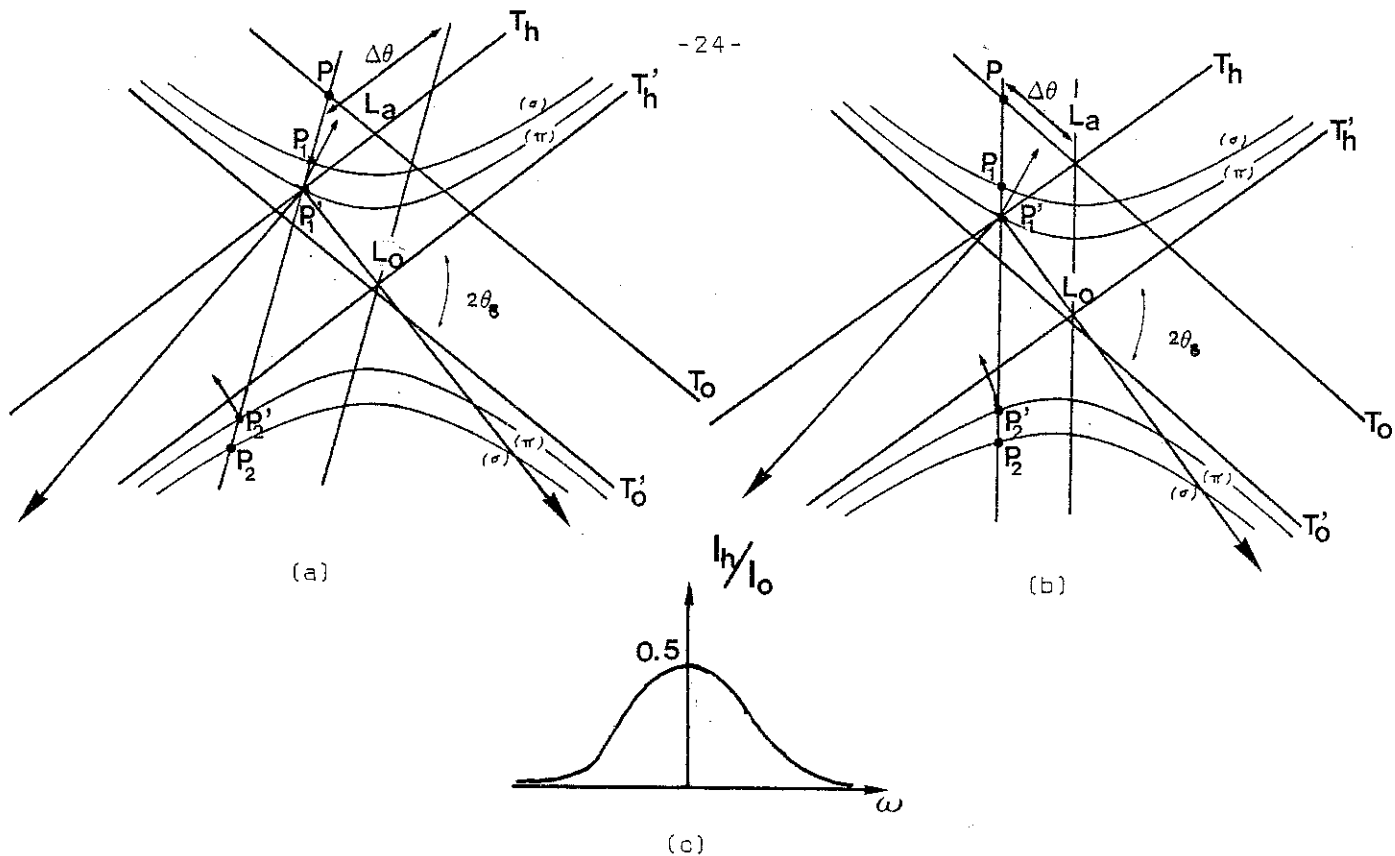


Fig. II-4 - Champs d'onde et surface de dispersion.

a) Cas général, b) Cas de Laue symétrique et c) Profil de la réflexion.

La condition de Bragg n'est donc plus définie par un point mais par tout un lieu géométrique, représenté par la surface de dispersion. Les conditions géométriques d'incidence pour une onde plane sont caractérisées par l'écart à l'incidence de Bragg $\Delta\theta = \theta' - \theta_0$, θ_0 correspondant à l'incidence de Bragg exacte. Pour une onde plane incidente, de vecteur d'onde OP , les champs d'ondes excités correspondent aux points P_1, P_1' , P_2 et P_2' sur la surface de dispersion de la Fig. II-4. Dans le cas de Laue symétrique, cas où $\vec{h}$ est parallèle à la surface du cristal $\theta_0 = 0$ et les points P_1, P_1', P_2 et P_2' sont colinéaires avec les points de Laue, L_a , et Lorentz, L_0 .

Si on tourne de façon continue l'onde incidente, différents points vont être successivement excités sur la surface de dispersion et le profil de la réflexion sera décrit (Fig. II-4-c). La largeur à mi-hauteur δ , la largeur intrinsèque, est un paramètre caractéristique de chaque réflexion. Pour le cas d'une onde sphérique incidente, qui est le plus courant, c'est toute la surface de dispersion qui est excitée simultanément.

La diffraction par une région déformée du cristal est caractérisée par la variation de l'écart à l'incidence de Bragg $\delta(\Delta\theta)$

$$\delta(\Delta\theta) = \Delta\theta' - \Delta\theta \quad (2.4)$$

où $\Delta\theta'$ est l'écart à l'incidence de Bragg de la région déformée. La variation de l'écart à l'incidence de Bragg peut s'écrire comme la somme de trois termes (65) :

$$\delta(\Delta\theta) = \gamma \cos \phi - \frac{\alpha^2}{2} \operatorname{tg} \theta \sin \phi + \frac{\delta d}{d} \operatorname{tg} \theta_B \quad (2.5)$$

où γ est l'angle de rotation des plans réflecteurs par rapport à ceux du cristal parfait, ϕ est l'angle entre la normale au plan d'incidence et l'axe de rotation des plans réticulaires, et $\delta d/d$ est la variation relative de la distance interréticulaire.

Une autre formulation de (2.5), donnée par Authier (65) est dans certain cas d'un usage plus commode :

$$\delta(\Delta\theta) = - \frac{1}{k \sin 2\theta_B} \frac{\partial}{\partial \vec{X}_h} (\vec{h} \cdot \vec{u}_{(\vec{r})}) \quad (2.6)$$

$\vec{h}$ est le vecteur du réseau réciproque, $\vec{h} = \vec{k}_h - \vec{k}_0$; $\partial / \partial \vec{X}_h$ est la dérivation dans la direction réfléchie et $\vec{u}_{(\vec{r})}$ est le vecteur déplacement des plans atomiques. De (2.6) se dégage l'une des possibilités conduisant à la non visibilité d'un défaut, $\delta(\Delta\theta) = 0$,

$$\vec{h} \cdot \vec{u}_{(\vec{r})} = 0 \quad (2.7)$$

c'est à dire, quand $\vec{h}$ est perpendiculaire au déplacement provoqué par le champ de distorsion du défaut il n'y a pas de contraste, avantage considérable pour l'étude des défauts superposés. Cette propriété permet parfois d'isoler un défaut et d'étudier sa contribution au contraste local par des réflexions où le comportement du reste est celui du cristal parfait.

2.3. - Mécanisme de contraste

Un défaut donne naissance à trois types d'images (64) :

- si le défaut est sur le trajet du faisceau direct, il peut donner une image directe (1 dans la Fig. II-5) ,
- s'il agit sur la propagation de champs d'ondes, les images intermédiaire et dynamique seront provoquées (2 et 3 respectivement dans la Fig. II-5).

De manière générale, l'apparition d'un contraste topographique quelconque est le résultat d'un gradient de distorsion. D'après le critère établi par Authier et Balibar (66), le gradient de distorsion, exprimé comme la variation de l'écart à l'incidence de Bragg $\delta(\Delta\theta)$ le long d'un trajet δl , est faible si :

$$\frac{\delta(\Delta\theta)}{\delta l} \ll \frac{\delta}{\Lambda_0} \quad (2.8)$$

où δ est la largeur intrinsèque de la réflexion et Λ_0 est la période de Pendellösung. Les champs d'ondes rentrent alors dans une région du cristal où la désorientation varie très lentement et la direction de propagation va être modifiée de façon continue. Les rayons se propageant dans le cristal vont se courber créant une image dynamique. L'action du défaut se traduit par une diminution de l'intensité dans la direction initiale de propagation.

Dans la convention habituelle de la topographie aux rayons X, où un surplus d'intensité équivaut à un noircissement supplémentaire, les images dynamiques sont en général caractérisées par un contraste "blanc" sur la topographie. Si la condition (2.8) n'est pas réalisée, les champs d'ondes rentrent dans une région à fort gradient de distorsions. Le processus est alors non-adiabatique et de nouveaux champs d'ondes sont créés. Les nouveaux champs d'ondes interfèrent avec les premiers et à la sortie du cristal, la répartition de l'énergie présente une structure en franges. Il s'agit d'une image intermédiaire (66).

L'image directe se présente comme une intensité supplémentaire et donc comme un contraste "noir" provenant de l'intersection du faisceau direct et du défaut. Des composantes du faisceau incident ne participant pas à la diffraction trouvent, en arrivant au voisinage du défaut, des régions pour lesquelles elles sont en position de Bragg. Elles sont donc diffractées et ramènent dans le faisceau diffracté une intensité accrue. Ceci est dû au fait que la divergence du faisceau incident est plus grande que la largeur intrinsèque δ du profil de réflexion (67).

L'absorption, μt , t étant l'épaisseur du cristal et μ le coefficient d'absorption, est un paramètre important en topographie qui peut modifier considérablement le contraste des images. Pour $\mu t \ll 1$, les images directes sont largement prédominantes. Au-dessus de ce seuil, les effets dynamiques acquièrent une importance croissante. La prédominance des images dynamiques et intermédiaires pour les cristaux absorbants est due au fait que dans les cristaux parfaits, il y a une transmission anormalement forte des champs d'ondes. C'est l'effet Borrmann

Des deux côtés de la paroi, le réseau cristallin est uniformément déformé par la magnétostriction spontanée, le réseau restant triplement périodique. L'image est le résultat d'une superposition ou d'un écartement des images diffractées de part et d'autre de la paroi si l'angle de désorientation γ entre les réseaux des deux côtés est supérieur à δ , la largeur intrinsèque de diffraction. Si γ est de l'ordre de la divergence du faisceau incident, un côté seulement est alors en position de Bragg. La paroi apparaît donc comme étant le bord de l'image de la zone en réflexion. Au niveau de la paroi, la distorsion évolue de façon continue d'un domaine à l'autre, mais la largeur de la paroi étant de l'ordre du dixième de micron est au-dessous de la résolution de la méthode (1 μ m dans le meilleur des cas). La distorsion dans la paroi est alors négligeable. La paroi apparaît donc comme le résultat de la différence de distorsion entre les deux domaines comme dans le cas des macles cohérentes.

L'angle de distorsion γ entre les réseaux des deux côtés de la paroi est proportionnel à la constante de magnétostriction. De la Fig. II-6, on déduit que :

$$\text{tg } \gamma \sim \lambda_{111}$$

$$\gamma \sim \lambda_{111}$$

Pour le YIG, $\lambda_{111} \sim 10^{-6}$ donc $\gamma \sim 10^{-1}$ sec. L'angle entre les deux réseaux est alors d'un ordre de grandeur inférieur à δ , la largeur intrinsèque du profil de réflexion, ou, dans le cas du Fer-Si 3 % ou du Ni ($\lambda \sim 10^{-5}$) comparable. Par conséquent, les deux domaines ne diffractent pas indépendamment et il faut tenir compte en plus des effets dynamiques qui prennent naissance au niveau de la paroi comme l'a fait remarquer Polcarová (68).

Le cas des parois magnétiques planes et sans contrainte que l'on vient d'exposer est sans doute le plus simple mais ce n'est pas toujours celui que l'on rencontre. Dans des matériaux comme le Fer ou le Nickel où les énergies d'anisotropie et magnétoélastique jouent un rôle important dans l'énergie de paroi, il a été observé que les parois à 90° pour le fer et à 71° et 109° pour le nickel prennent une structure en zig-zag (69-71). Des contraintes additionnelles font leur apparition au voisinage de la paroi et peuvent affecter le contraste de son image et même donner lieu à une image directe (68). D'autre part, nous verrons plus loin que certains défauts du cristal sont associés à des parois à contrainte. Les contraintes induites par le défaut et par la paroi qui lui est associée sont très probablement de signe opposé et l'ensemble doit mener à un état où l'énergie élastique est minimisée.

Un cas spécial est celui des parois magnétiques à 180° car elles sont a priori invisibles en topographie : les deux domaines ayant la même déformation, ils diffractent de la même façon et aucun contraste ne devrait être observé. Pourtant de très faibles images des parois à 180° ont été observées dans le Fe-3 % Si par Polcarová et Lang (72). Ceci fut expliqué par Kroupa et Vagera (73) : ce que l'on observait était un effet de surface dû aux faibles distorsions, induites par la paroi à son intersection avec la surface sur une région de quelques microns de largeur. Signalons que nous avons observé des contrastes associés à des parois à 180° , beaucoup plus importants que ceux qui ont été publiés, dans des plaquettes de YIG. La largeur de ces images est variable en fonction de l'inclinaison de la paroi par rapport au plan d'incidence et peut atteindre quelques dizaines de microns (Fig. II-7).

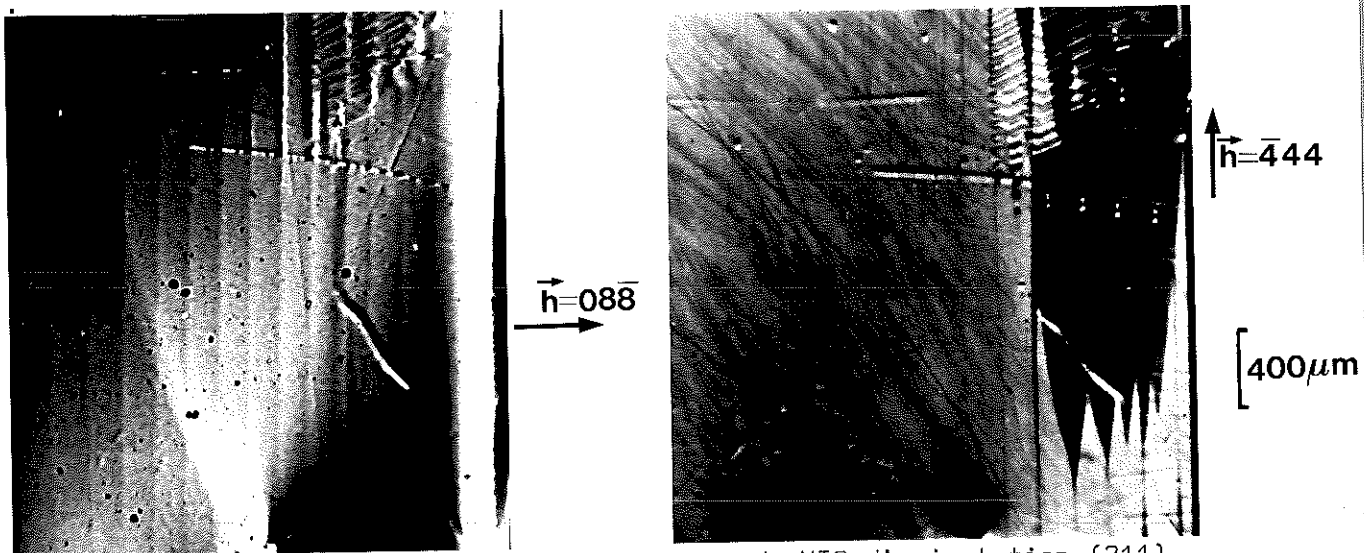


Fig. II-7 - Contraste de parois à 180° dans une lame de YIG d'orientation (211).
Le plan des parois est (011).

II-3 - LES TECHNIQUES MAGNETO-OPTIQUES

3.1 - Introduction

Les effets magnétooptiques auxquels nous avons fait appel systématiquement sont l'effet Kerr et l'effet Faraday. Nos observations par ces techniques ont toujours été qualitatives ; néanmoins, elles nous ont donné plus d'une fois des renseignements précieux pour comprendre le problème auquel nous étions confrontés.

Les effets magnétooptiques utilisent directement l'effet de l'aimantation dans l'échantillon sur la lumière. Si le faisceau de lumière est polarisé linéairement, l'état de polarisation sera affecté. Parmi les méthodes d'observation, citons les effets Faraday et Kerr, et l'effet Cotton-Mouton.

3.2 - Effets Faraday et Kerr (74)

Un faisceau lumineux polarisé linéairement arrivant sur un domaine où l'aimantation est parallèle à la direction de propagation de la lumière se décompose en deux modes orthogonaux polarisés circulairement qui se propagent à des vitesses différentes. La différence entre les deux vitesses correspond à la biréfringence magnétique circulaire. En sortant les deux modes se recomposent et le résultat est une rotation du vecteur de polarisation. Il s'agit de l'effet Faraday. Cette rotation est proportionnelle à l'épaisseur traversée et au cosinus de l'angle entre l'aimantation et la direction d'incidence du faisceau lumineux. Le sens de la rotation dépend du sens de l'aimantation.

Si une région du cristal ayant une configuration en domaines donnée est illuminée par une lumière linéairement polarisée, il est possible, à l'aide d'un analyseur convenablement placé (Fig. II-8), d'observer les domaines, les parois et leurs déplacements sous l'action d'une perturbation extérieure, par exemple un champ magnétique ou une variation de température. Les renseignements peuvent nous permettre dans une certaine mesure de choisir entre diverses possibilités pour la direction locale de l'aimantation ou l'arrangement des domaines.

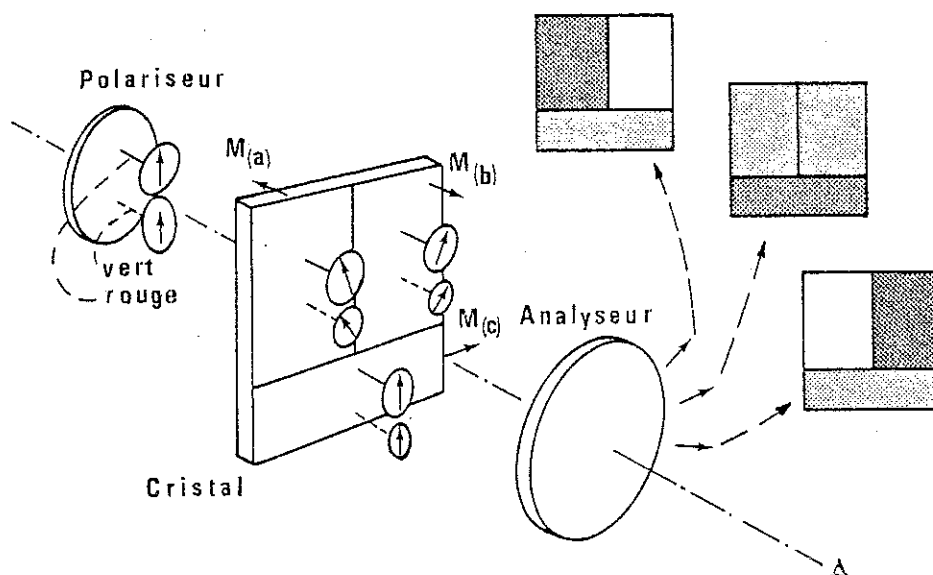


Fig. II-8 - Principe de l'effet Faraday et visualisation des domaines.

Les grenats présentent l'avantage d'être peu absorbants dans le visible et dans l'infrarouge (75,76), ce qui permet l'observation des domaines dans des cristaux massifs dont l'épaisseur est d'environ 100 μ m pour le visible ou jusqu'à quelques millimètres dans l'infrarouge

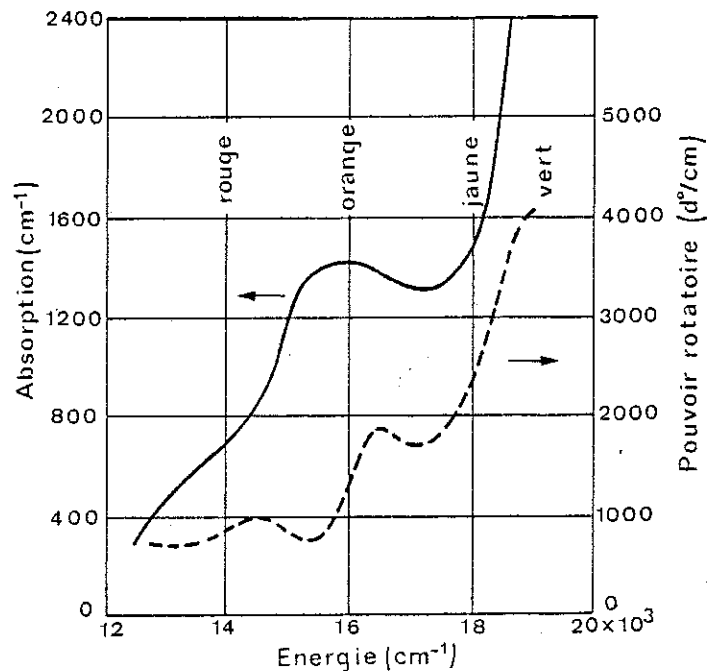


Fig. II-9 - Absorption et effet Faraday dans le YIG (Tiré de la réf.75).

L'effet Kerr est l'analogie en réflexion de l'effet Faraday. Un effet plus faible puisque l'épaisseur de matière aimantée qui interagit avec le faisceau incident est petite et par conséquent la rotation de la polarisation l'est aussi. Trois géométries sont possibles (Fig. II-10) :

- Effet Kerr polaire : l'aimantation est perpendiculaire à la surface de l'échantillon ;
- Effet Kerr longitudinal : l'aimantation est parallèle à la surface de l'échantillon et dans le plan d'incidence ;
- Effet Kerr transversal : l'aimantation se trouve dans le plan de l'échantillon et est normale au plan d'incidence. Celle que nous avons utilisée est l'effet Kerr polaire, sensible à la composante perpendiculaire de l'aimantation et à son sens.

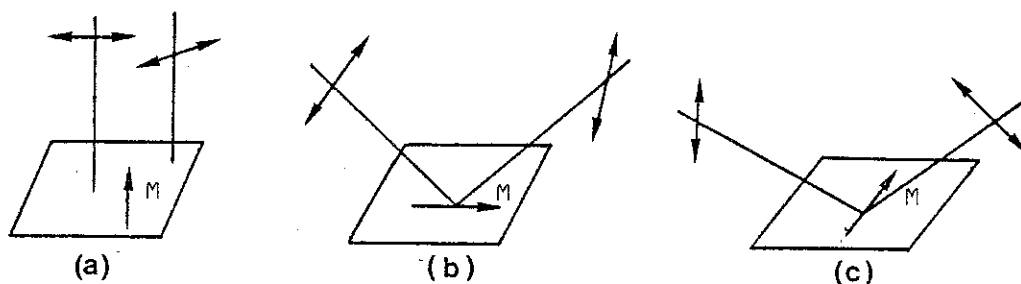


Fig. II-10 - Effet Kerr. a) Polaire, b) Longitudinal et c) Transversal.

3.3. - Effet Cotton-Mouton

La biréfringence magnétique linéaire (78) est à l'origine de l'effet Cotton-Mouton qui permet d'observer un contraste entre domaines autres qu'à 180° ayant leur aimantation dans le plan de l'échantillon perpendiculairement aux rayons lumineux.

Dans un domaine où l'aimantation est perpendiculaire à la direction de propagation de la lumière, un faisceau initialement polarisé linéairement, se décompose en deux modes linéaires, l'un parallèle et l'autre perpendiculaire à l'aimantation, qui se propagent à des vitesses différentes. A la sortie, les deux modes recombinaient donnent naissance à une onde polarisée elliptiquement. Le contraste dépend de la position relative de l'aimantation par rapport aux polariseurs croisés. En tournant le cristal dans le plan perpendiculaire à la direction d'incidence de la lumière, le contraste peut être intensifié ou diminué et peut même disparaître.

L'effet Cotton-Mouton est un effet faible en $\alpha_i \alpha_j M^2$. M étant l'aimantation spontanée et les α_i les cosinus directeurs.

CHAPITRE III

ECHANTILLONS UTILISES

III.1 - CHOIX DES ORIENTATIONS ET DES DIMENSIONS.

Lors de la production des billes de GaYIG, destinées à être utilisées comme résonateurs en hyperfréquences, il a été observé au département de Cristallogénèse du LETI qu'elles présentaient des modes parasites en résonance ferrimagnétique et que la valeur de l'aimantation à saturation de bille à bille comportait de grosses fluctuations autour de la valeur recherchée. Les billes d'environ 1 mm de diamètre étaient faites à partir des monocristaux préparés de la même façon, ayant les mêmes caractéristiques moyennes. Il a été observé (2) que les valeurs de l'aimantation des cubes taillés dans un même secteur de croissance sont égales si les cubes correspondent à des régions qui ont été formées à un même moment de la croissance et présentent par contre des différences significatives (10 %) si les cubes correspondent à des zones formées à des moments différents de la croissance. Par effet Faraday dans l'infrarouge, ils ont observé que la structure en domaines avait une certaine périodicité dans la direction de croissance qui pourrait être liée à des fluctuations de l'anisotropie de croissance. Tout cela altère les caractéristiques techniques des billes.

En coopération avec le LETI, nous avons donc entrepris l'étude des inhomogénéités de l'aimantation en fonction des défauts de croissance et notamment des bandes de croissance. Nous avons travaillé sur deux échantillons de $Y_3Ga_xFe_{3-x}O_{12}$ avec $x = 1$, d'orientation (111) et (011). Les deux plaquettes ont été découpées de façon à contenir au moins une direction de croissance dans le plan de surface. Les bandes de croissance de ce secteur étant par conséquent perpendiculaires au

l'attaque chimique. Malgré le fort contraste des surfaces, certains contrastes importants de volume (a, b, c sur les topographies) sont déjà observables en III-1-a.

Sur les photos, par effet Faraday, III-1-c et -d, on voit que la configuration en domaines se modifie beaucoup. Avant l'attaque chimique, les structures vermiculaires à 180° ayant l'aimantation selon 111, perpendiculairement à la surface de la lame étaient prédominantes (Fig. III-1-c). Après l'attaque chimique, l'aimantation s'oriente suivant les directions faciles proches du plan de surface (le plan de surface de cet échantillon, (111), ne contient pas de directions faciles) et un certain ordre est observable dans l'arrangement des domaines.

Les échantillons ainsi préparés révèlent une série de rayures et des rugosités sur les surfaces (Fig. III-1-e), observables optiquement mais invisibles en topographie, et qui ne créent donc pas de contraintes. On obtient alors des surfaces appropriées pour les études par topographie des domaines et des défauts de croissance, tout en étant optiquement acceptables de façon à permettre l'utilisation des effets magnétooptiques.

Nous avons donc inclus l'attaque chimique de manière systématique dans la préparation de nos échantillons. Elle a été réalisée par M. Challeton au LETI dans un bain d'acide orthophosphorique H_3PO_4 , chauffé pendant 24 heures à $162^\circ C$. La vitesse d'attaque à cette température est d'environ $0,3 \mu m/mn$, la durée totale de l'attaque est de 15 mn. Les cristaux attaqués sont ensuite rincés dans de l'eau distillée à une température légèrement inférieure à $100^\circ C$ pendant quelques minutes.

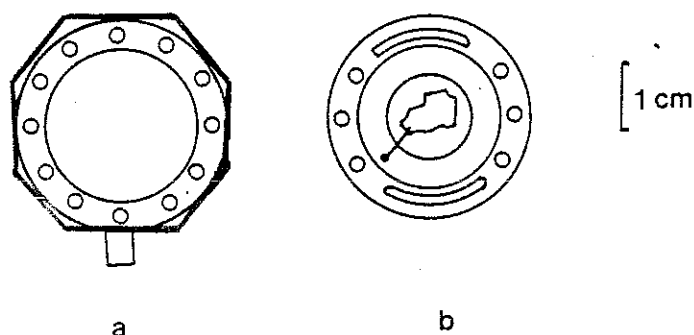


Fig. III-2 - Dispositif de montage des échantillons. a) Petit berceau d'Euler, adaptateur des portes-échantillons à têtes goniométriques. b) Porte-échantillon et échantillon.

Le dispositif pour le montage des échantillons est montré dans la Fig. III-2. Les échantillons sont collés à une tige très fine en verre ou quartz qui est ensuite collée au porte-échantillon. Ce montage nous permettait a priori de bien le positionner au centre de manière à avoir une image complète du cristal. L'orientation du cristal pour les différentes réflexions était obtenue en tournant le porte-échantillon dans son plan. Deux vis permettent de bloquer le système dans la position choisie. Pour le collage de l'échantillon et de la tige, nous avons utilisé la cire pour empreintes dentaires et le vernis pour basses températures General-Electric. Ce dernier est le plus pratique. Il sèche rapidement et est facilement dissous dans l'acétone. Le désavantage de ce vernis est qu'il devient mou au-dessus de 20°C et le montage n'est plus stable. Le temps de pose pour nos topographies étant en général long, entre 15 et 25 heures, la stabilité du montage est alors d'une grande importance. Dans les cas où la température ambiante est supérieure à 20°C, la cire de dentiste est une colle plus convenable. L'inconvénient de cette cire est qu'il faut la chauffer pour la faire fondre et qu'en se refroidissant la cire attire par capillarité le cristal vers le point de collage. Le point de collage devient alors une surface considérable du cristal avec la création de contraintes non négligeables qui apparaissent sur les topographies comme des franges noires et blanches autour du point de collage. Cette cire est très rigide, la manipulation de portes-échantillons est donc délicate car les cristaux se décolle très facilement, ce qui nous est arrivé plus d'une fois lors de la préparation d'une topographie.

Les topographies présentées ici ont été faites sur deux générateurs à anode tournante à foyer fin (2 x 0,2 mm) :

- un générateur Rigaku-Rotaflex au département de Métallurgie du CENG à une puissance de 1,5 à 3 KW, aimablement mis à notre disposition par A. Mathiot et R. de Tournemine ;

- un générateur Elliott, GX-21, au Laboratoire Louis Néel du CNRS, à une puissance de 2 KW .

La salle du CENG étant climatisée à 19°C, nous avons été obligés parfois de changer le montage des cristaux au vernis Général Electric pour les manipulations que nous avons refaites au Laboratoire Louis Néel.

Pour les observations par les effets magnétooptiques, nous avons utilisé un microscope polarisant Leitz Orthoplan-Pol.

CHAPITRE IV

DOMAINES MAGNETIQUES ET INTERACTIONS DOMAINES-DEFAUTS

Nous avons travaillé sur deux échantillons de GaYIG, $x \approx 1$, d'orientation (111) et (011). Les orientations ont été choisies de façon à contenir au moins une direction de croissance, et dans le cas de l'échantillon (011) d'avoir en plus des directions de facile aimantation dans le plan de la lame.

Les échantillons comportent alors une région formée par des bandes de croissance perpendiculaires à la surface où les caractéristiques locales du cristal sont homogènes en épaisseur et perpendiculairement à la direction de croissance, bien entendu en l'absence d'autres défauts. Ainsi les déformations dues à la superposition des couches de cristal ayant une stoechiométrie légèrement différente variables dans la direction de croissance, sont mieux observables et une meilleure corrélation avec d'autres phénomènes est possible. Par conséquent, notre attention a été principalement portée sur les secteurs de croissance dont la direction de croissance était contenue dans le plan de surface.

Pour les topographies, nous avons utilisé la raie $K\alpha_1$ du molybdène, $\lambda = 0,709 \text{ \AA}$. Le coefficient d'absorption μ pour cette longueur d'onde est 280 cm^{-1} *. On a donc pour des épaisseurs d'environ $80 \text{ \mu m}$, une absorption μt , t étant l'épaisseur, de 2,24, ce qui est raisonnable en topographie. En outre, les observations par effet Faraday peuvent être faites dans le visible, ce qui est beaucoup plus commode que l'infrarouge. Le seul inconvénient est que la manipulation de plaquettes si minces est délicate.

Comme manipulation préliminaire, nous avons systématiquement pris un diagramme de Laue-retour de toutes nos plaquettes, ce qui nous permettait de caractériser les axes de symétrie par rapport aux contours de l'échantillon et par la suite, de faciliter la recherche des différentes réflexions en topographie.

* Calculé d'après le tableau 3.2.2B, p. 168 de la réf. 83

IV.1 - ECHANTILLON (111).

L'échantillon (111) était au départ formé par trois secteurs de croissance comme on peut le remarquer en comparant la topographie $\bar{8}08$ aux autres clichés de la figure IV-1. Par suite d'accidents lors du collage au porte-échantillon, cet échantillon a subi deux cassures : La première a enlevé la partie inférieure du secteur de croissance central correspondante à la croissance irrégulière qui suit la nucléation (Fig. I-2) et le petit secteur de croissance à droite sur la topographie $\bar{8}08$. La deuxième n'a que découpé légèrement l'échantillon. Nous avons indiqué ces deux fractures sur la Fig. IV-1e et la convention adoptée pour les directions cristallographiques sur le schéma de la Fig. IV-2c. Heureusement, le secteur central de croissance sur lequel nous avons concentré notre attention n'a pas été très affecté.

Pour caractériser les directions de croissance, nous nous sommes servi de la condition (2.7) : $\vec{h} \cdot \vec{u}_{(\vec{r})} = 0$. Le vecteur déplacement $\vec{u}$ étant pour les bandes de croissance perpendiculaire à leur plan de faute. Une première extinction du contraste est obtenue pour les réflexions dont $\vec{h}$ est parallèle à la trace des bandes de croissance. Le choix parmi les diverses possibilités est fait en cherchant à satisfaire la condition (2.7) à nouveau avec des réflexions asymétriques. Le vecteur diffraction $\vec{h}$ n'est alors plus parallèle au plan de surface du cristal. Ces réflexions sont sensibles à l'inclinaison des bandes de croissance par rapport à la surface.

D'après les réflexions $2\bar{4}2$ et 080 (Fig. IV-1b et 1c), où le secteur central est hors de contraste, la direction de croissance du secteur central, B sur la figure IV-1c, est $[10\bar{1}]$. Le secteur gauche A est hors contraste pour la réflexion $\bar{8}\bar{8}0$ et il demeure visible pour les réflexions 008 et $44\bar{4}$; alors la direction de croissance est $[11\bar{2}]$.

Les contours de l'échantillon, n'étant pas parallèles aux bandes de croissance, ne correspondent pas à des faces naturelles. Ce qui est assez évident si l'on tient compte que les bandes de croissance ont constitué des faces naturelles au cours de la croissance et qu'à la fin de la croissance, la surface présentée par un secteur de croissance donné est, pour ainsi dire, la dernière bande de croissance.

Le secteur de croissance B présente plusieurs détails notables. D'abord la région inférieure qui apparaît sur les topographies $\bar{8}08$ et 080 est la conséquence d'une croissance rapide et irrégulière (voir section I.3.3 et la Fig. I-2). La trace des bandes de croissance n'est

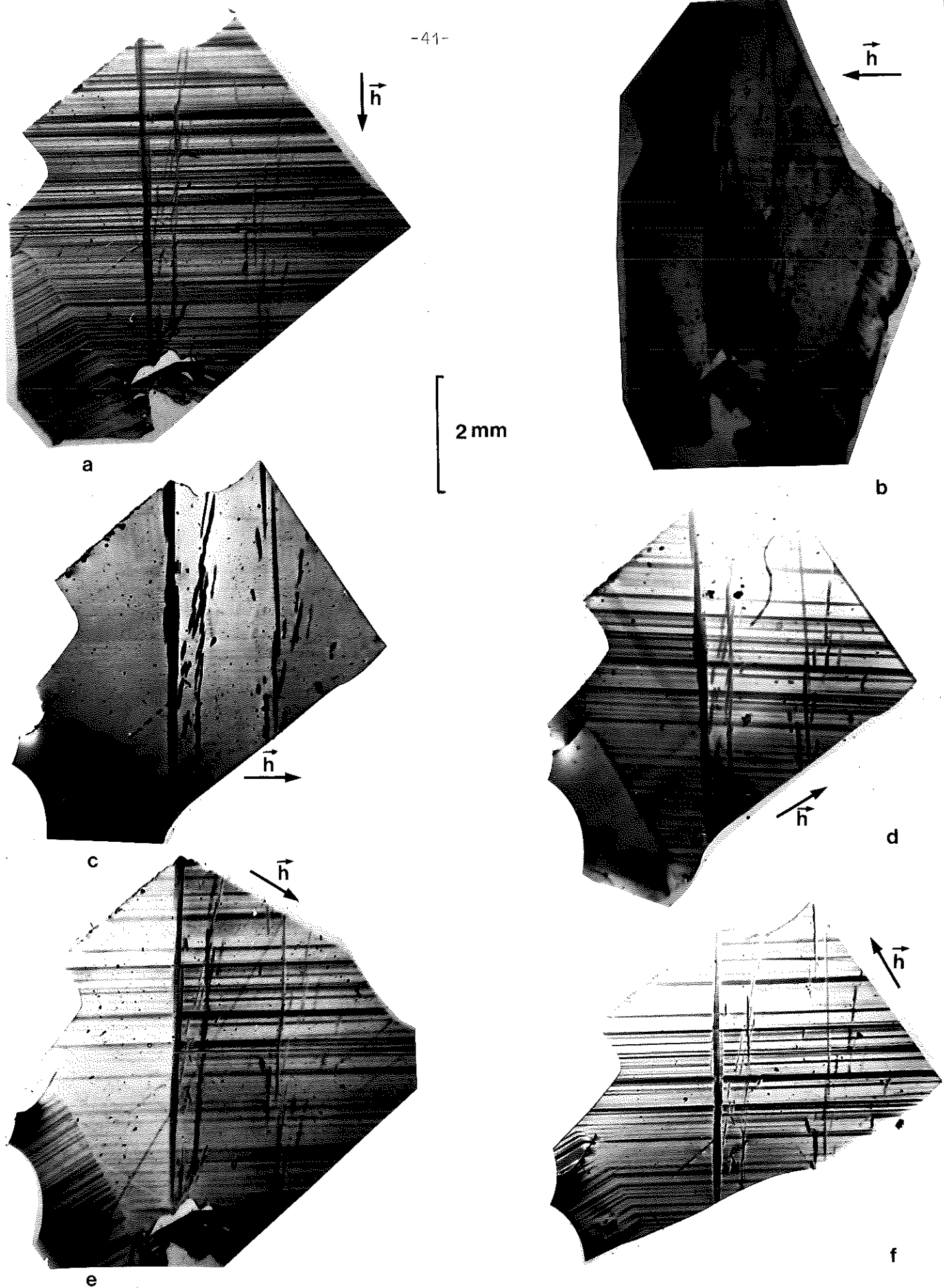


Fig.IV-1 - Caractérisation des secteurs de croissance du GaYIG (111).
Réflexions a) $\bar{8}0\bar{8}$; b) $0\bar{8}0$; c) $2\bar{4}2$; d) $8\bar{8}0$; e) $0\bar{8}\bar{8}$;
f) $4\bar{4}4$.

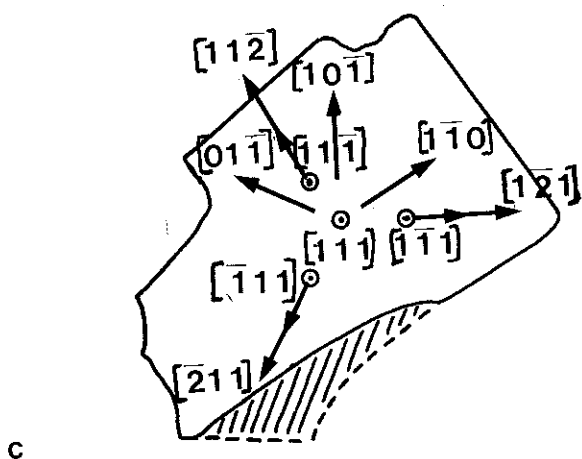
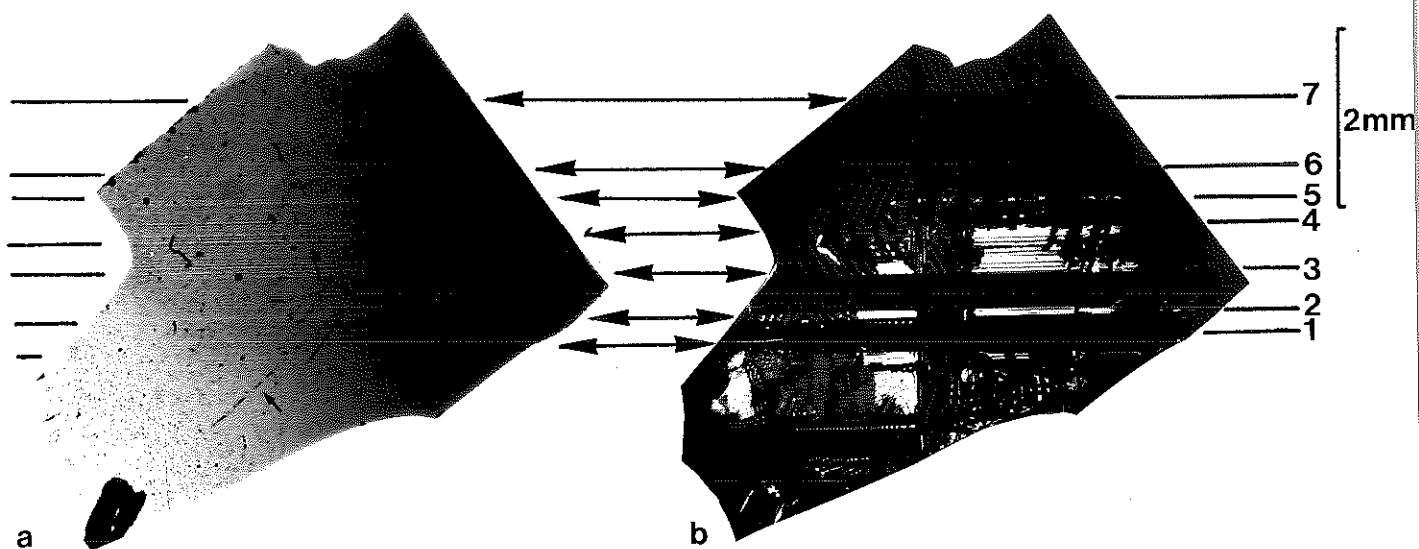


Fig. IV-2 - GaYIG (111)

- a) Stries de croissance visibles en lumière non polarisée et
- b) Structure en domaines par effet Faraday. Les contrastes forts : I, II et III correspondent à des domaines à 180° ayant M_s perpendiculaire au plan de surface.
- c) Convention adoptée pour les directions cristallographiques.

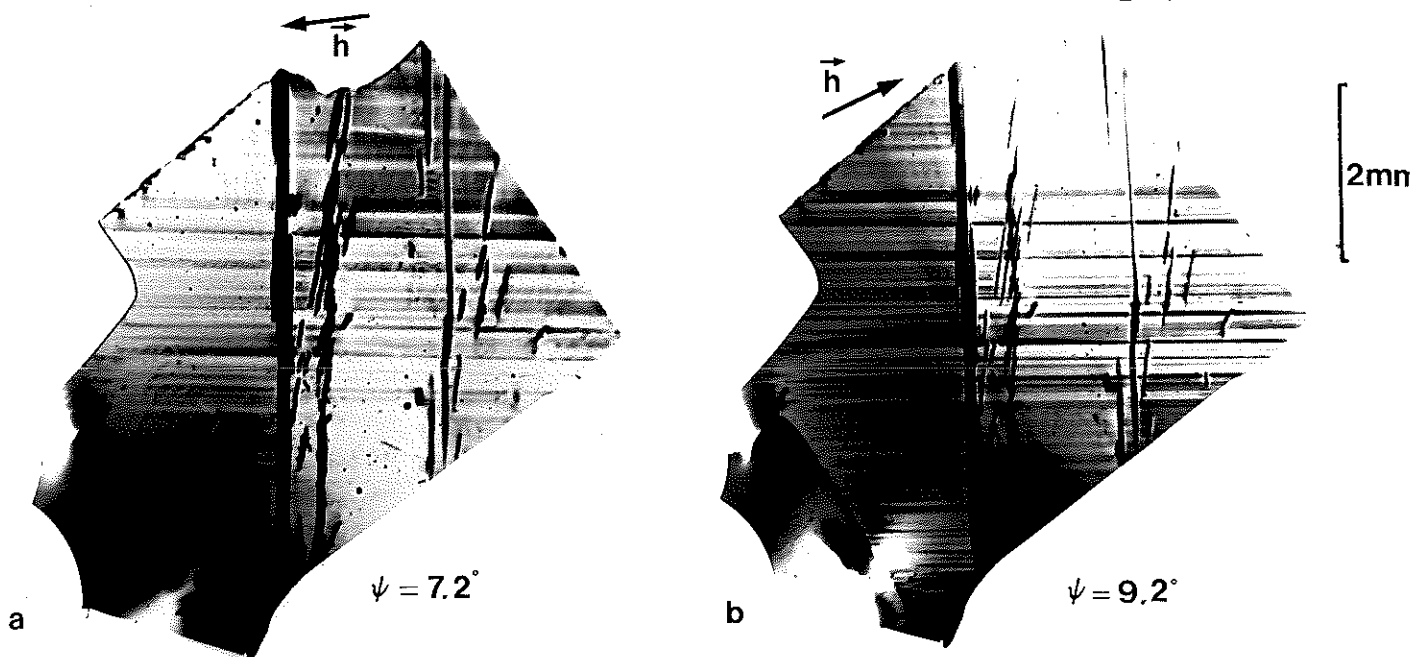


Fig. IV-3 - Topographies où la substitution des sites a est nulle ($F_{hkl}^a = 0$).
Réflexions a) $\bar{4}8\bar{2}$ et b) $\bar{4}60$ asymétriques (ψ).

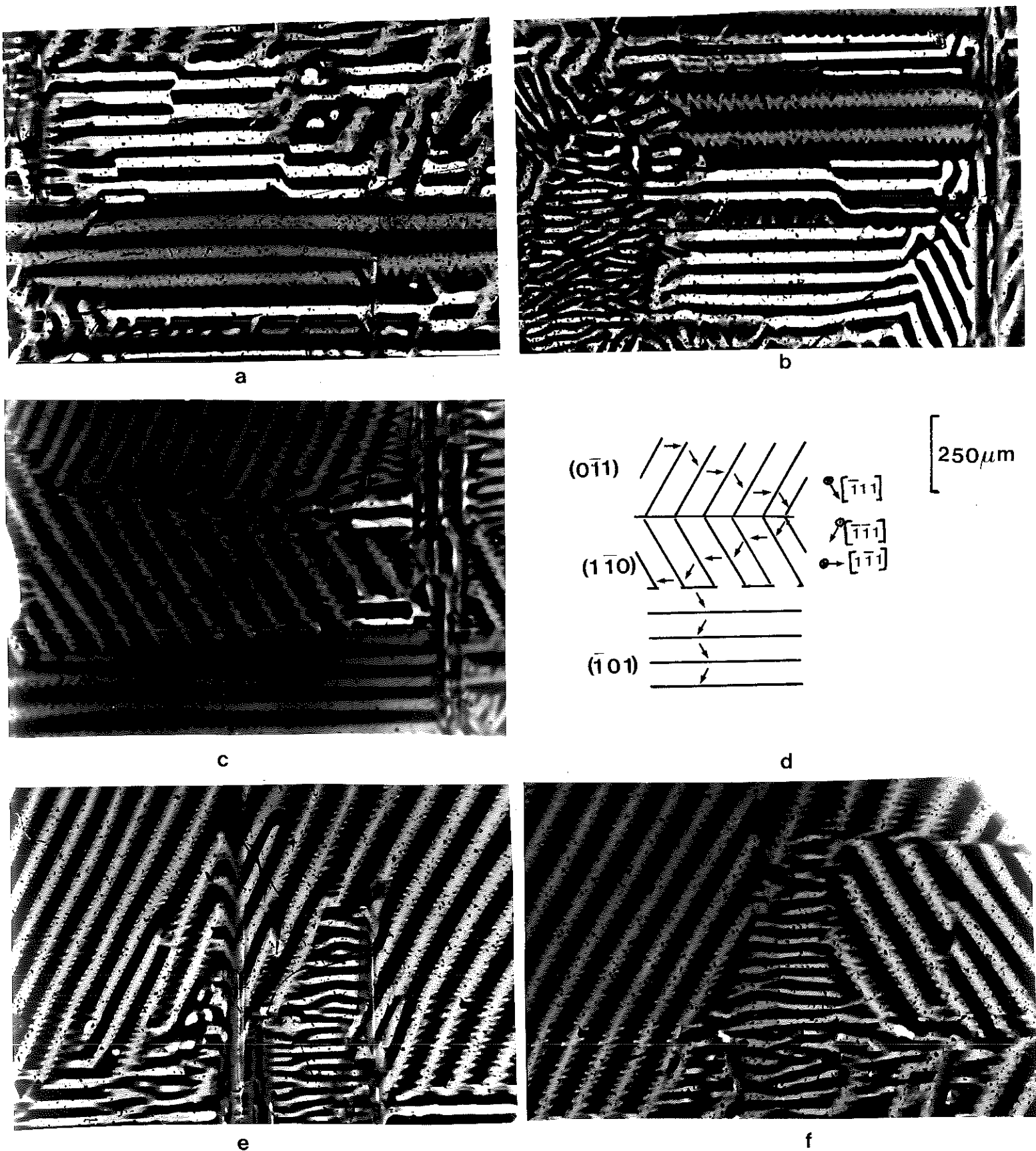


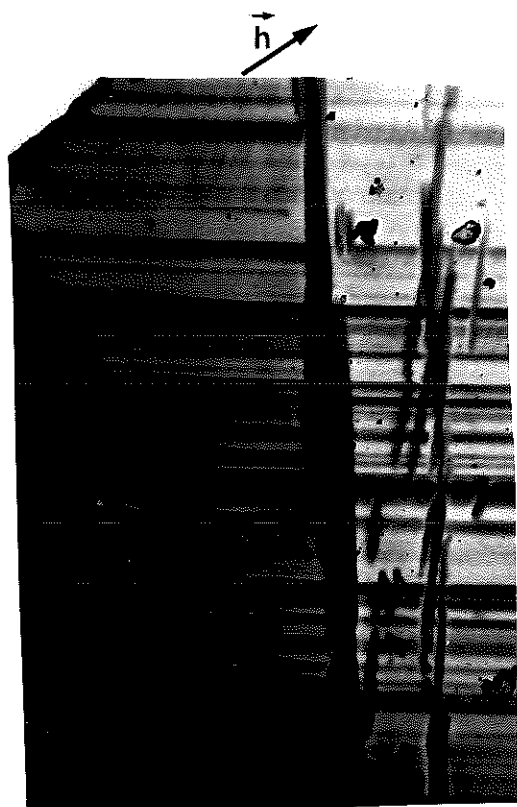
Fig.IV-4 - Structures en domaines de l'échantillon (111).
 a) Domaines à 180° I et II et b) III . c) Structure ordonnée des domaines à 71° . d) Directions cristallographiques et modèle des domaines à 71° .
 e) Configuration en domaines associée à D_1 et D_2 et f) associée à D_3

pas tout à fait droite et l'on remarque des inclusions, des dislocations et des trous. On observe dans cette région des contrastes, D_1 , D_2 et D_3 , associés à des défauts presque parallèles à la direction de croissance $[10\bar{1}]$. Ces contrastes ne sont pas visibles optiquement et d'après nos manipulations de microradiographie au LURE, il n'y a pas de changements mesurables de la composition associés à ces contrastes ; leur faire correspondre des amas de dislocations paraît donc être une hypothèse raisonnable. D'ailleurs, sur la topographie $\bar{8}08$, on en a remarqué deux qui sont hors contraste (indiquées par des flèches dans la Fig. IV-1). Les vecteurs de Burgers possibles dans les grenats sont du type $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ et $1/2 \langle 111 \rangle$ (51), donc les vecteurs de Burgers possibles sont : $[010]$, $[101]$, $[111]$ et $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$. Tenant compte que ces dislocations sont visibles dans les réflexions $0\bar{8}8$, $8\bar{8}0$ et 080 , les directions possibles sont alors $[010]$ et $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$.

Le secteur de croissance B présente des bandes dont le contraste topographique est systématiquement prédominant par rapport à l'ensemble et qui reste visible en lumière transmise non polarisée (bandes 1-7, Fig. IV-1, -2a et -3). Ce type particulier de bandes de croissance se trouve associé à des domaines où l'aimantation $\vec{M}_s$ est perpendiculaire au plan de surface où elles sont corrélées à l'intersection entre deux configurations de domaines différentes (Fig. IV-2b).

La photographie par effet Faraday de la Fig. IV-2b montre une structure en domaines ordonnée par zones (Fig. IV-4c), des configurations associées aux amas de dislocations (Fig. 4e, 4f) et aux bandes de croissance (Fig. IV-4b) et des structures en domaines vermiculaires (Fig. IV-4a), la moitié supérieure étant plus ordonnée. Il n'y a pas de directions de facile aimantation dans le plan de la plaquette : la direction $[111]$ est perpendiculaire au plan de surface tandis que les trois autres font un angle d'environ 19° avec la surface.

Les configurations en domaines I, II et III présentent un contraste très fort en effet Faraday (Fig. V-4a, 4b) et sont visibles par effet Kerr polaire. Nos observations montrent des images des parois d'une largeur correspondant à la limite de résolution du microscope pour l'objectif utilisé, qui semblent indiquer que ces parois sont perpendiculaires à la surface du cristal. Donc les configurations I, II et III sont formées par des domaines à 180° ayant $\vec{M}_s$ suivant la direction $[111]$ perpendiculaire au plan de surface, ce qui a d'ailleurs été confirmé par nos topographies : aucun contraste associé à ces domaines n'a été observé. Ces domaines sont peut-être le résultat des contraintes en



a



b



c



d

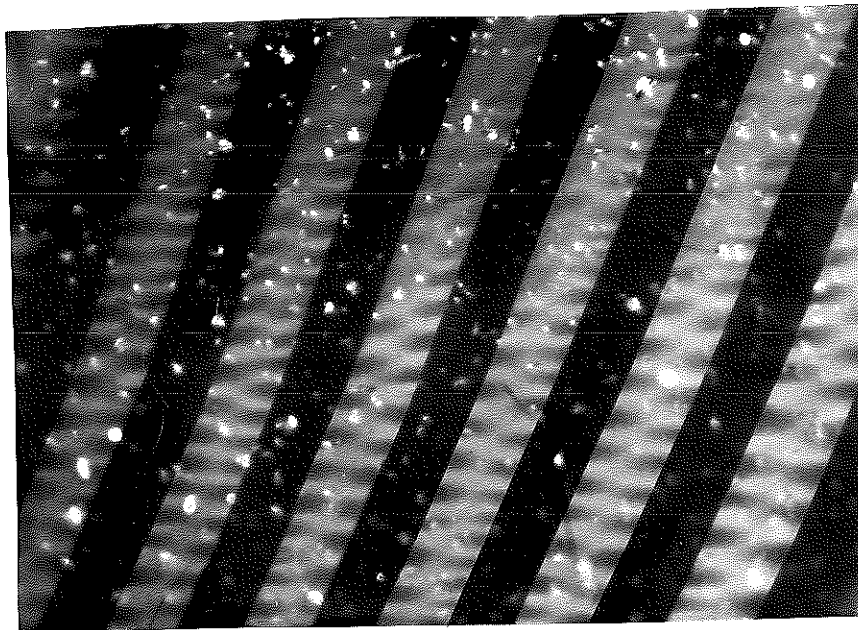
1mm

Fig. IV-5 : Visibilité de la structure en domaines à 71° en topographie aux rayons X.
Réflexions a) $8\bar{8}0$, b) $4\bar{6}0$, c) $4\bar{8}2$, d) $2\bar{4}2$.

surface que l'attaque chimique n'a pas éliminé. Par exemple, les domaines I se forment autour d'une rayure de surface (indiquée par une flèche) assez profonde. Dans le cas de domaines II et III, leur forme et position peut bien se corrélérer avec les bandes de croissance 2-5 visibles optiquement en lumière non polarisée.

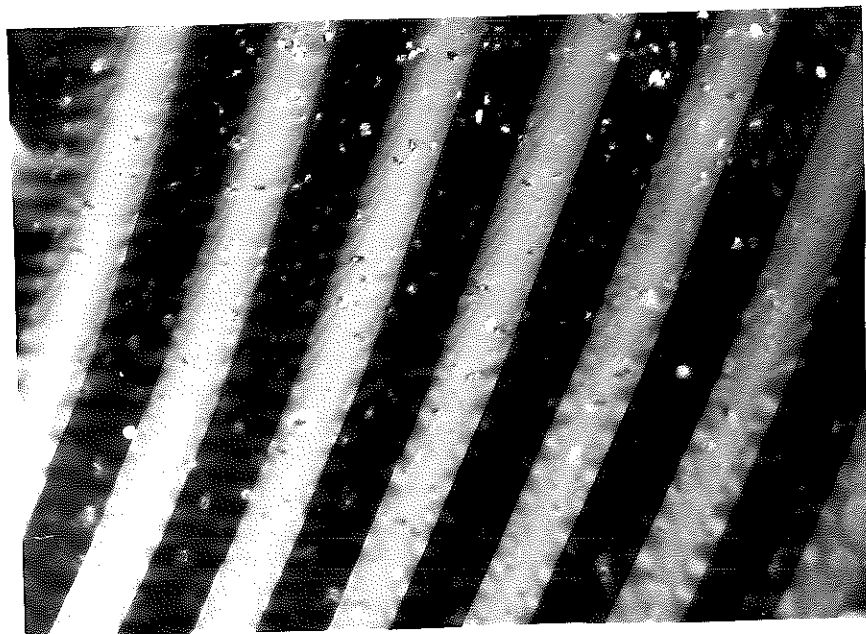
La structure en domaines du cristal est très sensible à toute perturbation. Il suffit de rapprocher un matériau faiblement aimanté pour que la configuration stable soit complètement bouleversée. On peut distinguer trois configurations ordonnées dont la trace des parois suit l'une des trois directions $\langle 11\bar{2} \rangle$, contenues dans le plan du cristal (Fig. IV-4c). D'après l'effet Faraday : le contraste faible de ces domaines par rapport à celui de domaines à 180° , la direction de M_s doit être l'une des trois directions $\langle \bar{1}11 \rangle$ faisant un angle de 19° avec la surface du cristal et pour les parois, l'image fine et nette correspond à celle des parois planes et perpendiculaires à la surface du cristal. Elles seraient alors parallèles aux plans du type $\{\bar{1}10\}$ perpendiculaires aux directions $\langle 11\bar{2} \rangle$. En outre, les parois sont visibles en topographie, le contraste des parois étant notable sur les topographies $2\bar{4}2$, $8\bar{8}0$, $\bar{4}8\bar{2}$ des fig. IV-1 et -3. Dans la fig. IV-5, on montre plus en détail le contraste des parois de la région à gauche de l'amas de dislocations D_1 . Le fait que les parois soient visibles sur les topographies élimine la possibilité de domaines à 180° . D'autre part, des domaines à 109° ayant comme plan de paroi les plans $\{\bar{1}10\}$ ne sont pas possibles dans ce cas parce qu'ils font appel à la direction $[111]$ comme l'une des directions de M_s . D'ailleurs, c'est une structure peu probable car les parois 109° du type $\{\bar{1}10\}$ sont des parois à contrainte. Il s'agit donc des domaines à 70° , chaque configuration étant une structure en domaines différente (Fig. IV-4e - 4d).

En regardant de plus près la structure en domaines de l'échantillon, on remarque que la plupart des parois de domaines est décorée avec une structure en domaines qui ressemble à des dentelles (Fig. IV-4c). Observées à très fort grossissement, les "dentelles" sont situées au même niveau des surfaces et sont asymétriques par rapport à la trace de la paroi. Par exemple, la fig. IV-6 montre deux photographies par effet Faraday de la même région du cristal pour laquelle le contraste a été inversé en modifiant le réglage de l'analyseur. Sur ces photographies, on remarque que le contraste associé aux dentelles est le résultat d'un affaiblissement local du contraste de la bande. La projection verticale de l'aimantation M_s des domaines en dentelles doit donc être de sens opposé à celle du domaine principal. Observées avec



a

[100 μm



b

Fig. IV-6 - Structures des domaines en dentelles de part et d'autre d'une paroi à 71° .
Le contraste a été inversé pour (b) en tournant légèrement l'analyseur.
Les franges noires en (a) correspondent aux blanches en (b) à part cela
les deux photographies sont identiques.

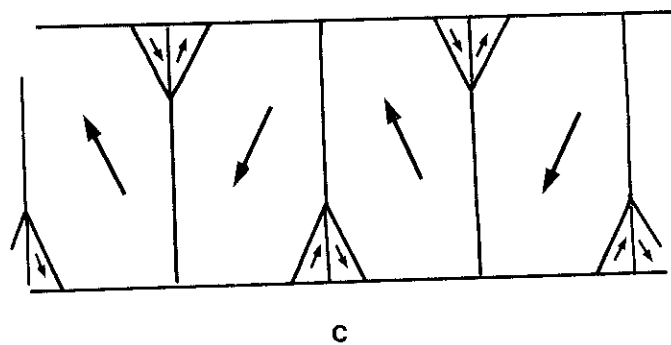
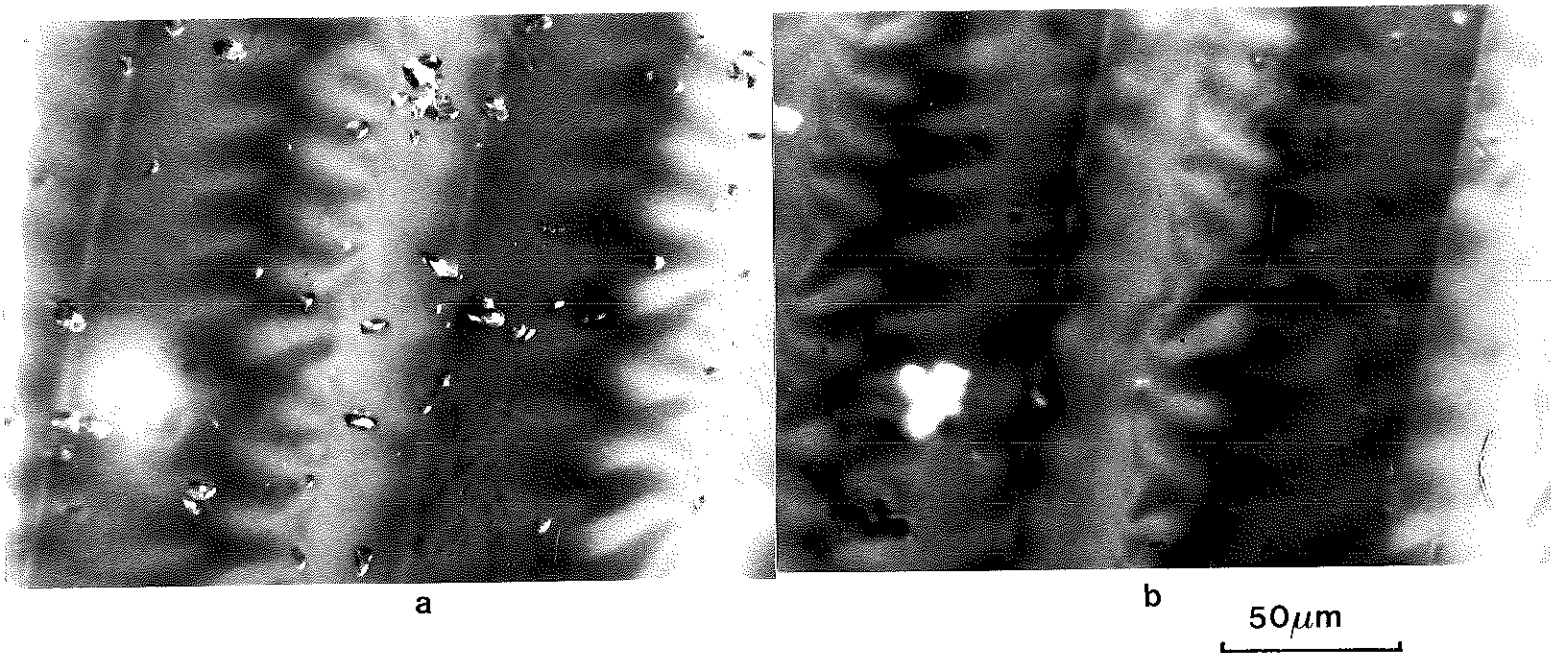
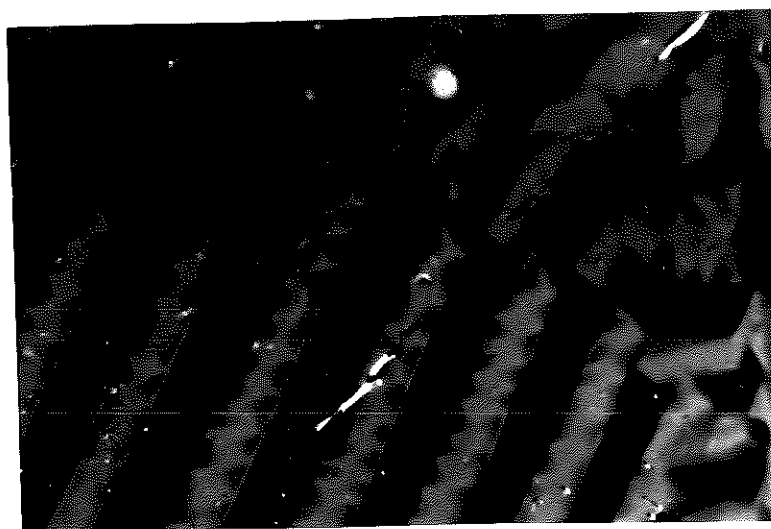


Fig. IV-7 - Domaines en dentelles associés à des parois à 71° .
La mise au point est faite sur
a) la face supérieure et b) la face inférieure. Le faisceau de lumière arrive par la face inférieure.
c) Modèle proposé.
Les taches lumineuses en (b) sont des défauts sur la face supérieure.



100 μ m

Fig. IV-8 - Passage graduel d'une configuration à 71° à celle induite par le chauffage du faisceau de lumière polarisée.

un objectif ayant une profondeur de champ de quelques microns, les dentelles associées à deux parois à 71° consécutives apparaissent ou disparaissent alternativement selon la surface sur laquelle est faite la mise au point (Fig. IV-7). On aboutit donc à un modèle assez schématique où les dentelles seraient des petits domaines à 180° par rapport au domaine principal qui se trouveraient arrangés alternativement en haut et en bas des parois à 71° (Fig. IV-7c). Le fait que les dentelles soient des petits domaines à 180° peut en quelque sorte expliquer la diversité de formes des dentelles, l'orientation des parois pouvant varier de façon continue. La plaquette n'ayant pas des directions faciles dans son plan, l'arrangement en dentelles lui permettrait de diminuer l'énergie magnétostatique par une distribution de "charges" fictives + et - plus serrée en surface. D'autre part, cette structure en domaines n'implique pas de contraintes à longue distance.

Un effet intéressant à remarquer est celui du chauffage de la zone éclairée de l'échantillon par le flux lumineux du microscope. La puissance de la source utilisée est de 60 watt. Dès que le flux lumineux atteint son maximum, une nouvelle configuration en domaines se forme quasi-instantanément occupant toute la zone éclairée. La structure la plus sensible à cet effet de chauffage est celle ayant des domaines dont M_s est suivant $[111]$, perpendiculairement à la surface. Ces domaines disparaissent pour laisser d'abord la place à une structure en domaines comme celle de l'entourage en un premier moment et si l'intensité continue à augmenter, les domaines perdent tout ordre. Le passage d'un arrangement ordonné à un désordonné peut aussi être graduel (Fig. IV-8) dans les cas des domaines à 71° suivant les directions $[11\bar{2}]$ et $[\bar{2}11]$ correspondants à la région supérieure du cristal, la plus ordonnée. Ces domaines apparemment sont les plus stables, leur transformation commence au niveau des bords et des intersections avec des configurations différentes et avance vers le centre de la zone éclairée. Cet effet de chauffage a déjà été remarqué (69,84) auparavant. Labrune (69) a proposé une explication où la déformation résultante se traduit principalement par une dilatation selon un axe perpendiculaire au plan de la lame et qui décroît radialement vers les bords de la zone éclairée (Fig. IV-9).

Il démontre dans le cas d'une plaquette d'orientation (011) que les directions de M_s contenues dans le plan de la lame minimisent l'énergie magnétoélastique. Dans notre cas, il n'y a pas de direction facile dans le plan, ce qui est peut être la raison pour laquelle il en résulte une structure si désordonnée.

IV.2 - ECHANTILLON (011).

L'orientation de cet échantillon a été choisie de façon à contenir deux directions de facile aimantation : les directions $[11\bar{1}]$ et $[\bar{1}11]$ dans notre convention. On pouvait donc espérer que les structures en domaines soient dans ce deuxième cristal plus simples que dans l'échantillon (111) et que la corrélation avec les différents défauts de croissance y soit donc plus facile.

L'épaisseur moyenne de l'échantillon est de $62 \mu\text{m}$ et l'absorption μ pour la raie $K\alpha_1$ du molybdène de 1,7.

L'échantillon comportait originellement quatre secteurs de croissance (Fig. IV-10) dont trois avaient leurs directions de croissance dans le plan de la lame. Les bords supérieurs, parallèles aux bandes de croissance, correspondent sans doute à des faces naturelles. Par contre, la partie inférieure doit correspondre aux débuts de la croissance vu le nombre d'inclusions et de dislocations qu'elle contient. Si l'on caractérise chaque secteur de croissance par sa direction de croissance, on voit que seuls les secteurs $[\bar{1}1\bar{2}]$ et $[\bar{0}1\bar{1}]$ présentent des dislocations jusqu'à la fin de la croissance. Le secteur $[\bar{2}1\bar{1}]$ présente une fissure qui pénètre dans le cristal à partir du bord supérieur. Cette fissure a été plus tard la cause de la fracture en deux de la plaquette lors de nos manipulations. On montre la ligne de fracture et la convention cristallographique adoptée sur le schéma de la fig. IV-11c.

La structure en domaines de cet échantillon est par rapport au précédent beaucoup plus simple (Fig. IV-11a). La plupart des domaines ne donnent qu'un très faible contraste, donc $\vec{M}_s$ doit être suivant l'une des directions contenues dans le plan de surface : $[1\bar{1}1]$ et $[\bar{1}11]$. En inclinant légèrement le cristal par rapport au faisceau de lumière polarisée, le contraste des domaines dans le plan est augmenté. La plupart des traces des parois correspondent à des configurations du type 180° mais on remarque aussi des parois à 71° et 109° pour les petits domaines (Fig. IV-13).

Les domaines fortement contrastés doivent avoir M_s suivant l'une des directions $[111]$ ou $[\bar{1}\bar{1}1]$ en dehors du plan du cristal. Ces directions font un angle de 65° approximativement avec la surface (011). La partie supérieure des secteurs $[\bar{2}1\bar{1}]$ et $[\bar{1}1\bar{2}]$ montre une structure en domaines à 180° (Fig. IV-12 et -13), assez ordonnée suivant la direction $[1\bar{1}1]$. La trace des parois suit approximativement cette direction mais entre les deux secteurs, les traces respectives

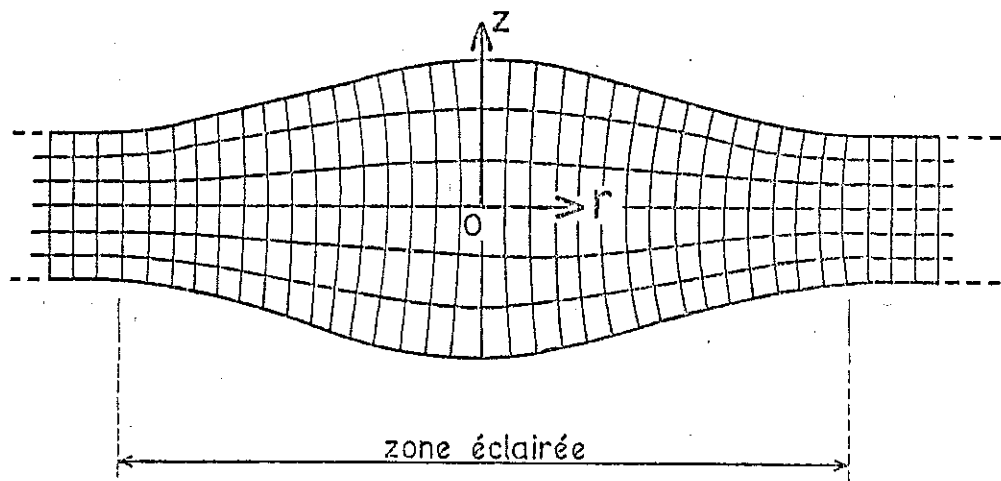


Fig. IV-9 - Dilatation du cristal induite par le faisceau de lumière polarisée.

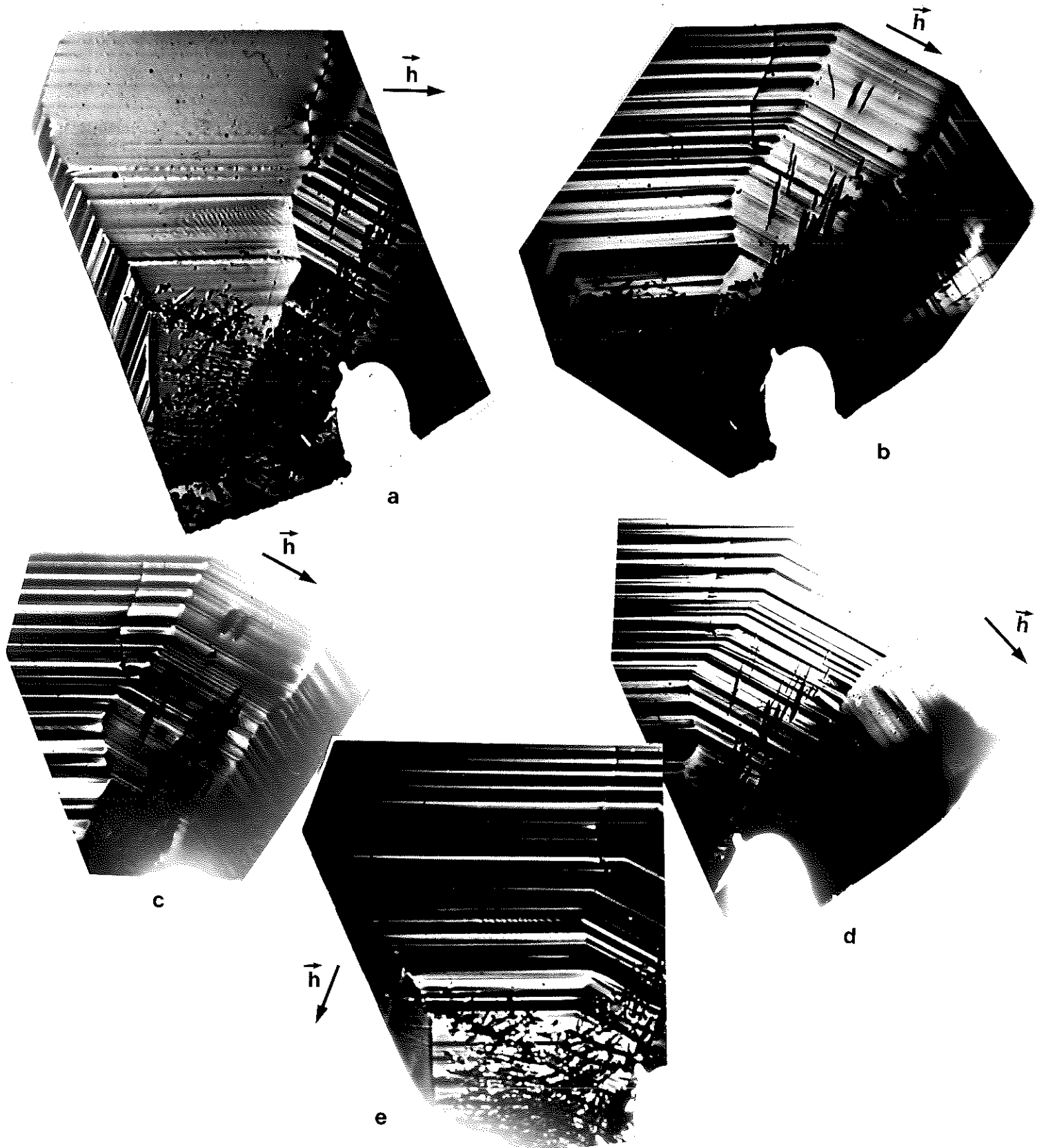


Fig. IV-10 - Caractérisation des secteurs de croissance de l'échantillon (011).
 a) Secteur hors de contraste pour $\vec{h} = 444$ et $46\bar{2}$ (Fig.V-5). La direction de croissance est donc $[\bar{2}11]$. b) Secteur hors de contraste pour $\vec{h} = 40\bar{2}$ et pour c) $42\bar{2}$, la direction de croissance est $[\bar{1}12]$.
 d) Secteur hors de contraste pour $\vec{h} = 800$, la direction de croissance est alors $[0\bar{1}1]$.
 e) Secteur hors de contraste pour $\vec{h} = 4\bar{4}4$, la direction de croissance est très probablement $[\bar{2}11]$.

font un angle d'environ 6° (Fig. IV-12). Les parois ne sont pas des lignes droites comme on peut le remarquer sur les photographies. De même que pour l'échantillon (111), on observe certaines stries de croissance en lumière transmise non polarisée qui favorisent la formation des domaines ayant des directions d'aimantations hors du plan du cristal (Fig. IV-12 et -13).

En regardant de plus près les secteurs $[\bar{2}11]$ et $[\bar{2}\bar{1}\bar{1}]$ (Fig. IV-13b), on remarque que l'image de ces stries est constituée d'un trait noir très fin, accompagné d'un contraste plus clair que celui de l'ensemble du cristal. Au niveau de l'intersection des deux secteurs de croissance, le trait noir se courbe tandis que le contraste clair présente l'angle caractéristique entre les bandes de croissance des deux secteurs adjacents. Cette image suggère qu'il pourrait s'agir des bandes de dissolution (43, 44).

Ces stries sont provoquées lors de la croissance par des sauts importants de température qui font monter rapidement la température du creuset. Les surfaces du cristal qui sont en train de croître sont alors dissoutes, ce qui donne lieu au trait noir très fin. Quand la température de croissance est rattrapée, le cristal recommence la croissance. D'abord d'une façon désordonnée, région du contraste clair, jusqu'à former une nouvelle face naturelle d'où le cristal reprend une croissance ordonnée. On traitera en détail le cas de ces bandes plus loin dans le Chapitre V.

On peut classer les stries particulières que l'on observe optiquement en deux types : celles de la fig. IV-13f qui se sont produites aux premiers moments de la croissance, larges et floues, et celles des fig. IV-13b et d dont l'image est plutôt nette. L'image optique de ces dernières ressemble fortement à celles des bandes de dissolution, publiées par Damen et Robertson (43) pour l'orthoferrite d'ytterbium YbFeO_3 , par Wende et Görnert (46) pour le GaYIG, par Hergt et al (44) pour le YIG. Dans le cas des stries larges et floues, on remarque sur les topographies que les contrastes qui leur sont associés sont composés de plusieurs bandes de croissance. Le contraste de ces stries larges est assez variable en fonction de la réflexion utilisée tandis que les bandes de dissolution ont un contraste qui est prédominant par rapport à l'ensemble. La fig. IV-14 est une comparaison locale du contraste associé à toutes ces stries pour différentes topographies. Les stries sont numérotées pour faciliter la comparaison entre les divers clichés.

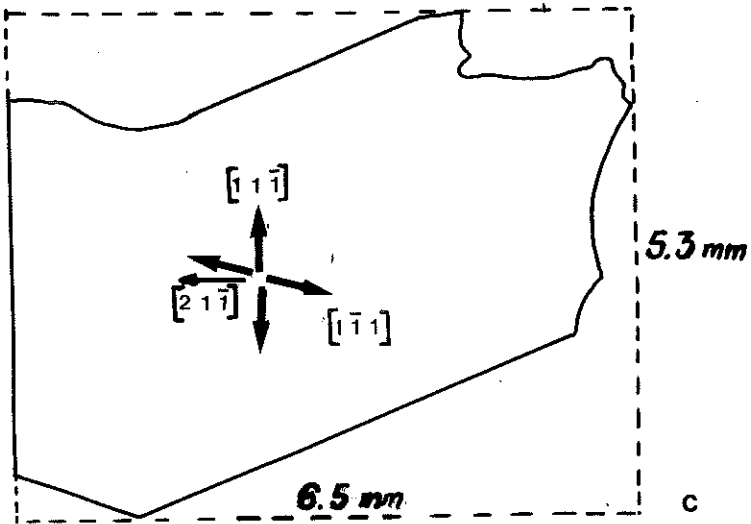
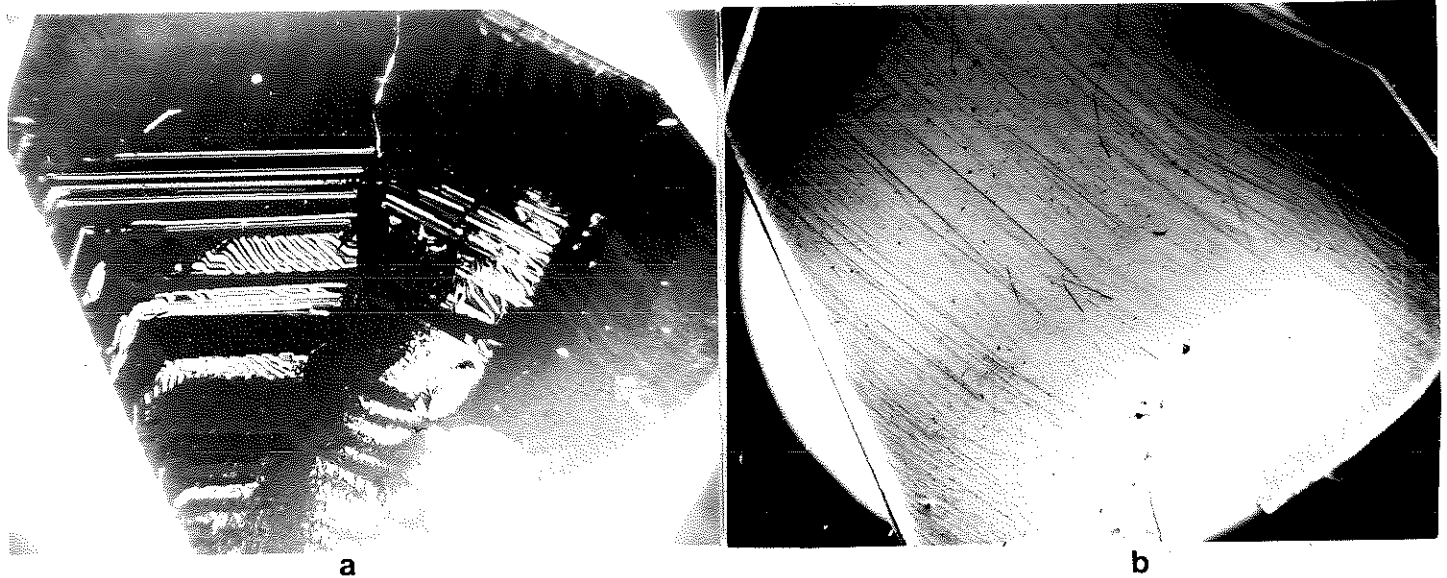


Fig. IV-11 - Photographies de l'échantillon (011):

- a) par effet Faraday
- b) en lumière non polarisée
- c) convention cristallographique adoptée.

La ligne en pointillés indique la ligne de croissance du cristal à partir de la figure F.

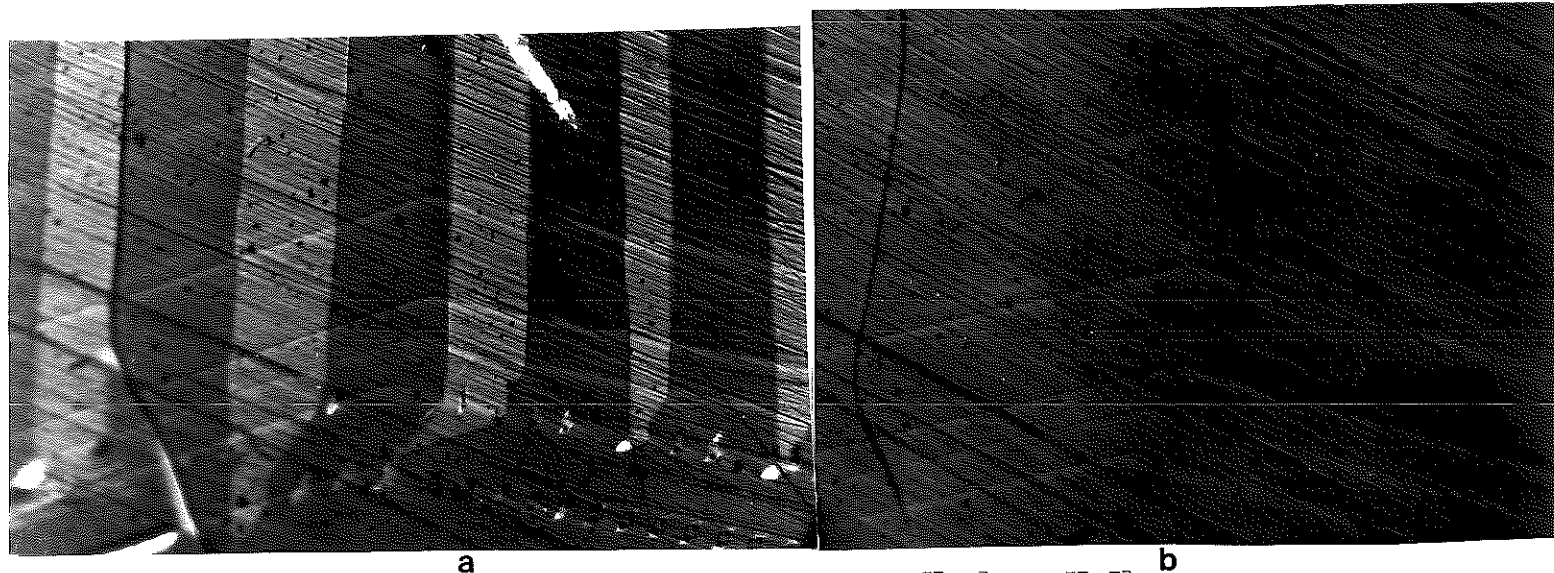


Fig. IV-12 - a) Structures en domaines des secteurs $[211]$ et $[112]$.
b) Photographies respectives en lumière non polarisée.

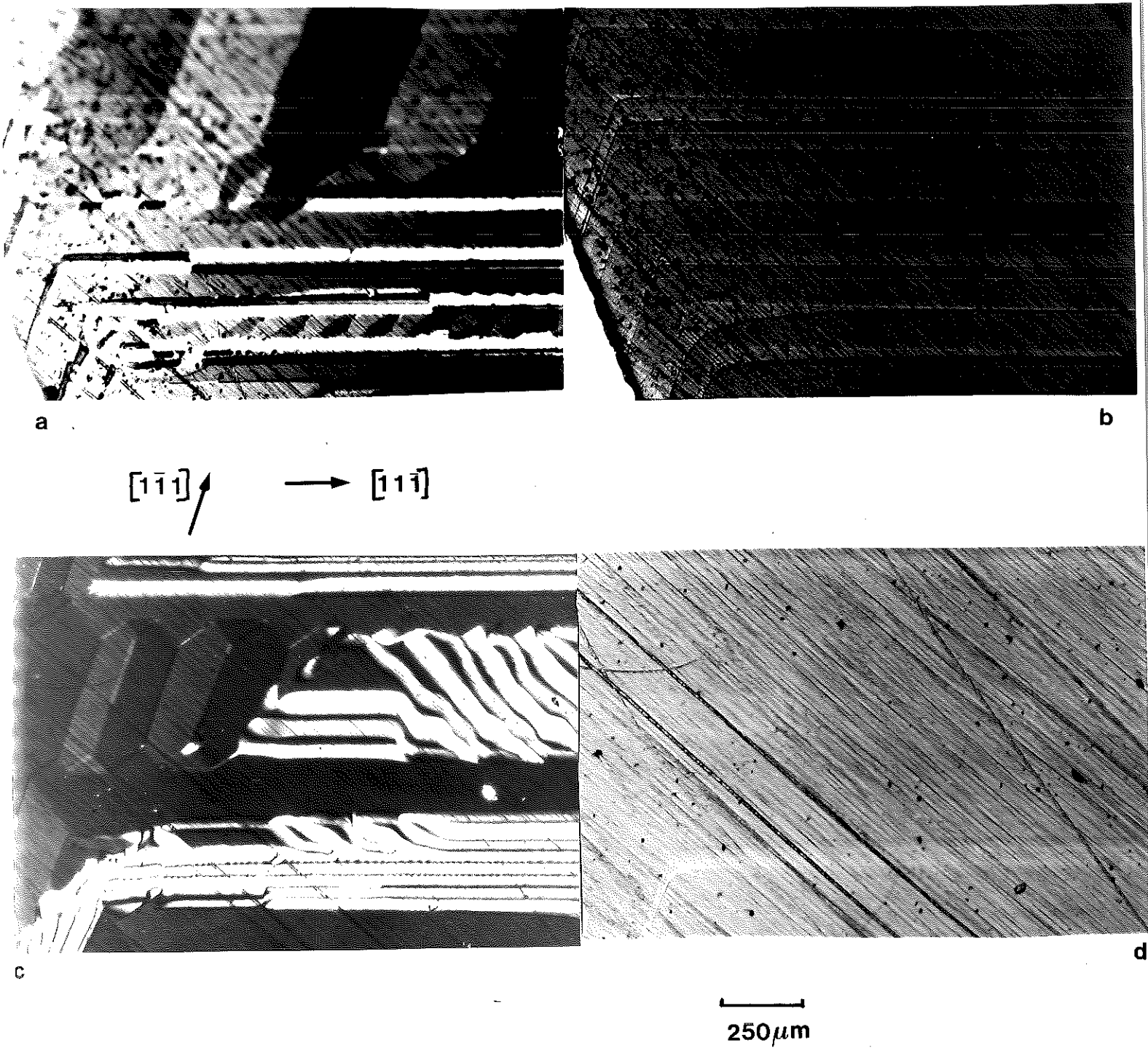


Fig. IV-13 - Structures en domaines des secteurs $[2\bar{1}1]$ et $[21\bar{1}]$.
Photographies respectives en lumière non polarisée.

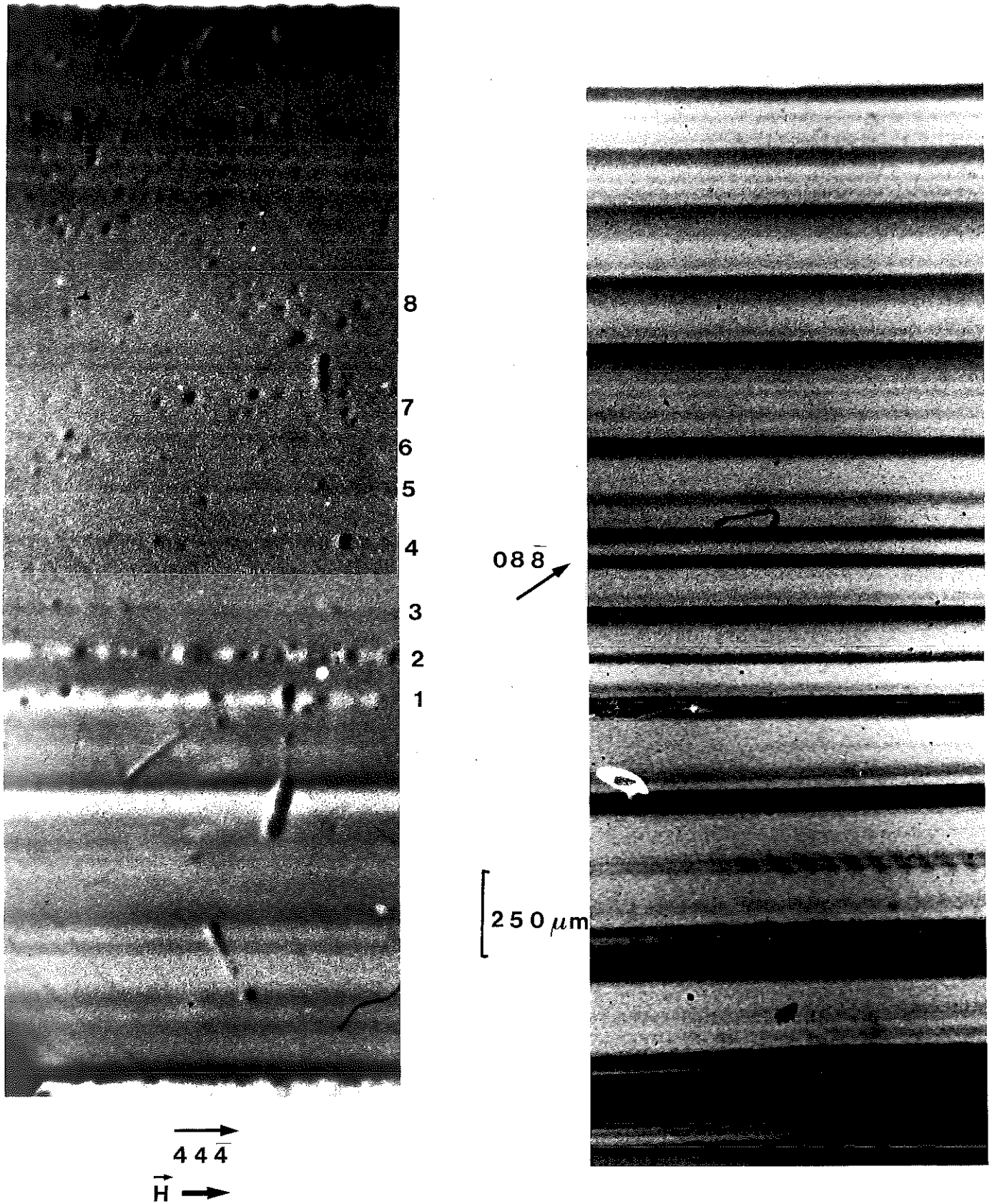
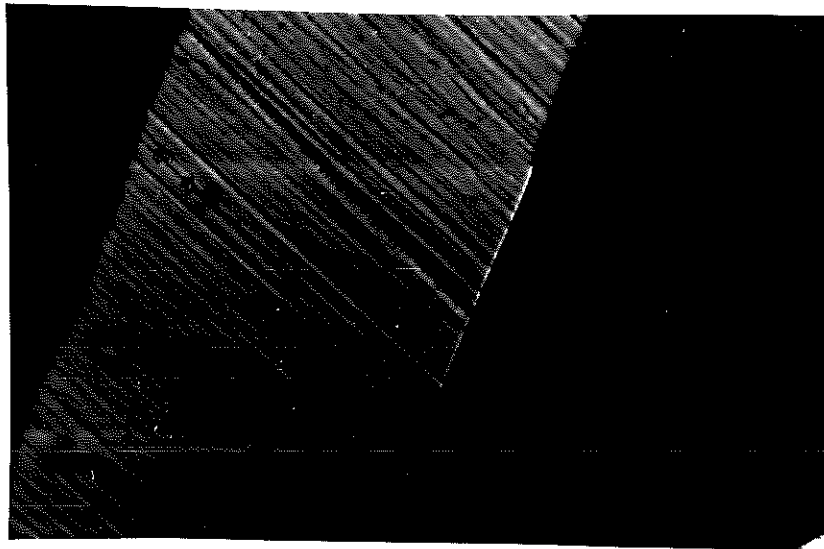


Fig. IV-14 - Contraste topographique associé aux stries visibles optiquement.

En résumé, disons que les stries de dissolution introduisent des altérations à la structure en domaines qu'on pourrait normalement attendre. Ces altérations sont des domaines alignés le long des bandes de dissolution, à aimantation hors du plan (Fig. IV-13a, c, e ; stries I-III, 1-4), des domaines de "fermeture" auxquels s'ajoutent de petits domaines perturbateurs (Fig. IV-13a, c ; strie 5), ou encore un piège pour les lignes de Néel (Fig. IV-15) qui glissent le long des stries lors de l'application d'un champ.



[100 μ m

Fig. IV-15 - Parois à 180° ayant des lignes de Néel piégées sur des bandes de dissolution

CHAPITRE V

BANDES DE DISSOLUTION ET DOMAINES MAGNETIQUES.

V-1 - LES BANDES DE DISSOLUTION (43, 44, 85-87).

Les bandes de dissolution se produisent lorsque le refroidissement graduel du bain est arrêté par un saut de température suffisamment important pour réchauffer momentanément la solution, la sursaturation n'est donc plus accomplie, la croissance est arrêtée et le cristal commence à se dissoudre. La dissolution s'arrête et la croissance reprend quand la sursaturation est rétablie.

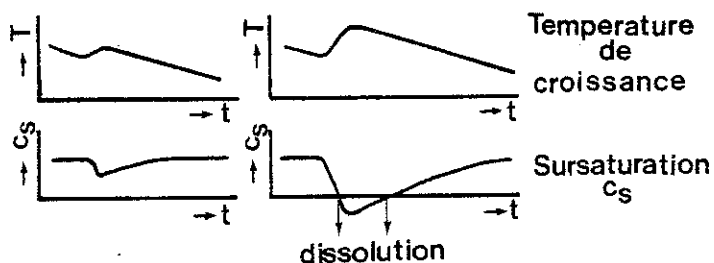


Fig.V-1 - Corrélation de la sursaturation c_s au refroidissement (tiré de la réf. 44).

La figure V-1 montre schématiquement les deux phénomènes possibles : sur la fig.(a), la perturbation est faible et ne produit qu'une fluctuation de la sursaturation conduisant à une bande de croissance ; sur la fig.(b), par contre, le bain n'est momentanément plus sursaturé et il se produit une bande de dissolution.

Hergt et ses collaborateurs (44) ont mené une étude sur les bandes de dissolution dans le YIG . La dissolution a été provoquée par la montée rapide de la température du four qui a conduit à un incrément de $10^{\circ}\text{C}/\text{heure}$ de la température du creuset. Les sauts de température étaient de 7°C . Un thermocouple en contact direct avec la base du creuset enregist-

trait l'évolution de la température (87). Leurs résultats montrent que l'épaisseur de la couche de cristal dissoute diminue au fur et à mesure que la croissance se déroule. Le contenu de fer et de plomb est plus faible (~40 % plus faible pour le Pb) dans les bandes de dissolution tandis que le pourcentage d'yttrium augmente. D'après leurs observations par spectrométrie X en double cristal et par biréfringence optique, ils trouvent que la maille subit une compression dans la direction de croissance de l'ordre de $\Delta a/a \sim 10^{-4}$.

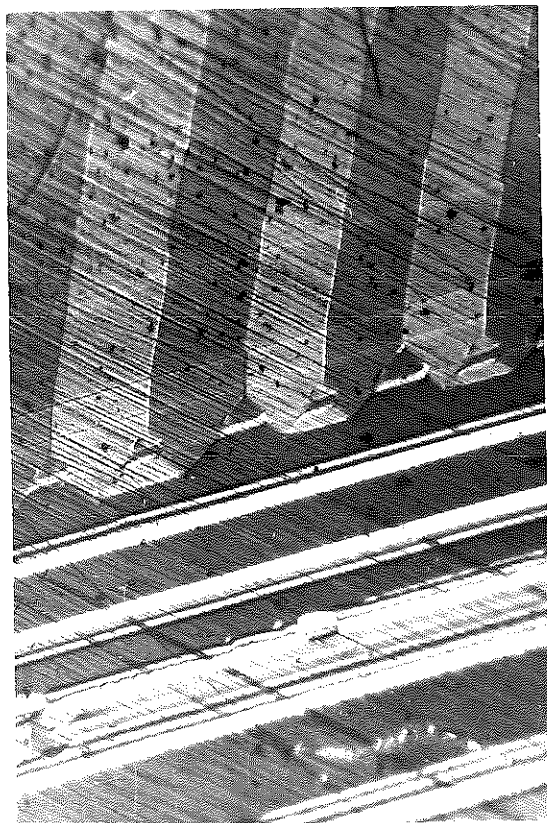
Dans notre cas, l'origine des bandes de dissolution dans l'échantillon (011) n'est pas claire. Il a été observé au LETI que les variations de température dans la salle des fours, dues au fonctionnement d'autres fours ou tout simplement à l'évolution de la température ambiante du jour, introduisent des fluctuations dans la température du creuset. C'est sans doute l'une des origines des bandes de croissance mais pas des bandes de dissolution. Le flux dans le creuset n'est pas un système isotherme, il pourrait alors s'agir de phénomènes spontanés liés probablement aux courants de convection, phénomènes qui induiraient de grosses fluctuations de température au niveau de l'interphase de croissance. Les mesures de la température faites avec un thermocouple sur la base du creuset à côté du point de refroidissement montrent un refroidissement uniforme en accord avec le programme de température ; aucune fluctuation plus grande que le degré n'a été enregistrée.

Nous nous sommes proposés, dans ce travail, d'étudier la structure en domaines, associée aux bandes de dissolution que nous avons observées dans notre cristal, de l'échantillon (011).

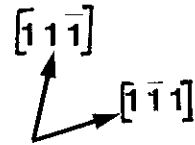
La largeur des stries dans le secteur $[\bar{2}11]$ est de 3 ou 4 μm et à l'intersection des secteurs $[\bar{2}11]$ et $[\bar{2}\bar{1}1]$, elle est d'environ 30 μm . Le contraste clair des bandes de dissolution en lumière transmise non polarisée (Fig. IV-13) pourrait être lié à une absorption affaiblie due à une diminution de la teneur en Pb en extrapolant à notre cas les résultats de Hergt et al.

V-2 - DOMAINES MAGNETIQUES ASSOCIES AUX BANDES DE DISSOLUTION

La structure en domaines de la lame prend une configuration assez particulière au voisinage des bandes de dissolution. Sur les figures IV-13 on peut remarquer des systèmes de domaines en bandes associés aux bandes de dissolution et qui s'étalent le long du défaut. Leur fort contraste noir-blanc en effet Faraday indique qu'ils sont constitués par des domaines ayant une composante résultante de l'aimantation perpendiculaire au plan de la lame dirigée en sens opposé de part et d'autre de la bande.



8 [250 μm



7
6
5
4
3
2
1

stries

Fig. 5-2 - Structure en domaines du secteur $\bar{2}11$.

Les bandes noires-blanches sont des systèmes de domaines associés aux bandes de dissolution. Photographie par effet Faraday, l'échantillon étant légèrement incliné pour augmenter le contraste.

Sur la figure V-2, on remarque que l'aimantation au voisinage des domaines en bandes se met parallèlement à eux, dans la direction $[111]$. Ceci doit amener à la création d'une structure en domaines du type de fermeture entre les domaines à 180° et les domaines en bandes (système de domaines entre les stries 4 et 6).

La figure V-3 nous montre deux photographies de la même région du cristal. La Figure a en lumière transmise non polarisée montre les bandes de dissolution 1-3, dont la largeur moyenne est de $5 \mu\text{m}$. Sur la figure b, par effet Faraday, on remarque les domaines en bandes associés à ces stries ; leur largeur moyenne est d'environ $65 \mu\text{m}$, soit un ordre de grandeur supérieur. Le front de dissolution, le trait fin que l'on remarque sur les figures IV-13, correspond à la fin de la dissolution et il est visible optiquement par réflexion, bien qu'il soit faible. D'après les observations de Hergt et al (44), les bandes de dissolution peuvent être révélées par une attaque chimique sélective, l'action n'étant pas la même sur la bande que sur le reste du cristal.

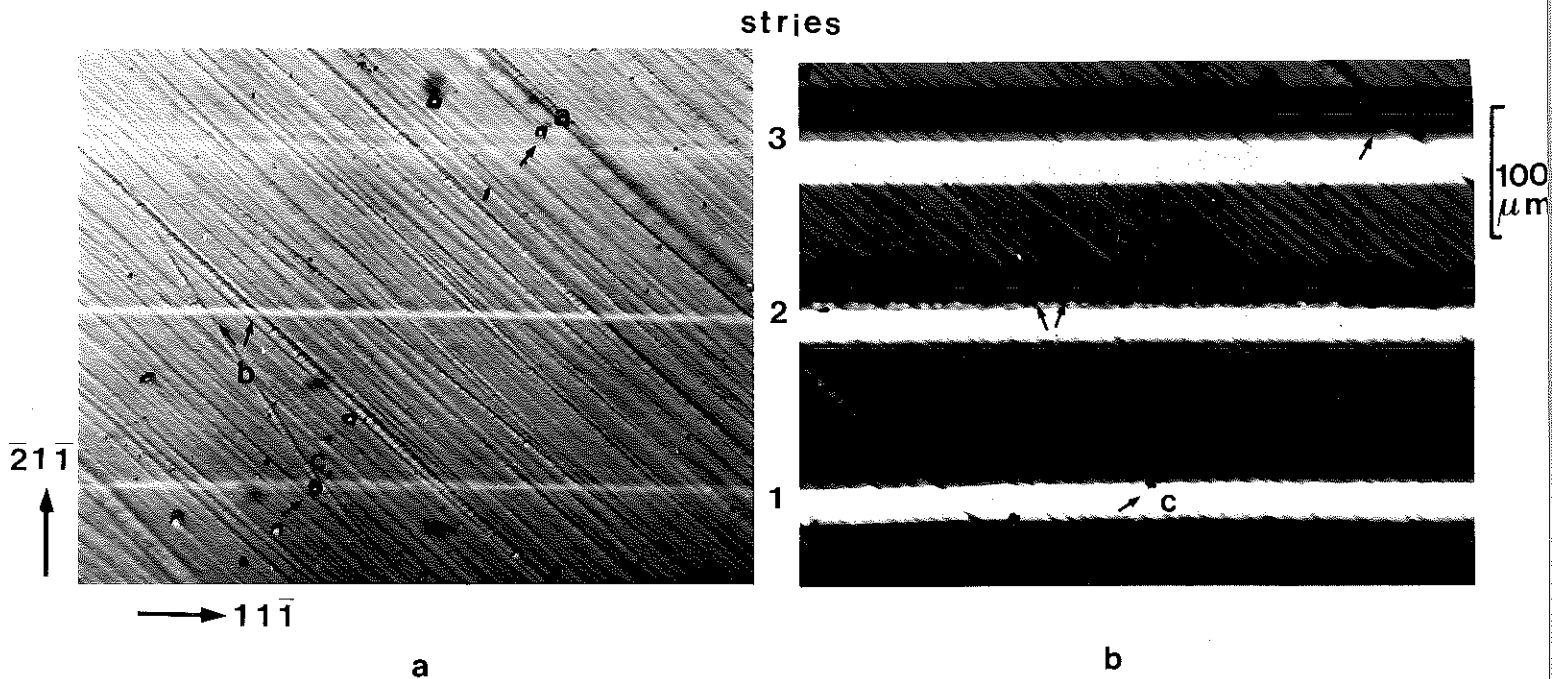


Fig.IV-3 - a) Bandes de dissolution et b) domaines en bandes.

En se repérant par rapport aux défauts de surface tels que a, b et c, sur la figure V-3, on arrive à déterminer l'emplacement des domaines par rapport aux bandes de dissolution : les bandes de dissolution se trouvent entre les domaines noir et blanc à composante perpendiculaire de M_s .

Sur la figure b, le contraste sombre apparaît comme la somme de trois contrastes tandis que le contraste clair apparaît comme étant uniforme. Ceci n'est dû qu'au fait que les polariseurs étaient légèrement décroisés. Si on les décroise dans l'autre sens de la même quantité, on obtient le même contraste noir-blanc mais cette fois interchangé.

L'image des domaines en bandes est symétrique par rapport aux bandes de dissolution pour des polariseurs croisés (Fig. V-4). L'intensité du contraste de chaque bande croît en partant du centre jusqu'à atteindre un maximum pour ensuite décroître.

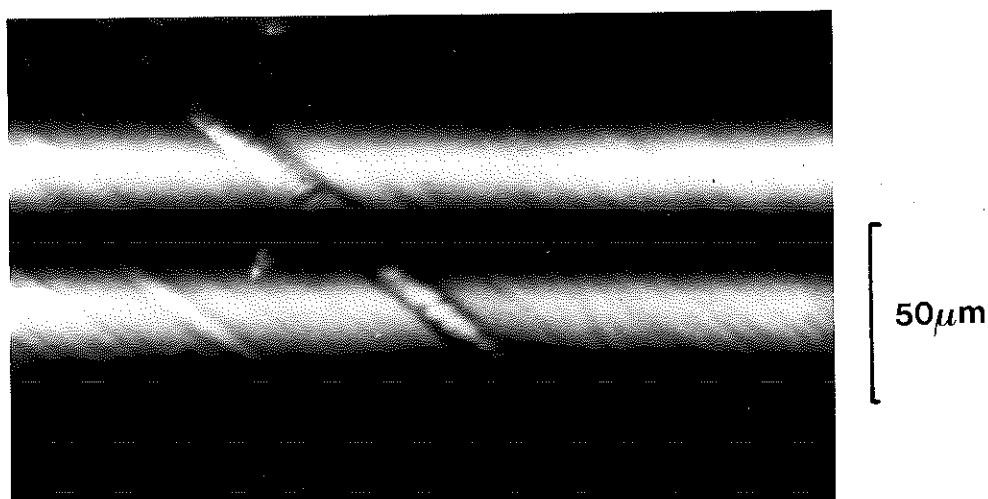


Fig. V-4 - Image des domaines en bandes : polariseurs croisés. On remarque une ligne fine, très intense, de part et d'autre des stries, parallèlement à elles.

Les topographies de la Figure V-5 correspondent aux réflexions pour lesquelles le secteur $[\bar{2}1\bar{1}]$ est hors de contraste. Sur les figures a et c, on remarque des contrastes corrélés à la position des bandes de dissolution. Pour éliminer la contribution au contraste des domaines associés à ces défauts nous avons refait la réflexion $44\bar{4}$ (Figure b) sous champ magnétique, le champ étant appliqué selon la direction facile $[11\bar{1}]$ pour saturer l'échantillon. Cette topographie nous montre que les bandes de dissolution ne sont pas hors contraste. Les déformations induites par ces défauts ne se manifestent donc pas uniquement dans la direction de croissance comme c'est le cas pour les bandes de croissance pour lesquelles la condition d'extinction (2.7) :

$$\vec{h} \cdot \vec{u} = 0$$

est remplie pour ces réflexions. La largeur moyenne des contrastes est $\sim 70 \mu\text{m}$, comparable à la largeur des domaines en bandes. Le contraste étant lié au champ de déformations, on peut dire que les bandes de dissolution induisent des contraintes à longue portée.

Par effet Faraday et en utilisant un objectif à très fort grossissement nous sommes arrivés à observer dans les bandes de domaines 1 et 2 de la Figure V-3 une paroi magnétique perpendiculaire aux surfaces de l'échantillon associée au front de dissolution. La faible profondeur de champ de l'objectif, de l'ordre de quelques microns, nous permettait de déterminer la position de la paroi dans le volume : on obtient une image nette de la paroi lorsque la mise au point était faite dans le volume du cristal, mais, près des surfaces la paroi n'était plus observable.

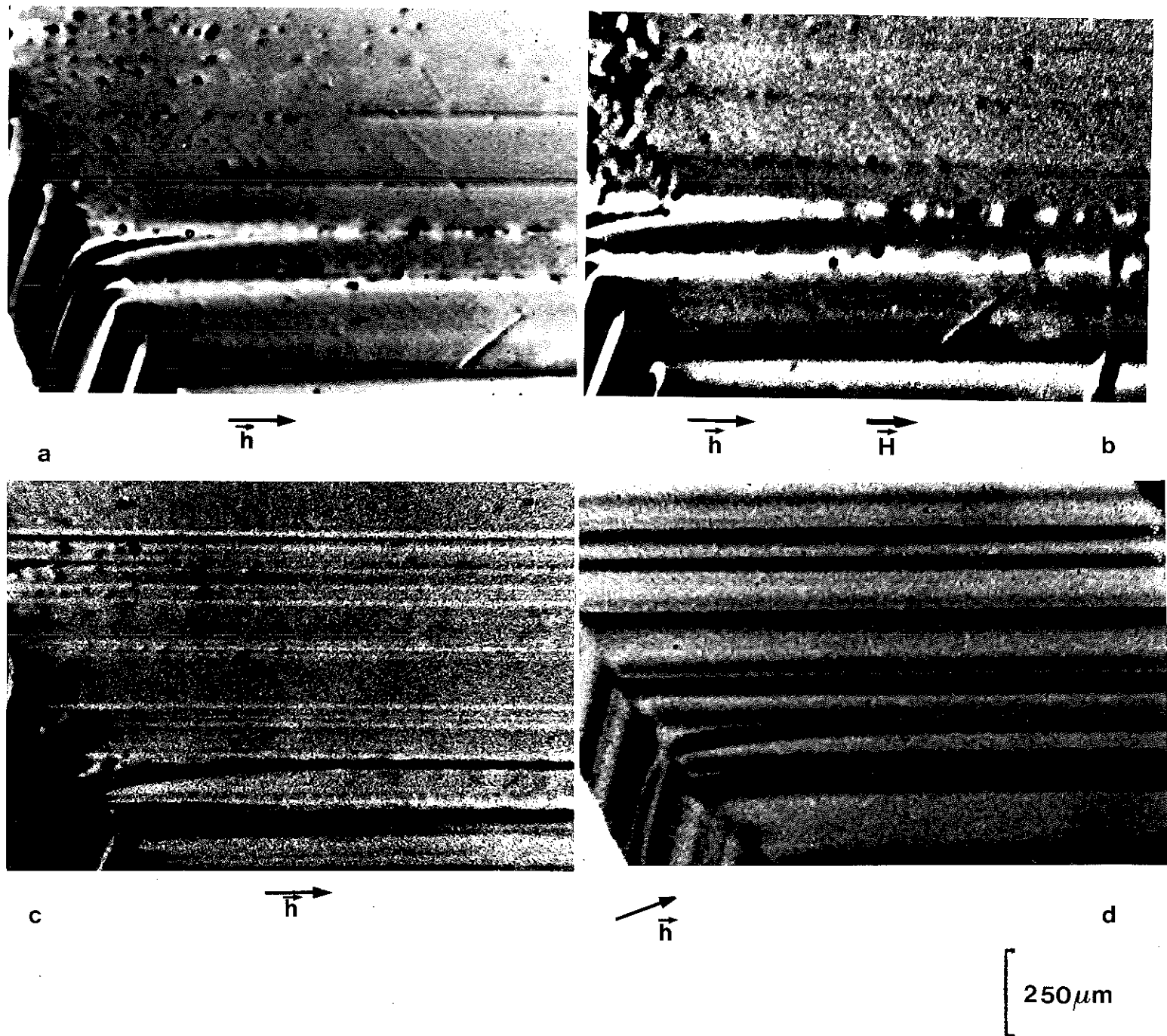


Fig. V-5 - Topographies où le secteur $[\bar{2}11]$ est hors contraste.
 Réflexions a) $44\bar{4}$ b) $44\bar{4}$ sous champ magnétique
 c) $46\bar{2}$ et d) $08\bar{8}$.

Nous avons aussi fait appel à l'effet Kerr polaire pour tenter d'observer ces domaines en bandes. Les deux directions de facile aimantation hors du plan de la lame $[11\bar{1}]$ et $[\bar{1}11]$ font un angle de $\sim 55^\circ$ avec la surface du cristal. On pouvait alors s'attendre à des images de très faible contraste mais tout de même visibles, or nos observations ont été infructueuses. On peut donc penser soit que l'effet était trop faible pour être détecté, soit qu'à la surface, l'aimantation prenne l'une des deux directions de facile aimantation contenues dans le plan : l'absence d'image serait alors tout à fait normale.

La structure interne des domaines en bande est en résumé une structure :

- . symétrique par rapport à la bande de dissolution
- . dont la composante verticale de l'aimantation change de signe de part et d'autre de la bande de dissolution,
- . qui a une paroi centrale perpendiculaire aux surfaces du cristal, associée au front de dissolution,
- . qui favorise dans son voisinage la direction d'aimantation $[11\bar{1}]$ parallèle aux domaines en bandes,
- . qui probablement ne crée pas de charges en surface, l'aimantation pouvant se mettre parallèlement aux surfaces,
- . dont l'image Faraday présente de chaque côté un maximum d'intensité.

On est donc amené à imaginer un modèle dont le flux magnétique reste renfermé autour du défaut favorisant ainsi, au voisinage, la direction d'aimantation $[11\bar{1}]$ qui est parallèle au plan de la strie $(2\bar{1}1)$. Le modèle proposé (45) (Fig. V-6) est symétrique par rapport au plan $(2\bar{1}1)$, plan des bandes de dissolution, et par rapport au plan (011) , plan de symétrie du système cubique. Il ne crée pas de charges en surface mais fait intervenir des parois magnétiques à contraintes, celles du type $\{112\}$, dans le schéma de la figure V-5. La paroi à contrainte $(2\bar{1}1)$ se trouverait au niveau du front de dissolution avec lequel elle serait en interaction probablement à travers le champ de contraintes. En outre, le modèle proposé n'a qu'une géométrie à angles fixes, il est donc flexible en largeur et par conséquent, il peut s'adapter aux différents domaines en bandes.

C H A P I T R E VI

ESTIMATION DES INHOMOGENEITES DE LA REPARTITION DU GALLIUM PAR MICRORADIOGRAPHIE SELECTIVE AU RAYONNEMENT SYNCHROTRON

VI-1 - L'EXPERIENCE : PRINCIPE , RESULTATS.

Comme nous l'avons déjà vu, les mesures faites au LETI sur des cubes de 1 mm^3 de volume extraits d'un même secteur de croissance, donnaient comme résultat des fluctuations de $\sim 10 \%$ sur 4 μm s pour un taux de substitution de $x \sim 0,8$. La variation de la teneur moyenne en gallium entre les échantillons correspondant à des moments différents de la croissance étaient donc de l'ordre de $\pm 6 \%$. On pouvait cependant s'attendre à des fluctuations plus importantes à l'échelle des bandes de croissance, c'est-à-dire sur une dizaine de microns en moyenne.

Nous avons donc essayé d'étudier les fluctuations de M_s en fonction de la croissance en recherchant la distribution locale du gallium et du fer et leurs variations au cours de la croissance. Pour cela, nous avons utilisé la microradiographie sélective au rayonnement synchrotron (79).

Le principe de la méthode consiste à déterminer la distribution spatiale d'un élément chimique donné par la différence d'absorption du rayonnement incident de part et d'autre d'un seuil d'absorption, le faisceau incident étant chaque fois monochromatique. L'avantage de cette forme de microanalyse est de ne pas être destructive ; le spectre très large et intense de l'anneau de stockage permet de choisir les longueurs d'onde les plus convenables pour l'analyse, sans poser les problèmes d'intensité des générateurs à rayons X classiques.

Les expériences ont été faites au LURE à Orsay. Un schéma de montage expérimental est montré sur la Figure VI-1. La sélection de la longueur d'onde était faite par un montage à double cristal constitué de deux surfaces d'orientation (110) taillées dans un bloc monolithique de silicium. Les seuils d'absorption du gallium et du fer ont été localisés en mesurant la discontinuité de l'intensité transmise par des feuilles de gallium et de fer purs à l'aide d'une chambre à ionisation rudimentaire fournissant des courants de 10^{-11} à 10^{-10} A dans l'air ionisé. La précision en longueur d'onde que l'appareillage de contrôle du monochromateur permet d'atteindre est de l'ordre de $\delta\lambda/\lambda \sim 10^{-3}$.

La sélection de la longueur d'onde se fait par la réflexion 220 mais le faisceau issu du monochromateur n'est pas tout à fait monochromatique car la réflexion du deuxième ordre, quoique plus faible, laisse aussi passer $\lambda/2$. Le rapport des intensités est $\sim 10^2$.

Sur les microradiographies, le faisceau transmis par l'échantillon était recueilli sur des plaques à émulsion nucléaire Ilford L4 de 50 μm d'épaisseur placées dans une cassette parallèlement au cristal à une distance d'à peu près 7 mm. Le tout était mis dans le faisceau le plus perpendiculairement possible à la direction d'incidence. Nous avons été obligés de faire balayer l'aire utile du faisceau incident par le montage cristal-cassette pour moyenner les inhomogénéités du faisceau, dues principalement aux bandes de croissance du monochromateur.

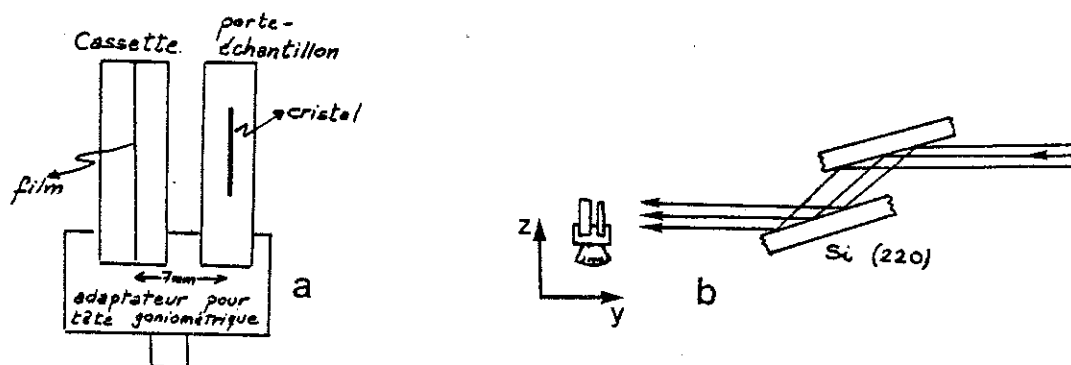


Fig. VI-1 - Montage a) du cristal et b) de l'expérience avec le système à double cristal.

Nous avons fait des clichés de l'échantillon (111) des deux côtés du seuil d'absorption K du gallium, $\lambda = 1,196 \text{ \AA}$ et du fer, $\lambda = 1,743 \text{ \AA}$. Par contre, l'échantillon (011) que nous venions de recevoir quelques jours avant notre départ pour LURE, n'a été passé que du côté faible absorption du seuil du gallium. Le temps d'exposition était en moyenne de 6 minutes. Le rayonnement synchrotron n'ayant qu'une très faible divergence (quelques secondes), on pouvait atteindre avec notre montage une résolution spatiale de l'ordre du dixième de micron, limite imposée par l'émulsion nucléaire.

La plupart des clichés ne nous ont pas permis de déceler aucun contraste qui puisse être corrélé aux défauts contenus dans l'échantillon. Ces clichés ne montraient qu'un noircissement graduel associé aux variations de l'épaisseur du cristal (Fig. VI-2). Sur quelques clichés, par contre, nous avons observé de faibles contrastes associés aux bandes de croissance et aux amas de dislocation de notre échantillon, le Gallium (111). Mais ce contraste ne s'inverse pas de part et d'autre du seuil d'absorption, il est donc indépendant de la différence d'absorption. En outre, nous avons constaté que, en changeant légèrement la position du cristal par rapport au faisceau incident, le contraste disparaît. Finalement, nous avons obtenu un cliché qui montrait simultanément les images du faisceau transmis et d'une réflexion de Bragg. Les contrastes des deux images y sont complémentaires (Fig. VI-3). Les contrastes observés étaient donc dus à des réflexions de Bragg excitées "accidentellement". Ces réflexions sont rendues possibles bien que le faisceau incident soit monochromatique et peu divergent par le grand nombre de réflexions permises dans la structure grenat et la grande dimension du paramètre cristallin ($> 12 \text{ \AA}$). Le contraste est bien sûr dû au fait que l'intensité extraite du faisceau direct et transférée au faisceau diffracté est différente pour les régions parfaites et pour les régions de défauts.

Dans le cadre de cette expérience, l'intérêt porte sur de faibles variations de la teneur en gallium ou fer. Ces éléments ont, d'autre part, des numéros atomiques proches (31 pour le gallium, 26 pour le fer) ; les absorptions qui leur sont associées sont donc peu différentes. L'effet des réflexions "parasites" ou des inhomogénéités de l'intensité incidente dues à des défauts du monochromateur prennent alors une grande importance et obligent à adopter un grand nombre de précautions pour ne pas être induit en erreur lors du dépouillement. La contribution de $\lambda/2$ au faisceau monochromatique, sans conséquences

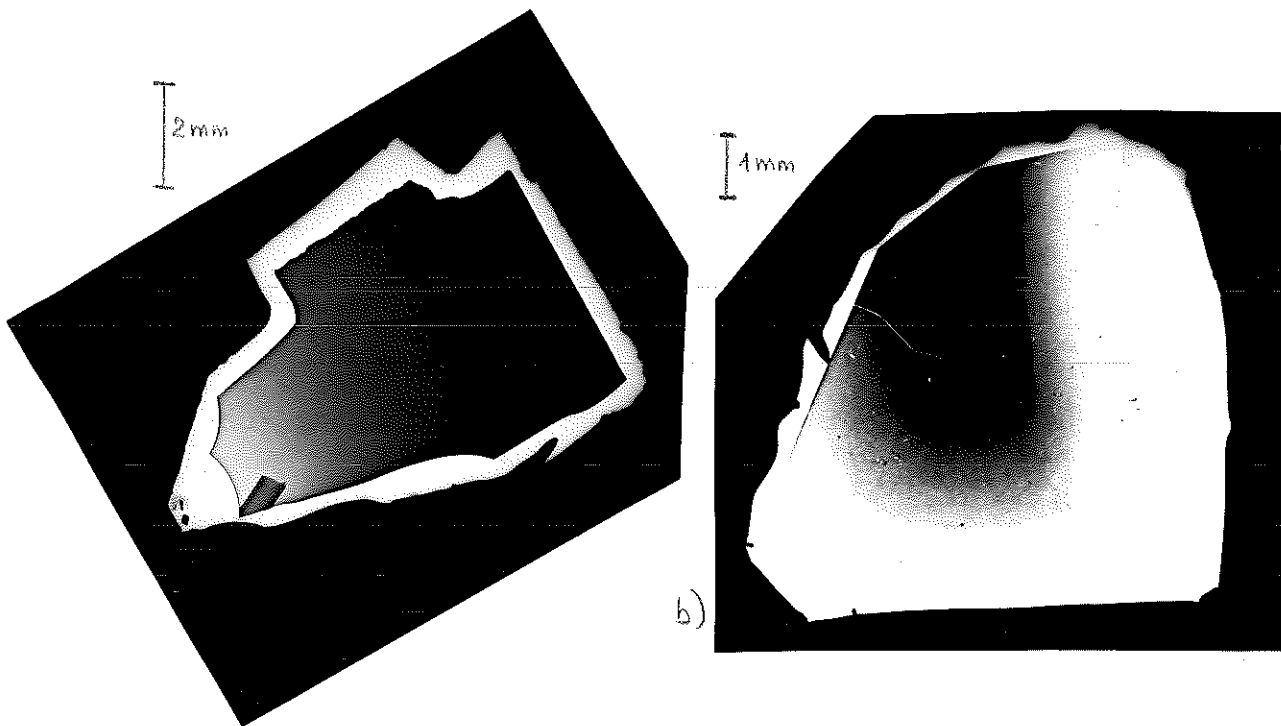


Fig. VI-2 - Allure des radiographies obtenues
a) GaYIG (111) côté forte absorption et
b) GaYIG (011) côté faible absorption du gallium.

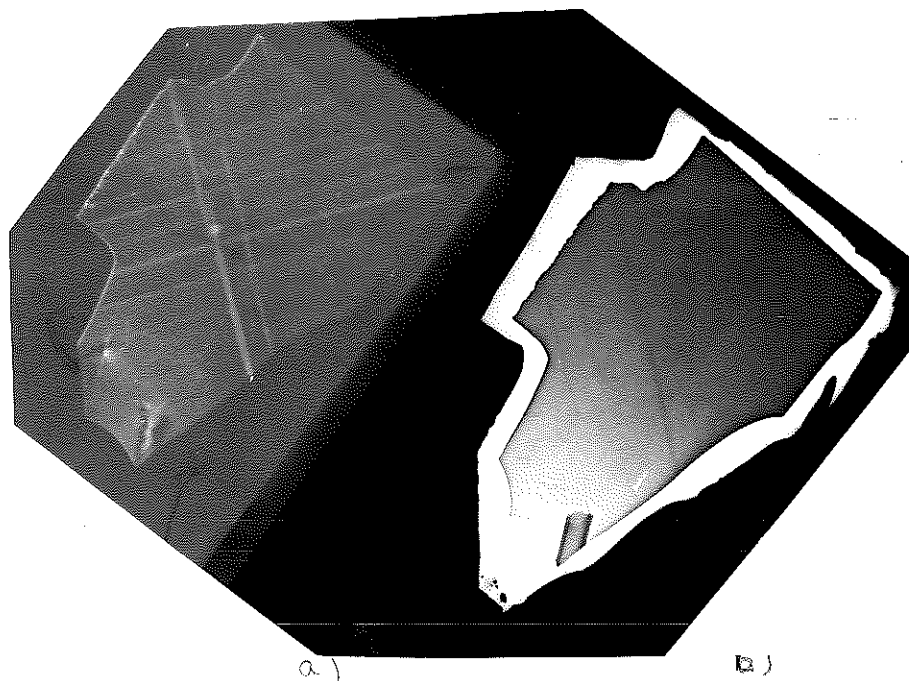


Fig. VI-3 - Topographie parasite de l'échantillon (111). La tache centrale a)
est due au faisceau transmis et b) est la réflexion de Bragg excitée.
On remarquera le contraste complémentaire des défauts sur les deux
images.

dans notre cas comme on le verra par la suite, est une troisième cause d'erreur qui peut dans certains cas affecter fortement la résolution de l'expérience. C'est par exemple le cas des analyses basées sur la différence d'absorption de part et d'autre de l'arête d'absorption, l'effet de $\lambda/2$ étant de réduire cette différence et par conséquent la résolution.

VI-2 - INTERPRETATION DES RESULTATS.

Pour le taux de substitution annoncé : $x \sim 1$, il suffit de faibles fluctuations de x pour que la valeur de $4\pi Ms$ soit fortement affectée. On peut déduire la relation empirique suivante des résultats de Hansen, Röschmann et Tolkendorf (53) (Fig. I - 1b).

$$4\pi Ms = -1088 x + 1388 \quad (\text{gauss}) \quad (6.1)$$

valable dans l' intervalle $0,83 < x < 1,2$.

Une fluctuation de $4\pi Ms$ se traduit alors par un Δx donné par la relation déduite de (6.1) :

$$\frac{\Delta(4\pi Ms)}{4\pi Ms} = \frac{\Delta x}{x - 1,3} \quad (6.2)$$

Un écart de 10 % sur $4\pi Ms$ représente donc une variation du taux de substitution Δx d'approximativement 3 %.

Nous nous attendions soit à des variations rapides et localisées de la concentration de gallium donnant lieu à des contrastes au niveau de ces zones, soit à une variation progressive de la teneur en gallium. Dans ce dernier cas, l'information est obtenue à partir des variations de l'intensité sur l'ensemble du cristal, mesurées au micro-densitomètre et tenant compte de la variation de l'épaisseur.

Dans la gamme de longueur d'onde et de densité utilisée, la réponse des plaques nucléaires est proportionnelle à l'exposition. La densité D est donc égale à :

$$D = D_0 \tau I_0 e^{-\mu(x)t} \quad (6.3)$$

D_0 est la réponse de l'émulsion fonction de la longueur d'onde ; τ , le temps d'exposition ; I_0 l'intensité arrivant sur le cristal ; $\mu(x)$, le coefficient d'absorption fonction de x ; et t , l'épaisseur du cristal.

Le $\mu(x)$ total est obtenu à partir de la somme pondérée des $(\mu/\rho)_i$ multipliée par 8, le nombre de molécules dans la maille élémentaire et divisée par son volume V_c :

$$\mu(x) = \frac{8}{V_c} \sum n_i \frac{A_i}{N} \left(\frac{\mu}{\rho} \right)_i \quad (\text{cm}^{-1}) \quad (6.4)$$

N est le nombre d'Avogadro, A_1 est la masse atomique et n_1 le nombre d'ions i dans la molécule $Y_3Ga_xFe_{5-x}O_{12}$. Donc :

$$n_1 = \begin{array}{l} 3 \text{ pour } 1 \cdot Y^{3+} \\ 5-x \text{ pour le } Fe^{3+} \\ x \text{ pour le } Ga^{3+} \\ 12 \text{ pour } 1 \cdot O^{2-} \end{array}$$

On peut donc exprimer $\mu(x)$ sous la forme :

$$\mu(x) = a + bx$$

où a est le coefficient d'absorption du YIG au paramètre de maille près ($a_0 = 12,376 \text{ Å}$ pour le YIG et $12,361 \text{ Å}$ pour le GaYIG, $x = 1$) et b est fonction de la différence des coefficients d'absorption du gallium et du fer.

Si l'on suppose maintenant une variation Δx de la teneur en gallium, elle va se traduire par une variation de la densité D de l'émulsion :

$$\frac{\Delta D}{D} = -bt \Delta x \quad (6.5)$$

D'après le travail de A.R. Lang (62) sur les émulsions nucléaires Ilford L4 il est possible de détecter des fluctuations de densité d'environ 3% sur des surfaces de l'ordre du micron. Notre résolution en densité est donc limitée à :

$$\frac{\Delta D}{D} = 0,03$$

Les plus faibles fluctuations en x que l'on peut résoudre sont par conséquent :

$$\Delta x = \frac{0,03}{bt} \quad (6.6)$$

On remarque que la résolution en x s'améliore au fur et à mesure que la différence des coefficients d'absorption de gallium et de fer est plus grande et que l'épaisseur du cristal est plus importante

Les contributions non désirées, notamment celle de $\lambda/2$, au faisceau monochromatique ne sont donc à prendre en considération que du côté forte absorption où l'importance de $\lambda/2$ est fortement accrue par rapport à λ .

Les microradiographies ont été faites au niveau des arêtes d'absorption de gallium et de fer où le coefficient b est maximum (Fig. VI-4). Malheureusement, on n'a travaillé que sur le GaYIG (111) car à ce moment-là, c'était le seul échantillon qu'on connaissait bien.

On peut approcher le coefficient $\mu(x)$ du côté forte absorption, $\lambda < \lambda_{\text{abs}}$, par la formule de Victoreen (83) :

$$\left(\frac{\mu}{\rho}\right) = C \lambda^3 - D \lambda^2 + \sigma_{K-N} N \frac{Z}{A} \quad (\text{cm}^2/\text{gr}) \quad (6.7)$$

où σ_{K-N} est la section efficace de Klein-Nishina pour la dispersion d'électrons libres (tableau 6.1), N est le nombre d'Avogadro, Z et A sont le numéro et le poids atomiques respectivement ; C et D sont des coefficients fonction de Z (tableau 6.2). Pour $\lambda > \lambda_{\text{abs}}$, côté faible absorption, nous avons calculé $\mu(x)$ en utilisant les valeurs données dans le tableau 3.2.2E de la référence 83 pour les longueurs d'onde 1,20 Å et 1,75 Å. Pour le cas du gallium, nous avons déduit les coefficients d'absorption des coefficients du GaP donnés par Fukamachi et Hosoya (88) au niveau du seuil d'absorption du gallium. Nous avons regroupé les $(\mu/\rho)_i$ pour les différentes longueurs d'onde dans le tableau 6.3

Tableau 6.1.

Section efficace de Klein-Nishina (83).

$\lambda(\text{\AA})$	$N \sigma_{K-N} \quad (\text{cm}^2/\text{gr})$
1,10	0,386
1,20	0,388
1,70	0,393
1,80	0,394

Tableau 6.2

Coefficient de Victoreen *

	$\lambda = 1,196 \text{ \AA} : \text{Ga}$		$\lambda = 1743 \text{ \AA} : \text{Fe}$		Z/A	Seuil d'absorption		A/N $\times 10^{24} \text{ (g)}$
	C	D	C	D		K(A)	L(A)	
γ^{39}	44,1	4,88	44,1	4,88	0,4386	0,728	5,961	147,6
Ga^{31}	216	68,6	20,2	1,13	0,4448	1,196	11,149	115,7
Fe^{26}	126	27,2	126	27,2	0,4655	1,743	17,53	92,71
O^{16}	3,18	0,0654	3,18	0,0654	0,5	-	-	26,56

* Les données ont été obtenues à partir des tableaux 3.2.2 C et 3.2.2 E, p. 171 et p. 175 respectivement de la réf. (83).

Tableau 6.3

Coefficients d'absorption massiques (μ/ρ) en cm^2/gr .

	$(\lambda/2)_{\text{Ga}}$	$\nu(\lambda/2)_{\text{Fe}}$	Arête d'absorption du gallium		Arête d'absorption du Fer	
$\lambda(\text{A})$	(1)	(1)	(4)	(1)	(1)	(1)
γ^{39}	0,6	0,85	1,196	1,20	1,743	1,75
Ga^{31}	65,7	24,7	66,3	66,3	191,0	191,0
Fe^{26}	37,8	96,8	318,4 (3)	34,7 (3)	97,9	97,9
O^{12}	23,9	63,4	162	162	584,8 (2)	49,4
	0,86	2,11	5,55	5,55	16,6	16,6

(1) Valeurs tirées de la réf. (83), tableau 3.2.2 E

(2) Valeurs calculées d'après la formule (6.7)

(3) Valeurs déduites du μ_{GaP} , réf. (88)

(4) A part l'élément correspondant au seuil d'absorption, on considère qu'il n'y a pas de changement du μ/ρ de part et d'autre du seuil pour les autres éléments.

On obtient à partir de (6.4) avec les $(\mu/\rho)_1$ donnés dans le tableau 6.3 pour le seuil d'absorption du gallium :

$$\mu_{\text{faible}} = 449,9 + 92,4 X \quad (\text{cm}^{-1}) \quad (6.8a)$$

$$\mu_{\text{faible}} = 449,9 - 46,6 X \quad (6.8b)$$

$$\mu_{\lambda/2} = 171,3 + 9,1 X \quad (6.8c)$$

et pour le seuil d'absorption du fer :

$$\mu_{\text{forte}} = 1528,9 - 181,7 X \quad (\text{cm}^{-1}) \quad (6.9a)$$

$$\mu_{\text{faible}} = 477,6 + 28,4 X \quad (6.9b)$$

$$\mu_{\lambda/2} \sim 173,7 + 22,5 X \quad (6.9c)$$

Expérimentalement, le rapport des intensités qui sont soumises à travers la feuille de gallium ($\sim 110 \mu\text{m}$) de part et d'autre du seuil d'absorption du gallium est :

$$\frac{I_{\lambda\text{faible}} + I_{\lambda/2}}{I_{\lambda\text{forte}} + I_{\lambda/2}} \quad \frac{I_{\lambda\text{faible}}}{I_{\lambda/2}} = 135$$

Du côté forte absorption I_{λ} est presque complètement absorbée, l'intensité transmise est donc négligeable devant $I_{\lambda/2}$. Dans le tableau 6.3, on remarque que les coefficients d'absorption du gallium pour $1,20 \text{ \AA}$ et $0,60 \text{ \AA}$ sont approximativement égaux et par conséquent l'atténuation subie l'est aussi, ce qui veut dire que le rapport entre les intensités incidentes $I_{\lambda} / I_{\lambda/2}$ est à peu près égal à 135. Rapport qui est en bon accord avec le spectre du LURE (Fig. VI-5).

Pour tenir compte de la contribution $I_{\lambda/2}$ au noircissement de nos clichés, on peut utiliser (6.3) modifiée convenablement. Pour l'arête du gallium :

$$D = D_0 + I_{0\lambda} e^{-\mu_{\lambda}(x)t} \left(1 + \frac{1}{n} \frac{D'_0}{D_0} e^{-(\mu_{\lambda/2}(x) - \mu_{\lambda}(x))t} \right)$$

où D'_0 est la réponse de la plaque nucléaire pour $\lambda/2$, $D'_0/D_0 < 1$ car les longueurs d'ondes dures sont moins absorbées par l'argent qui est l'agent absorbant de l'émulsion, et n est le rapport entre $I_{0\lambda}/I_{0\lambda/2}$. De (6.8) et (6.9), on peut estimer pour $x \sim 1$, la différence des coefficients d'absorption pour λ et $\lambda/2$, D'_0/nD_0 étant $\sim 6.10^{-3}$, pour des échantillons dont $t < 100 \text{ m}$, l'ordre de grandeur de la correction correspondante à $\lambda/2$ est de $\sim 10^{-2}$ ou 10^{-1} pour le seuil du gallium et du côté faible

absorption du fer (on suppose que n pour le fer est d'après le spectre du LURE d'environ 10^2). Cette correction est négligeable. On peut donc considérer que (6.5) et (6.6) restent valables malgré la contribution $\lambda/2$. Dans le cas du fer, du côté forte absorption, le faisceau incident est très absorbé par rapport à $\lambda/2$ (voir 6.9 a et 6.9 c). La correction à introduire est alors importante. Le fait que les corrections soient négligeables pour le seuil du gallium et par pour celui du fer correspond au fait que le gallium n'intervient que dans le coefficient $b \sim (\mu_{\text{Ga}} - \mu_{\text{Fe}})$ tandis que pour le fer c'est le coefficient total du cristal qui est fortement accru.

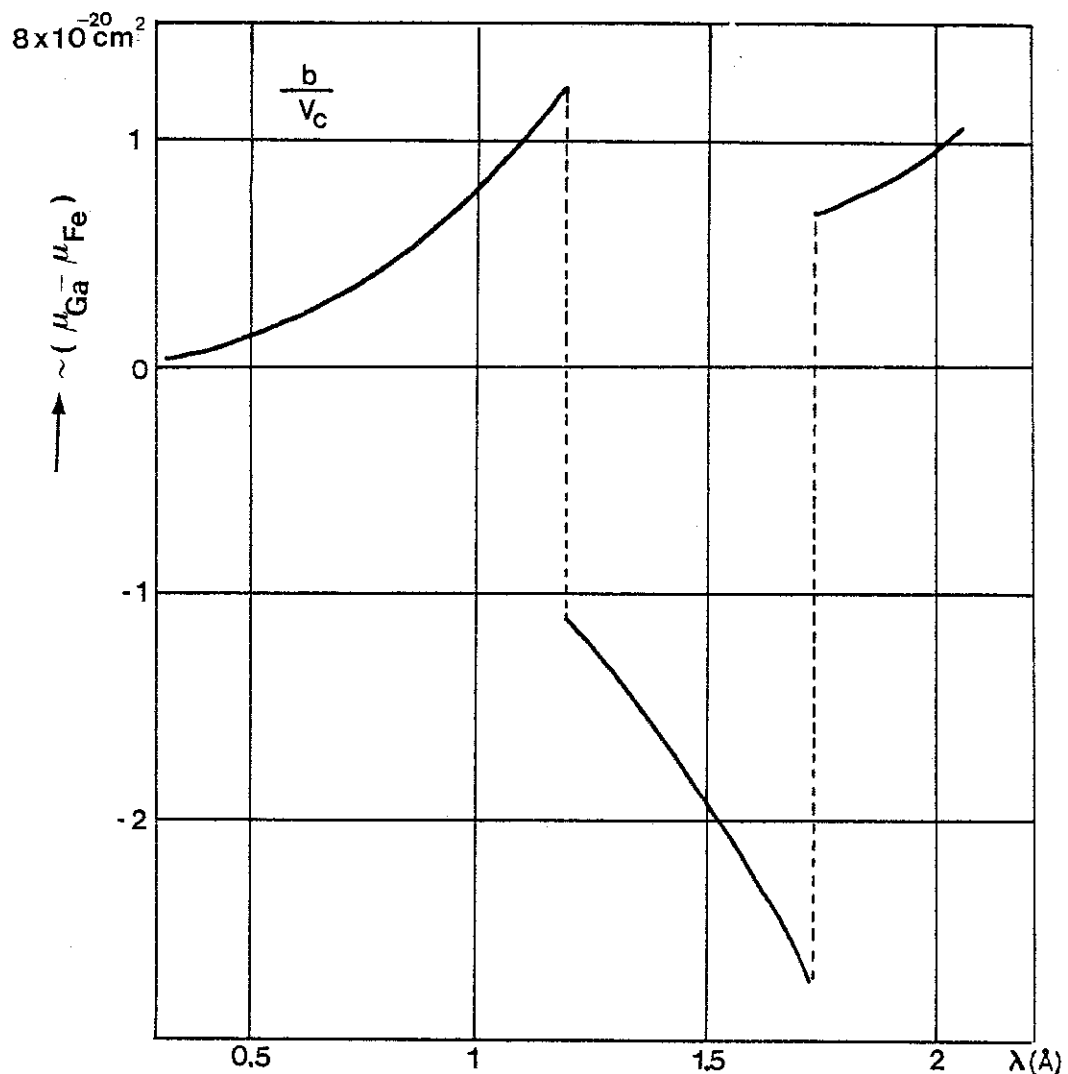


Fig. VI-4 - Variation des coefficients d'absorption atomique du gallium et du fer avec la longueur d'onde

VI-3 - DISCUSSION

Comme nous l'avons déjà dit, nous n'avons pas pu obtenir des contrastes sur nos clichés, à part ceux dus aux réflexions parasites qui nous auraient renseignés sur la répartition de gallium dans nos échantillons. Ces fluctuations si elles existent sont restées au-dessous de notre résolution.

Prenant la zone la plus épaisse du GaYIG (111), $t \sim 90 \mu\text{m}$, pour le côté forte absorption du gallium, on est, d'après (6.6) et (6.8a) sensible à des fluctuations $\Delta x \sim 0.036$. La distribution du gallium est donc homogène à 4 % près et (6.2) fournit alors $\Delta M_s/M_s < 12$ %. Dans le cas de l'échantillon (011) que nous n'avons étudié que du côté faible absorption du gallium, la résolution atteinte autour des bandes de dissolution, $t \sim 72 \mu\text{m}$, a été de $\Delta x = 0.09$. La variation de la teneur en gallium au fer est dans les bandes de dissolution inférieure à 9 %. La plus grande sensibilité serait en principe obtenue du côté forte absorption du fer, $\Delta x/x = 2$ % mais ceci en l'absence de λ^2 .

On pourrait envisager d'améliorer la résolution en termes de X en prenant des échantillons plus épais et faisant l'étude du côté forte absorption du fer ou $b_\lambda \sim (\mu_{\text{Ga}} - \mu_{\text{Fe}})$ est d'après nos calculs maximum. Mais on est alors rapidement limité par l'absorption qui déjà pour $t = 500 \mu\text{m}$ imposerait des temps de pose impensables car nous avons affaire à un matériau composé à 75 % en poids d'éléments lourds et absorbants. En outre, pour des échantillons épais, des faibles désorientations lors de la taille de la plaquette deviennent gênantes puisque le faisceau incident pourrait voir plus d'une bande de croissance à la traversée du cristal. Enfin, le temps de pose étant long, le bruit de fond dû à la diffusion dans la chambre de l'expérience acquiert de l'importance et peut voiler légèrement la plaque et en cacher les détails.

Nous avons tenté de détecter de façon quantitative par des densitométrages de nos clichés une variation graduelle de la teneur en gallium sur l'ensemble du cristal. Pour cela, nous avons étudié la réponse des plaques nucléaires d'un type équivalent aux longueurs d'onde correspondantes aux seuils d'absorption utilisés. L'étalonnage a été fait sur notre générateur Elliot GX-21 avec pour monochromateur un silicium d'orientation (111) en réflexion, les temps d'exposition allant de quelques minutes à une dizaine d'heures. Les clichés obtenus étaient ensuite développés dans des conditions similaires à celles de LURE. Nous avons vérifié que la gamme des densités présente sur nos clichés-LURE correspond bien au domaine linéaire. Mais nos mesures au microdensitomètre

ont montré que la reproductibilité de la densité optique pour un même point entre des plaques faites d'un même côté du seuil d'absorption n'est que très approximative car nous n'avons pas pris toutes les précautions nécessaires lors du développement.

On peut envisager le dépouillement de deux façons différentes. La première consiste à exploiter chaque cliché indépendamment des conditions dans lesquelles il a été fait. Mais il faut connaître un grand nombre de paramètres difficiles à mesurer. On peut aussi réduire le nombre de paramètres à connaître si l'on travaille sur une paire de clichés correspondants aux deux côtés de l'arête d'absorption, mais en contre-partie, il est difficile de faire des relevés exactement au même endroit pour chaque cliché.

Les difficultés posées par une analyse quantitative des plaques nucléaires peuvent être surmontées en partie par la méthode suggérée par Bonse (89) qui consiste à incorporer l'image d'un étalon d'absorption constitué d'une série de marches à chaque cliché pour avoir le produit $D_0 I_0$ à chaque fois et utiliser une procédure très soignée pour le développement. Mais, par ailleurs, il faudrait chercher à éliminer $\lambda/2$ en prenant des monochromateurs un peu plus sophistiqués.

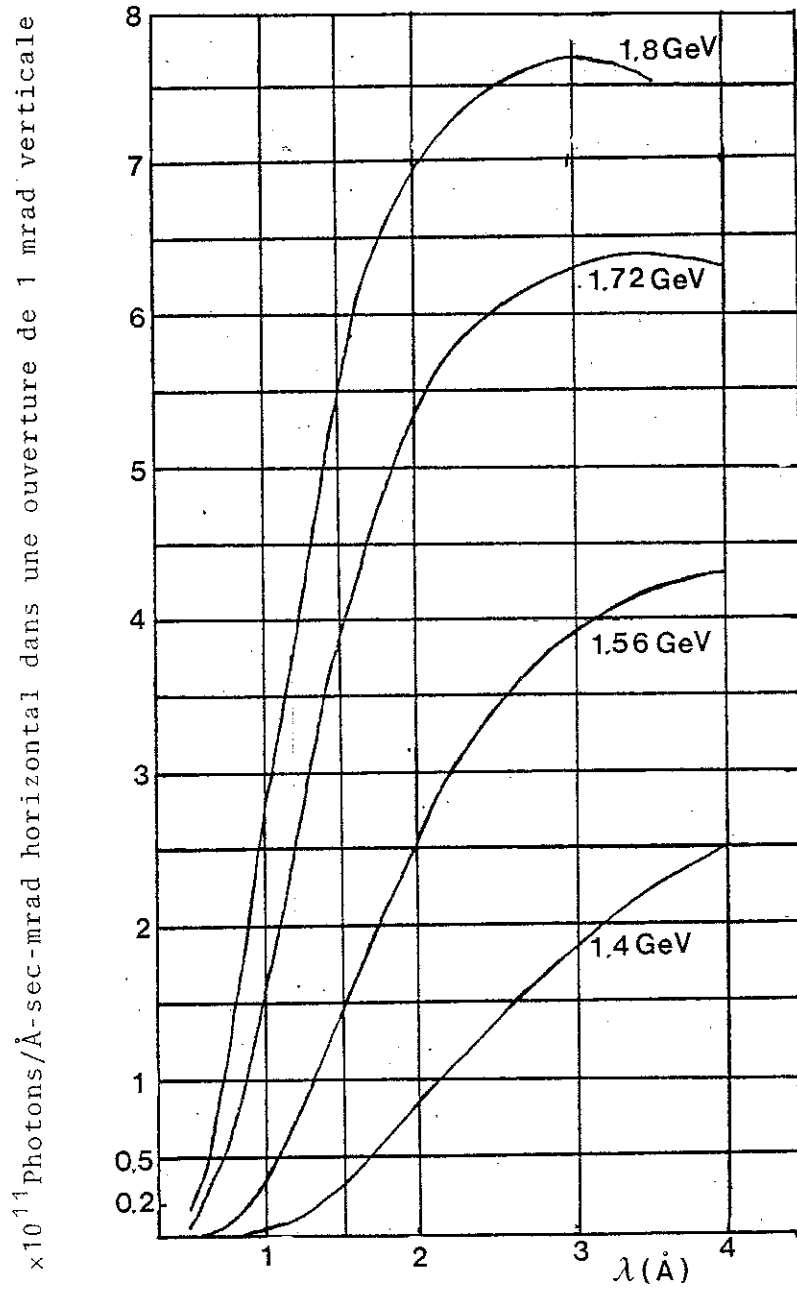


Fig. VI-5 - Spectre LURE (91).

CHAPITRE VII

SPIN ECHO AUX NEUTRONS : MESURE LOCALE DE L'AIMANTATION A SATURATION.

VII-1-INTRODUCTION

Les bandes de dissolution, observées dans le GaYIG (011), sont des sites favorables pour la nucléation des structures en domaines à contraintes comme nous l'avons vu au chapitre V.

La composition chimique de ces stries diffère certainement de celle de leur entourage (44). L'expérience de microradiographie nous a permis de déterminer une borne supérieure des fluctuations probables de la répartition de gallium (59 %). Puisque à de faibles fluctuations de x correspondent des variations de M_s plus importantes (d'un facteur 3 approximativement), il est intéressant de tenter de mesurer directement et localement M_s , d'essayer de déceler l'effet des défauts cristallins sur l'aimantation et, par des mesures suivant la direction de croissance, de connaître la valeur de M_s correspondant à des moments différents de la croissance et par conséquent son évolution.

Les techniques habituelles de mesure de $4\pi M_s$, méthode d'extraction ou magnétomètre vibrant, ne nous renseignent que sur la valeur moyenne de l'aimantation de notre échantillon. D'autre part, la résolution spatiale que l'on peut atteindre sur des fragments isolés est limitée par la sensibilité des appareils de mesure. Pour le magnétomètre vibrant le plus sensible, il faudrait des morceaux de l'ordre de 10^{-1} mg pour avoir deux chiffres significatifs. On peut penser alors au SQUID qui donnerait 2 ou 3 chiffres significatifs pour des morceaux d'environ 10^{-2} mg mais le découpage correct des échantillons n'est pas techniquement très simple et il est singulièrement irréversible !

Une autre façon de faire, bien commode, celle-là, consiste à envoyer un pinceau de neutrons polarisés sur l'échantillon saturé. Le vecteur de polarisation étant perpendiculaire à l'aimantation, la traversée du cristal va faire précesser le spin du neutron incident. L'angle entre les positions avant et après l'échantillon de la polarisation, que nous appellerons déphasage $\Delta\Phi$, est directement proportionnel à la valeur de $4\pi Ms$. En faisant donc des mesures très localisées, on doit pouvoir détecter les inhomogénéités et la variation en module de $4\pi Ms$. De plus, cette méthode présente l'avantage considérable de ne pas être destructive.

Nos premiers essais ont été faits sur l'instrument S 20 à l'I.L.L. qui est conçu pour la topographie aux neutrons polarisés. Mais nous avons rencontré beaucoup de difficultés d'abord pour polariser les neutrons perpendiculairement au champ guide qui était en même temps le champ qui sature l'échantillon et puis pour obtenir une statistique convenable.

Nous avons alors déposé une proposition d'expérience à l'ILL sur l'instrument de spin-echo IN 11, instrument bien adapté pour réaliser des mesures localisées comme nous le verrons plus loin, bien qu'il soit conçu pour un tout autre usage.

VII-2 - SPIN-ECHO AUX NEUTRONS : PRINCIPE

Le montage communément utilisé pour la diffraction de neutrons polarisés consiste en un polariseur, une ou deux bobines pour changer la polarisation initiale et un champ-guide jusqu'à l'échantillon pour empêcher la dépolarisation des neutrons (Fig. VII-1a). Pour le spin-écho, technique récemment développée par Mezei (80), cet arrangement est modifié (Fig. VII-1b). Il est divisé en deux parties symétriques avec des champs guides égaux et de sens opposés avant et après l'échantillon. La bobine 1 sert à changer la direction de la polarisation issue du polariseur pour la placer dans notre cas, par exemple dans un plan perpendiculaire au champ guide. La bobine 2, symétrique par rapport à la bobine 1, rétablit la direction initiale.

En l'absence de perturbation (pas d'échantillon ou diffusion élastique), chaque neutron fera exactement le même nombre de précessions entre la bobine 1 et le renversement du champ-guide qu'entre celui-ci et la bobine 2. Chaque neutron va alors arriver à la bobine 2 avec le spin dans la même condition que quand il a quitté la bobine 1, indépendamment de la longueur d'onde. L'efficacité de cette technique est donc pratiquement indépendante du degré de monochromatisation du faisceau incident, ce qui permet un gain d'intensité remarquable.

Le spin-écho, réalisé expérimentalement selon le schéma ci-dessous par Schärpf et Warnecke (90), peut être conçu autrement : au lieu de renverser le champ guide on peut, avec un troisième flipper, changer de π les composantes x et z de la polarisation et laisser la composante y inchangée. Ceci est équivalent à renverser le champ guide et laisser inchangé le spin des électrons.

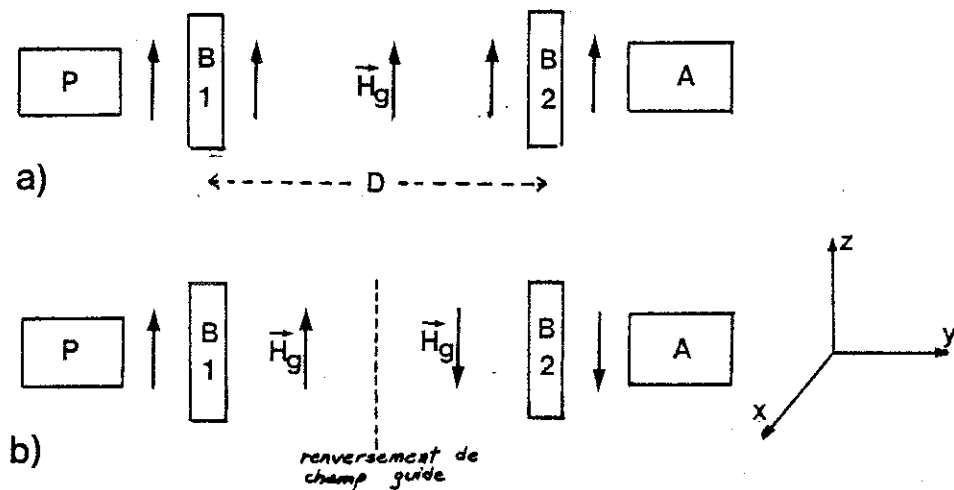


Fig. VII-1 - (a) Montage expérimental à neutrons polarisés
(b) Arrangement pour le spin-écho.

L'instrument de spin-écho IN 11 de l'ILL introduit une autre innovation : un champ-guide variable et horizontal, la précession du spin se faisant dans un plan vertical. Ce montage permet un contrôle direct et simple sur $\vec{H}_g$ de même que sur les $\Delta\vec{H}_g$ qui servent à compenser les défauts de symétrie.

IN 11 est un spectromètre pour diffusion inélastique à haute résolution. Le principe des mesures habituelles y consiste à enregistrer la variation de vitesse des neutrons diffusés par l'échantillon étudié qui se trouve en s (Fig. VII-2a) par la mesure de décalage $\Delta\phi$ introduit dans la précession de la polarisation. Dans notre cas par contre, il

s'agit de simple transmission et le déphasage $\Delta\phi$ est produit par la variation de champ, associée à l'aimantation de la plaquette, que voit le neutron. La composante x à l'entrée de la deuxième bobine sera donc proportionnelle à $\cos(\Delta\phi)$. L'intensité, intégrée en λ , par l'analyseur en fonction du déphasage est proportionnelle à la transformée de Fourier de la distribution de longueurs d'ondes (Fig. VII-3a).

Le grand avantage de cette méthode est de comparer la phase de chaque neutron avant et après perturbation. Cette comparaison originale permet d'atteindre une très bonne résolution en énergie ($\sim 10^{-8}$ eV), même avec un faisceau dont la largeur spectrale est beaucoup plus grande, donc avec beaucoup d'intensité. C'est par conséquent une technique bien adaptée à l'étude de faibles transferts d'énergie ou, comme dans notre cas, de variations de $4\pi Ms$ sur des très petites surfaces ($\sim 10^3 \mu m^2$).

Le schéma de l'instrument (92) et la gamme de longueurs d'onde utilisables sont montrés sur la figure VII-2.

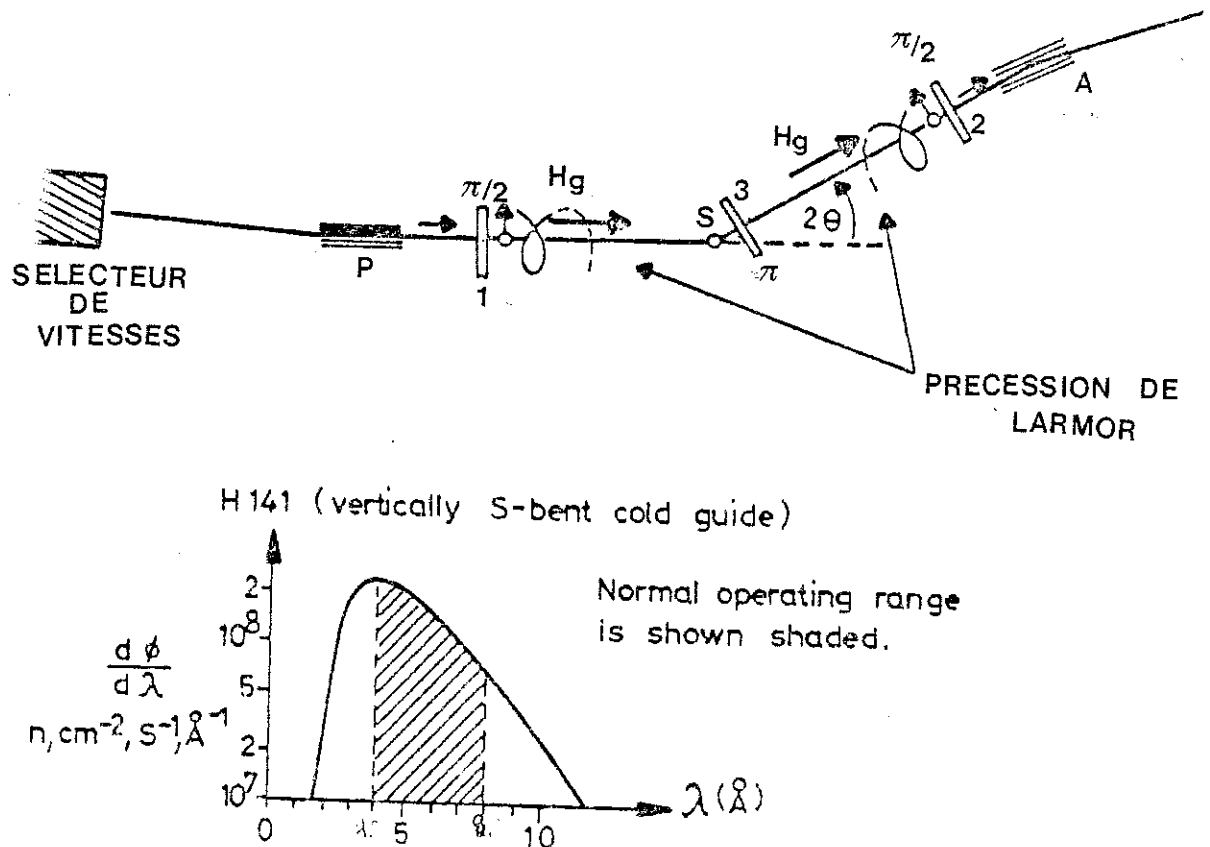


Fig. VII-2

VII - 3 - MONTAGE EXPERIMENTAL

Le secteur de croissance que nous avons étudié correspond à la direction de croissance $[\bar{2}1\bar{1}]$, contenue dans le plan de surface. Puisqu'on peut considérer que les propriétés du cristal sont dans une bande de croissance bien homogènes, les mesures ont été faites parallèlement à la direction de croissance $[\bar{2}1\bar{1}]$, coordonnée Y par la suite. Le point de fonctionnement, la phase Φ_0 initiale, a été choisie à environ $\pi/2$ de l'intensité maximum de manière que de faibles fluctuations impliquent de forts déplacements sur la courbe (fig. VII-3b) pour avoir ainsi une bonne résolution en Φ .

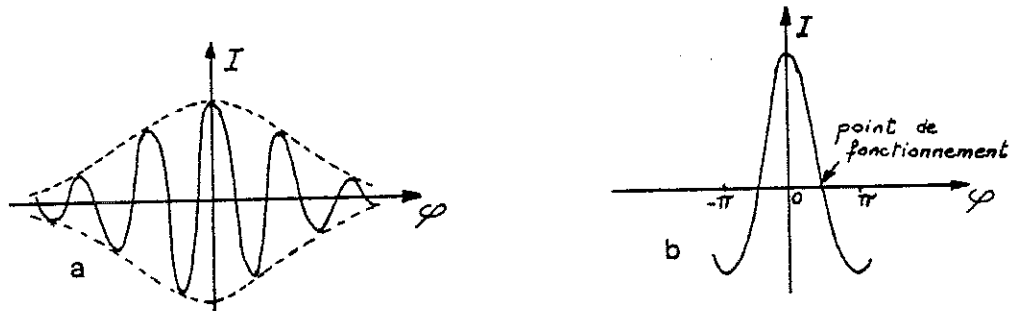


Fig. VII-3 - a) Courbe du spin-écho
b) Point de fonctionnement

Le cristal de surface (011) est saturé suivant la direction facile $[11\bar{1}]$ parallèle aux bandes de croissance du secteur $[\bar{2}1\bar{1}]$ par le champ guide H_{g1} vertical de ~ 100 gauss au centre du montage (fig. VII-4). Les neutrons incidents sortent du système de solénoïdes I polarisés dans un plan perpendiculaire au champ guide horizontal $\vec{H}_g$. Puis la polarisation est ramenée adiabatiquement à précesser dans un plan horizontal, perpendiculairement à $\vec{H}_{g1}$ et donc à $\vec{M}_s$, par le passage lent du champ $\vec{H}_g$ à $\vec{H}_{g1}$ résultant des champs de fuite des solénoïdes et de notre montage. Ensuite le passage de $\vec{H}_{g1}$ à $\vec{H}_g$ dans la partie II remet la polarisation dans un plan vertical pour que le déphasage causé par l'échantillon soit mesuré (fig. VII-6). La région étudiée du cristal

était sélectionnée par une fente parallèle à la direction de saturation $[11\bar{1}]$. Un dispositif microcontrôle Y-Z sur lequel le cristal était monté nous permettait des balayages en largeur à des hauteurs différentes.

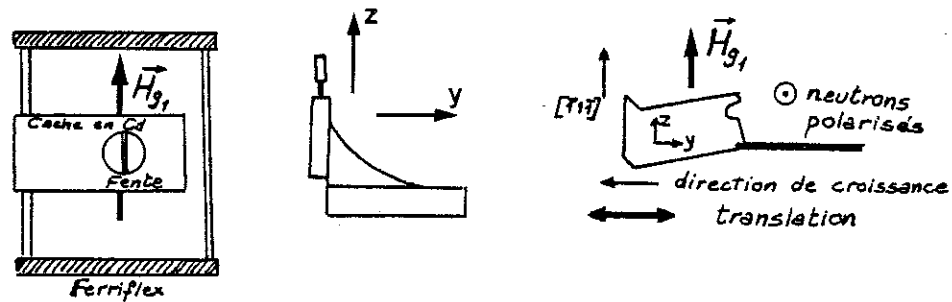


Fig. VII-4 - Montage de l'échantillon

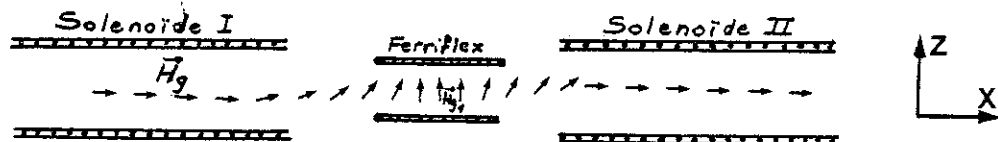


Fig. VII-5 - Evolution du champ guide entre les solénoïdes I et II.

La gamme de longueur d'onde utilisée était centrée sur $8,22 \text{ \AA}$. Le choix de λ n'est dans notre cas pas très important. La seule contrainte est que la polarisation ne doit pas faire plus d'un tour lors de la traversée du cristal car on ne pourrait pas le détecter. On suppose ici que le déphasage dû au champ de fuite créé par l'échantillon est petit devant l'effet de l'aimantation.

VII-4 - EXPERIENCE ET RESULTATS.

Dans une première étape, nous avons fait des balayages rapides ($\sim 2,5$ h) sur toute la longueur de l'échantillon, les dimensions de la fente étant $1,0 \times 0,18 \text{ mm}^2$, ce qui permettait une bonne statistique ($I \sim 3.10^4$ neutrons/mm²). En entrant et en sortant du faisceau incident, le cristal induit par des effets de bords, deux discontinuités sur la courbe de déplacement (fig. VII-6). Le changement de signe du déphasage au niveau des bords est principalement un effet de la discontinuité de l'aimantation. En dehors du cristal la remontée vers zéro est un effet du champ de fuite engendré par le cristal. (La relation entre ces discontinuités, $4\pi M_s$ et le champ de fuite est montrée dans l'appendice).

Dès les premières mesures, nous avons observé que l'évolution de la température à l'intérieur du hall des guides de neutrons affectait critiqueusement nos expériences. Le champ guide H_g , produit par les plaques de ferriflex change de valeur en fonction de la température ce qui fait glisser la phase initiale sur la courbe de spin-écho. On a donc été obligé de réduire les temps de comptages sur chaque point en même temps que l'amplitude du balayage, nous bornant seulement à la région contenant les bandes de dissolution. Cette dérive a compliqué davantage l'interprétation de nos courbes.

Le déphasage que l'on observe est le résultat de la somme de deux termes :

- du produit $4\pi M_s \cdot t$, t étant l'épaisseur locale,
- de l'intégrale de la composante verticale du champ de fuite du cristal dans la direction d'incidence des neutrons.

La donnée expérimentale associée à chaque point est une intensité I_n qui peut se traduire en une phase Φ_n par la relation :

$$I_n = a - d \sin \Phi_n \quad (7.1)$$

où a et d sont des coefficients déterminés expérimentalement et la phase Φ_n est égale à Φ_0 la phase initiale plus $\Delta\Phi$, le déphasage introduit par le cristal. C'est ce $\Delta\Phi$ qu'on cherche à tirer des courbes expérimentales car il est fonction de l'aimantation à saturation.

Le programme utilisé à chaque balayage comportait trois parties (3 "jobs") : la première permettait de déterminer le point de fonctionnement Φ_0 et les coefficients a et d ; la deuxième correspondait aux mesures avec balayage du cristal et la troisième servait à déterminer la phase de "fond" loin du cristal (~ 1 cm).

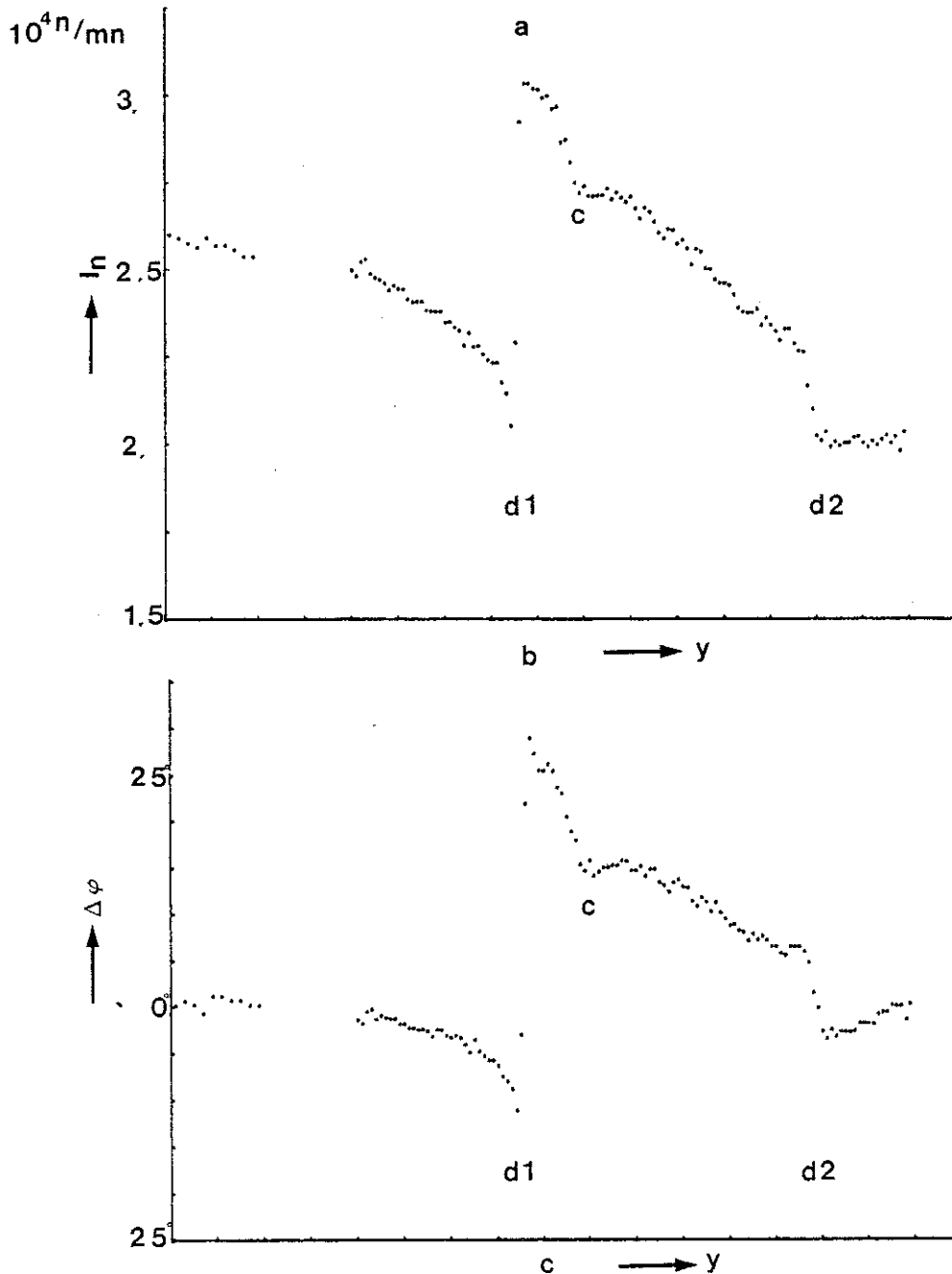
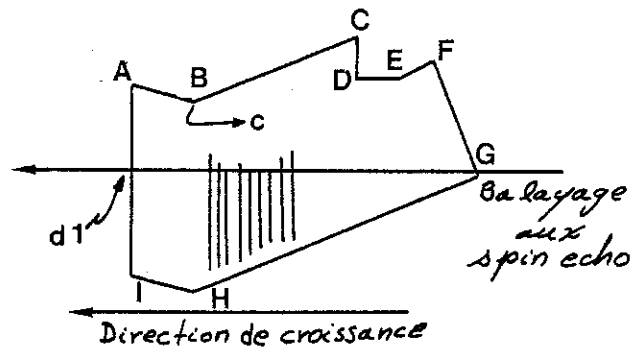


Fig. VII-6 - Décalage $\Delta\phi$ de la courbe de spin-écho par le GaYIG (011).

- a) Schéma du cristal indiquant le sens et la hauteur du balayage ;
- b) La courbe "brute" ;
- c) La courbe traduite en $\Delta\phi$ et corrigée en supposant un glissement thermique linéaire de la phase initiale ϕ_0 .

En modifiant légèrement le courant de l'une des bobines de compensation, sorte de réglage fin du spin-écho, on introduit un déphasage supplémentaire proportionnel au changement d'intensité qui s'ajoute à la phase initiale Φ_0 . La fonction du job 1 était donc de varier le courant de compensation d'une valeur correspondant à $n\pi/2$, $n = 1, 2$ et 3 . On avait ainsi au début de chaque balayage le relevé d'intensité de quatre points écartés de $\pi/2$.

A partir de ces quatre points (fig. VII-7), on peut déterminer tant la valeur moyenne a que la modulation d . A partir de (7.1) on a très facilement :

$$a = \frac{1}{4} (I_{\Phi_0} + I_{\Phi_0 + \pi/2} + I_{\Phi_0 + \pi} + I_{\Phi_0 + 3\pi/2}) \quad (7.2a)$$

$$d = \frac{1}{2} \sqrt{(I_{\Phi_0} - I_{\Phi_0/\pi})^2 + (I_{\Phi_0 + \pi/2} - I_{\Phi_0 + 3\pi/2})^2} \quad (7.2b)$$

Ces valeurs sont connues avec une bonne précision puisque ces mesures ont été faites un grand nombre de fois. La phase initiale est tirée de la relation très simple :

$$\Phi_0 = \arctg \left[\frac{I_{\Phi_0} - I_{\Phi_0 + \pi}}{I_{\Phi_0 + \pi/2} - I_{\Phi_0 + 3\pi/2}} \right] \quad (7.3)$$

qui correspond à un ajustement de (7.1) avec 4 mesures par la méthode des moindres carrés. On doit ajouter à Φ_0 une correction de dérive à cause de l'instabilité du champ guide H_{g1} . La durée totale de chaque balayage est comprise entre 2 et 4 heures et le $\Delta\Phi$ est d'environ 20°. Les écarts de température dans le hall sont au maximum de $\sim 10^\circ\text{C}$, on peut donc supposer que le champ guide H_{g1} évolue linéairement et par conséquent considérer le glissement de Φ_0 sur la pente du spin-écho comme une fonction linéaire qui est déterminée par l'écart entre les Φ_0 avant et après chaque balayage. Nous n'avons pas exploité celles des courbes mesurées pour lesquelles Φ_0 se trouvait près du maximum ou du minimum car la sensibilité y était excessivement mauvaise. D'autre part, nous remettons systématiquement Φ_0 à la valeur optimale tous les 2 ou 3 balayages selon la durée totale. Sur la fig. VII-6, on peut comparer l'allure (les ordonnées ne sont pas directement comparables) de la courbe de déphasage avant et après correction. Le déphasage associé à chaque point est :

$$\Delta\Phi_n = \arcsin \frac{I_n - a}{d} + \Phi_0 + \alpha n \quad (7.4)$$

α est le taux de glissement en degrés par mesure et n le numéro de la mesure. Cette formulation équivaut à considérer un glissement en fonction du temps car n tient compte de la durée du comptage et du temps écoulé.

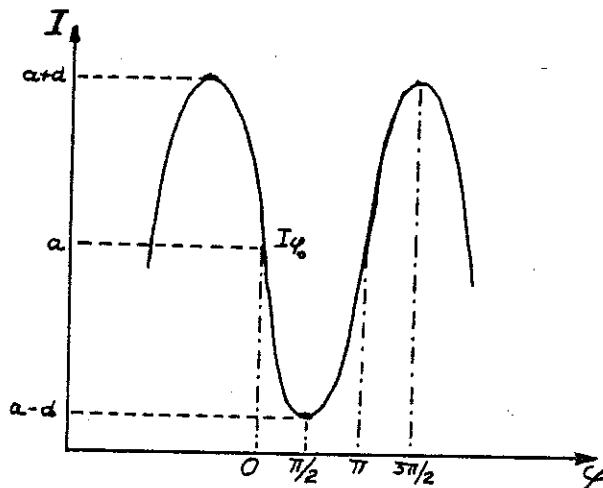


Fig. VII-7- Voisinage du point de fonctionnement décrit par la fonction :

$$I = a - d \sin \phi$$

Pour améliorer la résolution spatiale, nous avons ensuite réduit les dimensions de la fente à $400 \times 65 \mu\text{m}^2$; bien entendu l'intensité devient alors plus faible. Pour avoir une statistique raisonnable, vu que l'on ne pouvait pas augmenter le temps de comptage à cause du glissement du point de fonctionnement, nous avons opté pour l'exécution répétée de balayages plus courts. Ensuite l'addition sélective, en fonction de leur sensibilité et après correction pour la dérive de la phase initiale de ces balayages, nous donne la courbe de phases moyennes que l'on peut associer à une tranche horizontale de l'échantillon (fig. VII-8). Cette courbe montre moins d'accidents que celle de la figure VII-6 bien que la statistique de cette dernière soit la meilleure. Ceci est dû à ce que la hauteur de la fente utilisée pour le balayage fin est environ 2 fois plus petite ; on est donc beaucoup moins sensible aux variations en hauteur du champ créé par le cristal.

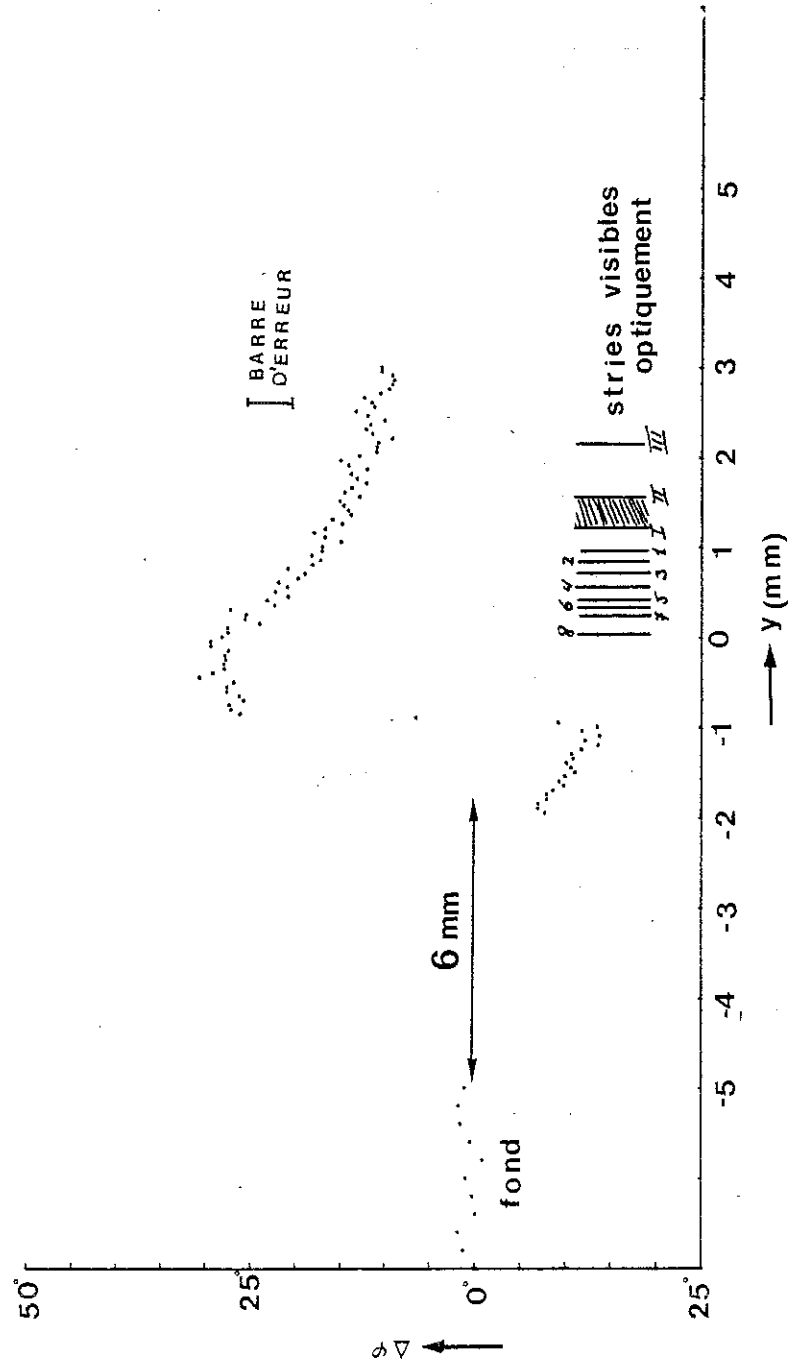


Fig. VII-8 - Courbes des $\Delta\phi$. Sur l'abscisse la position des stries 1-10 et I-III est indiquée (voir Chap. V).

VII-5 - INTERPRETATION DES COURBES EXPERIMENTALES.

Bien que cette technique permette en principe de mesurer l'aimantation locale du cristal, l'interprétation des données n'est pas immédiate. Il faut tout d'abord soustraire la contribution du champ de fuite du cristal. La différence, proportionnelle à $4\pi Ms.t$, nous donne la valeur de $4\pi Ms$ locale si on connaît l'épaisseur t .

Le cas que nous sommes en train de présenter fait intervenir beaucoup de paramètres qui sont soit difficiles à mesurer comme l'épaisseur, soit incertaines comme le champ de fuite qui dépend de l'épaisseur, de $2\pi Ms$ et de la géométrie de la plaque.

Nous avons donc pris le problème à l'envers, en supposant a priori, parce qu'il nous paraissait déraisonnable de tenter de déterminer plus de deux paramètres, que l'aimantation spontanée est une fonction linéaire de y et en faisant une simulation numérique, que nous comparons aux courbes expérimentales. La plaquette est traitée pour calculer le champ démagnétisant comme une spire ayant une forme similaire (comparer VII-9 au schéma du cristal VII-8a) portant une densité linéique de charge pondérée par l'épaisseur moyenne de la tranche verticale correspondante. L'épaisseur est traitée pour le calcul comme une fonction de y indépendante de z . Les courbes expérimentales nous fournissent quatre renseignements : les deux discontinuités, la pente de la partie de la courbe correspondante à une région du cristal où l'épaisseur est presque constante, ainsi que la largeur de la courbe, qui localise le balayage en hauteur. Tenant compte de ces quatre éléments, nous avons tenté d'interpréter les résultats obtenus. D'après l'allure des courbes expérimentales et en faisant varier un paramètre à la fois dans les simulations numériques, on arrive à déterminer, quoique très qualitativement, la signification de nos observations. Les détails du calcul sont exposés dans l'appendice.

Notre attention a porté principalement sur deux balayages, ceux des figures VII-6c et VII-9a, appelés par la suite A et B respectivement. L'écart en hauteur entre-elles est de 1 mm. On remarque déjà que le déphasage est plus important vers la discontinuité d1 qui correspond à la dernière étape de la croissance du cristal. Les "accidents" tels que le creux c très prononcé de A et B ou la discontinuité d3 de B coïncident avec les particularités géométriques de notre plaquette. A priori, il nous est impossible de dire s'il s'agit d'un effet de champ de fuite ou d'une fluctuation de $4\pi Ms$. Etant donné que la précession de Larmor est proportionnelle à la somme de l'aimantation et du champ

de fuite intégré le long du parcours, le but de notre calcul est donc d'estimer la contribution du champ de fuite plutôt que de reproduire les courbes expérimentales. Les simulations que l'on montrera dans cette section correspondent à une première approche. Elles nous ont tout de même permis de déceler les effets géométriques (épaisseur variable, forme irrégulière avec beaucoup de points anguleux) et de nous renseigner sur l'évolution de l'aimantation en fonction de y .

Pour le calcul de la contribution du champ de fuite, nous avons fait deux approximations importantes :

- . l'épaisseur n'est fonction que de y , c'est-à-dire qu'il n'y a pas de charges magnétiques en surface ;

- . la pente de A entre $y = 0$ et $y = 3$, région d'épaisseur à peu près constante, est seulement un effet de l'aimantation, ce qui nous permet de tirer une deuxième donnée pour spécifier la variation de M_s en fonction de y .

La discontinuité d_1 de A nous donne directement la valeur de $4\pi M_s$ près de l'arête verticale du cristal, arête qui correspond à une face naturelle. C'est une conséquence du fait que cette arête est parallèle à la direction de saturation du cristal, comme nous le faisons remarquer dans l'appendice.

Avec ces suppositions, nous avons donc une variation de $4\pi M_s$ de 20 gauss/mm, la pente du déphasage étant de $5^\circ/\text{mm}$ et $4\pi M_s$ vaut 322 gauss ($\Delta\phi \sim 40^\circ$) pour la discontinuité d_1 . Partant de là, nous avons pu mettre en évidence la nature des "accidents" observés sur les courbes A et B. Sur la figure VII-9 nous avons la courbe B et la simulation correspondante. Bien que l'allure générale de la simulation soit assez différente, on y retrouve néanmoins les mêmes "accidents". On sait que lors de l'expérience le balayage B a été fait près du bord supérieur. Or, la hauteur de la fente est importante devant les dimensions du cristal. Ce qui a dû se passer est qu'une partie de la fente ne voit plus de cristal pendant certains moments du balayage mais voit par contre la composante H_z du champ de fuite qui est alors dans le même sens que $4\pi M_s$. L'effet de H_z est d'accroître la valeur de l'aimantation apparente.

Pour la courbe A, nous avons fait plusieurs simulations en changeant à chaque fois un paramètre. La figure VII-10 nous montre quatre balayages faits à des hauteurs différentes. D'après l'allure des simulations, la courbe A paraît correspondre à la moitié supérieure du cristal. Sur fig. VII-10c on retrouve la pente qu'on a introduite, mais à la place du creux c on n'a qu'une faible inflexion. Sur la fig. VII-11 nous avons fait la comparaison entre le cas où l'aimantation serait constante et celui où il existe une variation linéaire en y ; sur la fig. VII-12

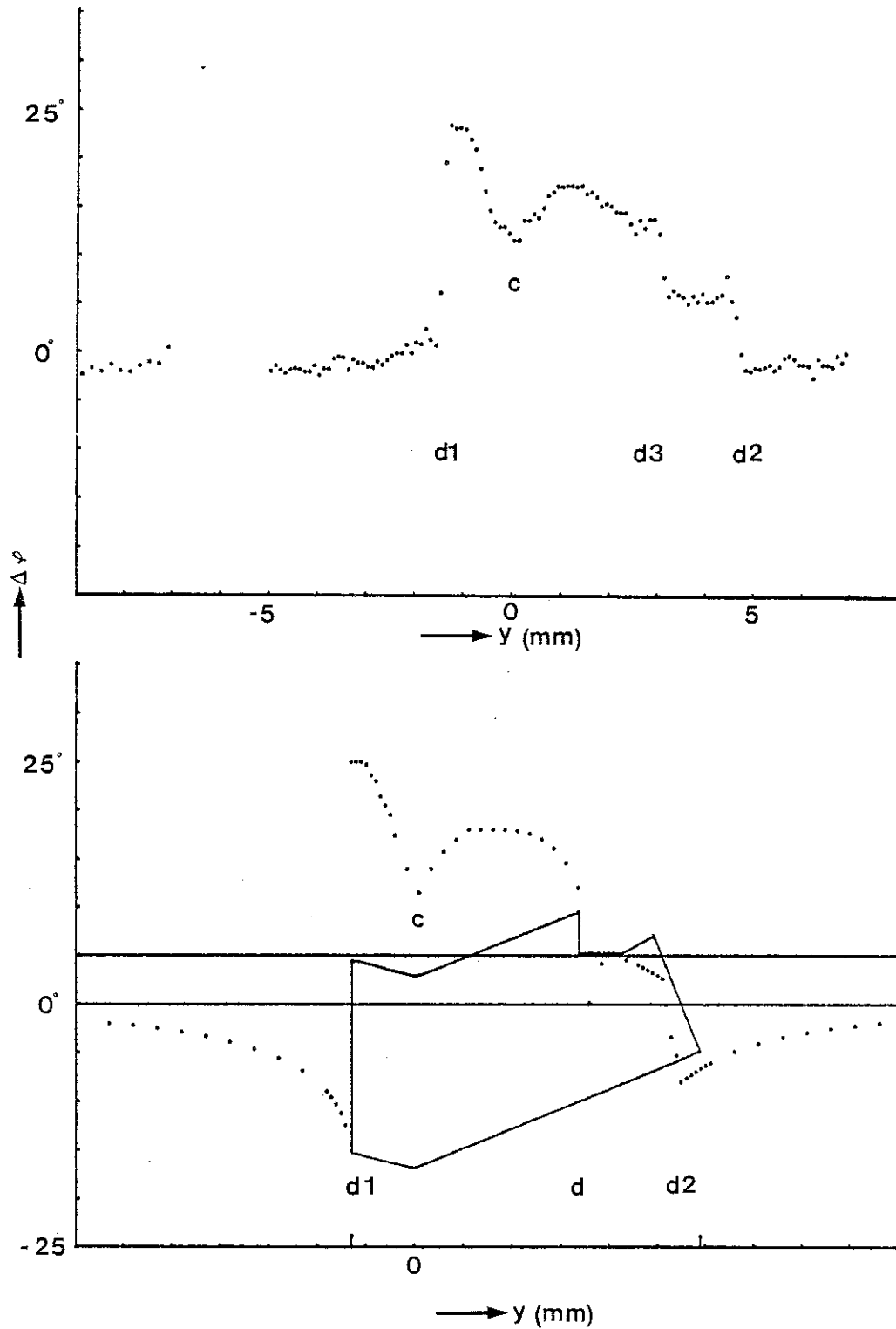


Fig. VII-9 - a) Courbe expérimentale

b) Simulation dans l'hypothèse d'une variation linéaire de $4\pi Ms$ ($b=0,55$)
 Le paramètre B indique la position de la spire par rapport à la zone balayée (largeur de la fente: 1 mm).

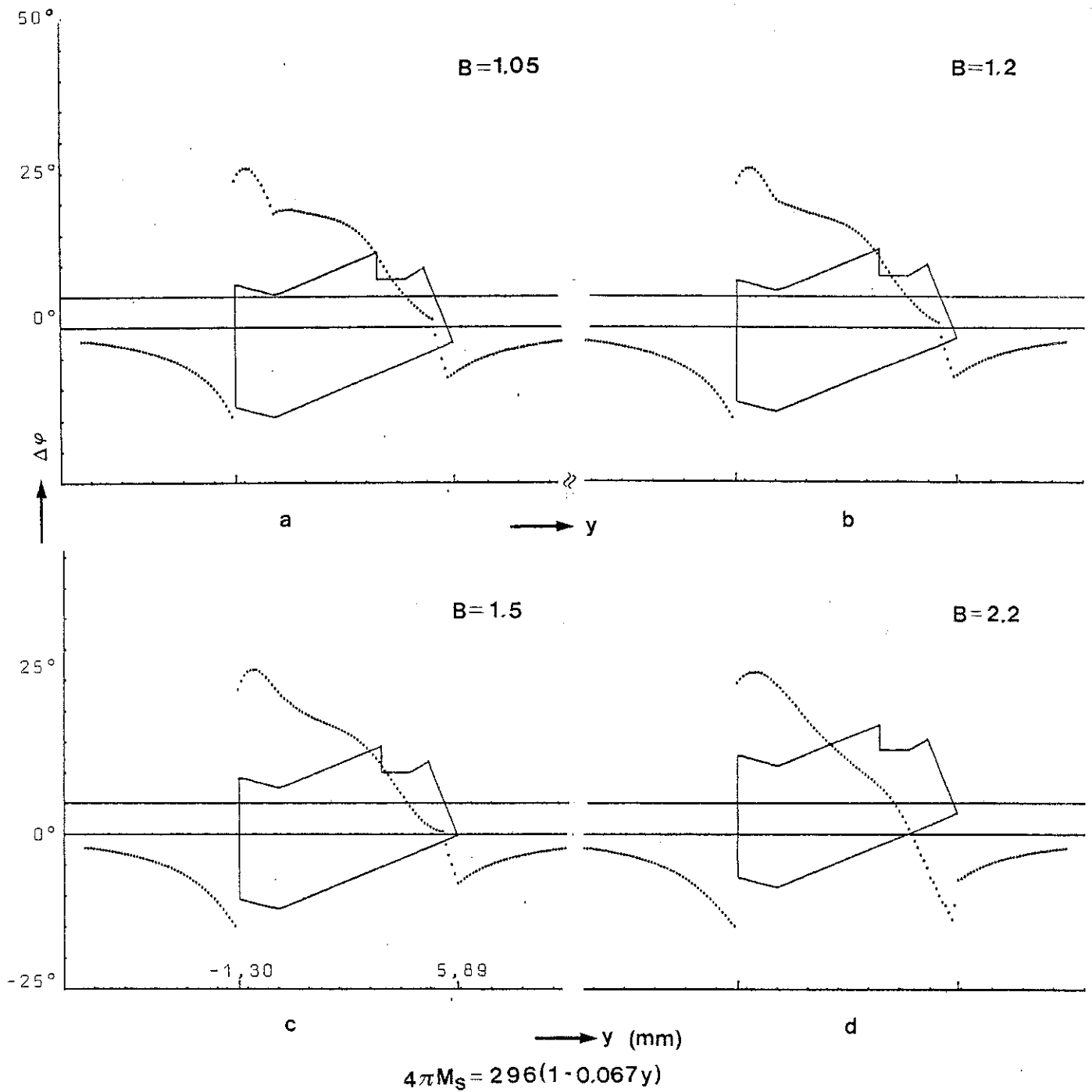


Fig. VII-10 - Simulation de la courbe A pour a) $b = 1,05$; b) $= 1,20$
 c) $= 1,50$ et d) $= 2,20$. Fente=1mm. Il est à remarquer la
 position de la spire par rapport à la fente pour chaque B.

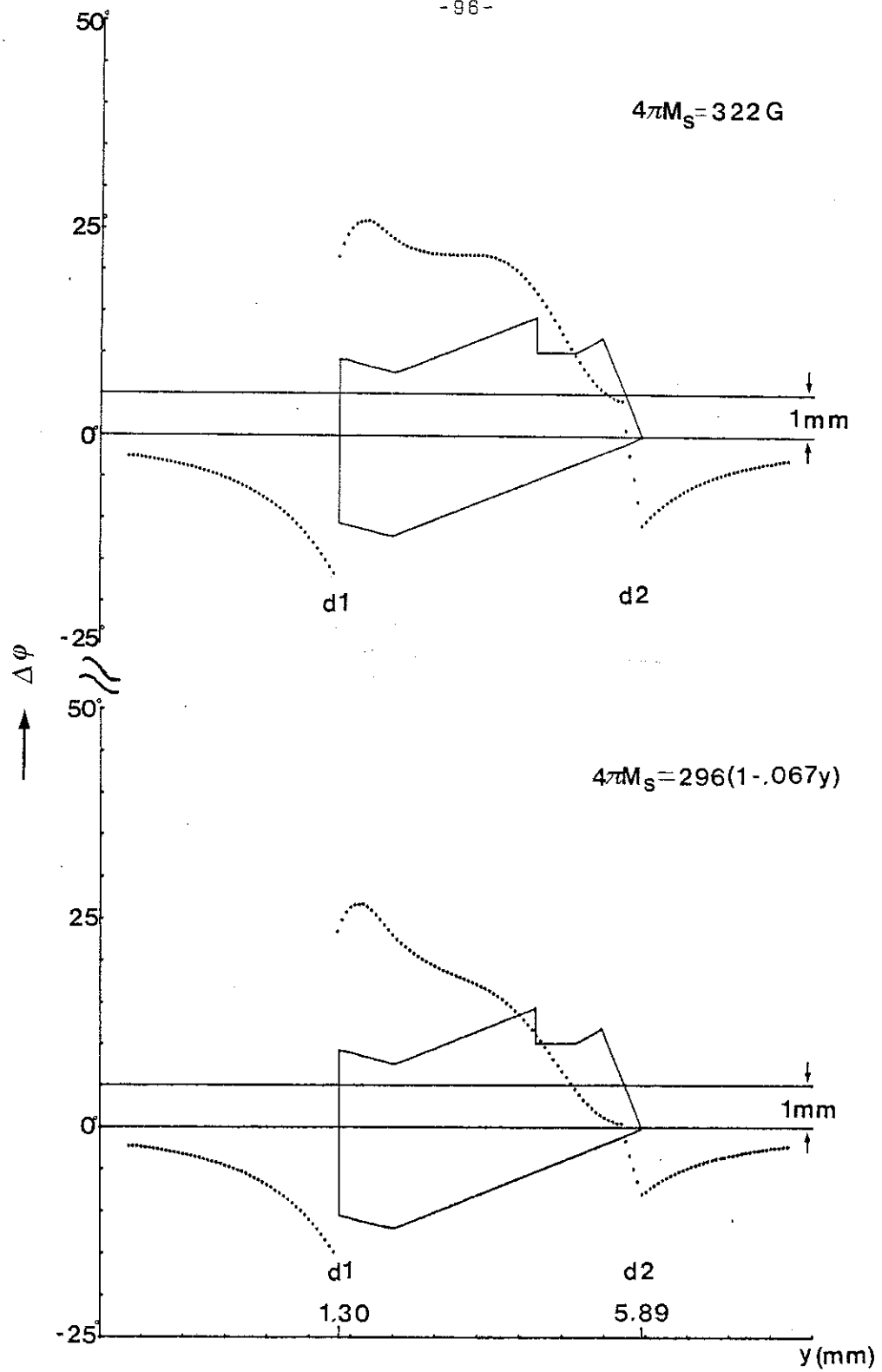


Fig. VII-11 : Simulation de la courbe A pour $b = 1,50$.

a) Pour une aimantation constante

b) Pour une variation linéaire d'après les valeurs relevées de A.

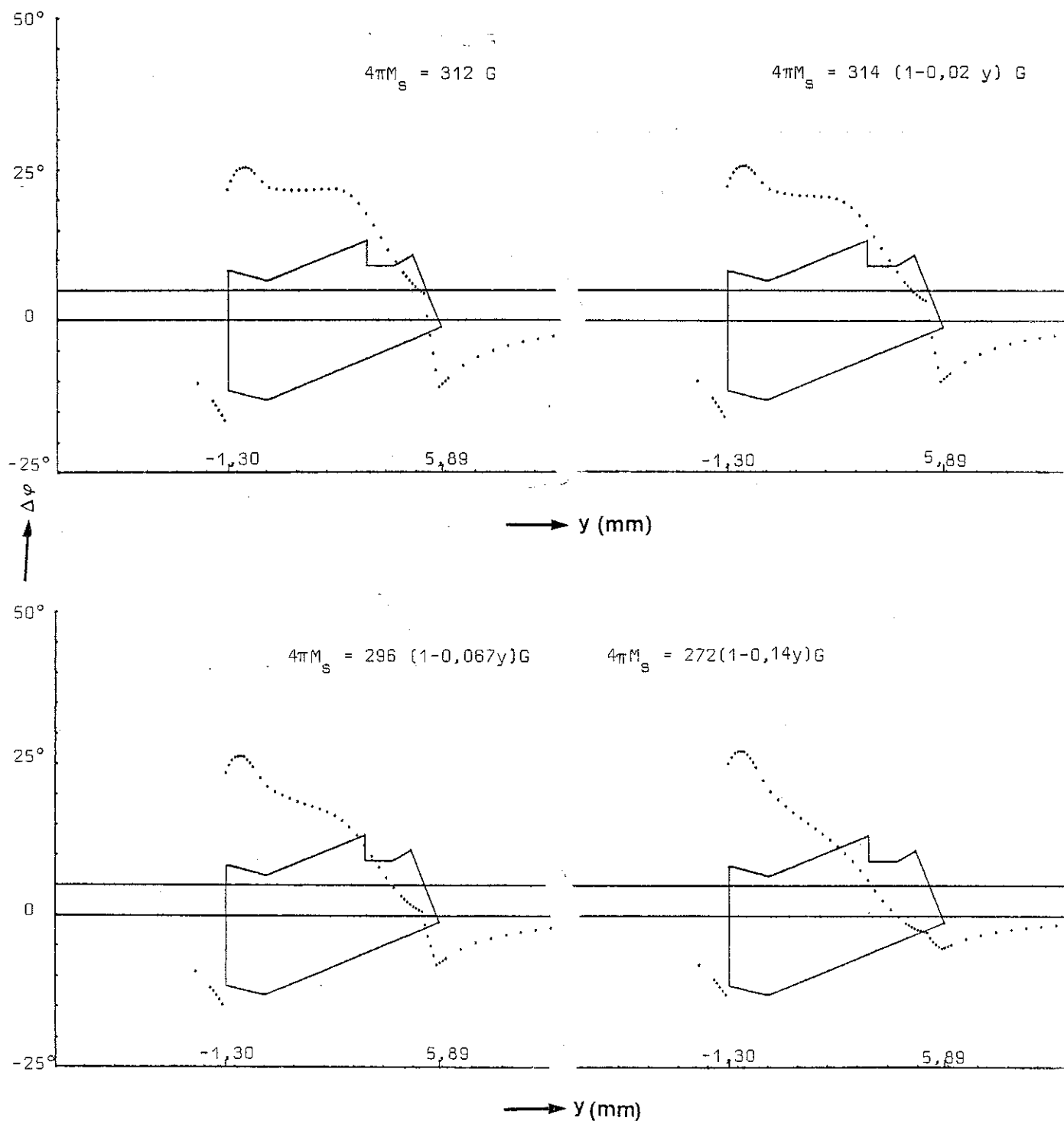


Fig. VII-12 - Simulation de la courbe A pour des variations différentes de l'aimantation ($b = 1,30$).

nous avons les courbes pour différentes variations de l'aimantation. D'après ces simulations, on peut voir que le cas où M_s est constante (fig.VII-11a) correspond mal à la courbe A tandis que la variation linéaire de M_s (figure VII-12) reproduit "bien" les discontinuités à l'entrée et sortie du cristal : d_1 et d_2 . Les valeurs prises initialement pour estimer la fonction $4\pi M_s = f(y)$ semblent décrire de façon acceptable les courbes expérimentales.

Nous avons, dans notre calcul, négligé l'effet sur le champ de fuite des fluctuations locales de l'aimantation. On montre en effet facilement dans le cas idéal d'une lame rectangulaire à faces parallèles, que les fluctuations n'interviennent que dans le deuxième terme, $4\pi M_s \cdot t$, du déphasage (voir formule A-9). Considérons une lame de dimensions $2a \times 2b$ ($b/a = 2$), et d'épaisseur $t \ll a$ et b .

Le champ H_z dû à un dipôle situé sur l'axe Oz est, dans le plan XOY auquel nous nous bornerons pour simplifier:

$$H_z(x, y_0) = \frac{2 q a}{(x^2 + y_0^2 + a^2)^{3/2}} \quad (7.5)$$

Or nous nous intéressons, non à H_z lui-même, mais à son intégrale le long de l'axe Ox, direction d'incidence des neutrons. A partir de (7.5), on a:

$$\int_{-\infty}^{+\infty} H_z(x) dx = \frac{4 q a}{4 \pi (a^2 + y_0^2)} \quad (7.6)$$

La plaquette rectangulaire peut être considérée comme une suite de dipôles de charge $4\pi M_s t$.

La somme des contributions de tous les dipôles, de $-b$ à b , nous donne le déphasage dû au champ de fuite à une constante près; nous appelons R cette fonction:

$$R(y_0) = \frac{1}{4\pi} \int_{-b}^b \frac{4 a (4\pi M_s t)}{a^2 + (y_0 - y)^2} dy = 4\pi M_s t \left[\arctg \frac{y_0 - y}{a} \right]_{-b}^b \quad (7.7)$$

Si on suppose maintenant l'existence d'un ΔM_s entre $+c$ et $-c$, (7.7) prend pour y_0 la forme très simple :

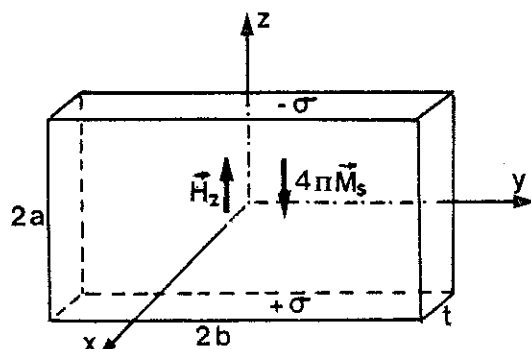


Fig. VII-13. Cas idéal: lame rectangulaire à faces parallèles

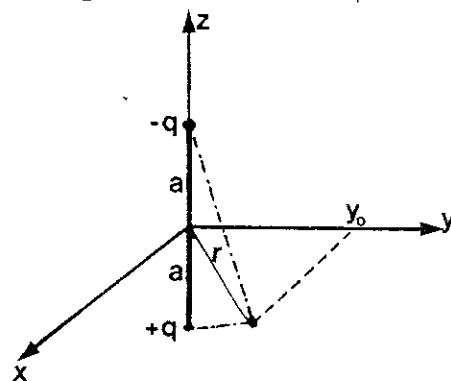


Fig. VII-14. Dipôle magnétique.

$$R(y_0) = 4 M_s t \left[2 \operatorname{arctg} (b/a) + 2 \frac{\Delta M}{M} \operatorname{arctg} (c/a) \right] \quad (7.8)$$

Si $\frac{\Delta M}{M} \sim 10^{-1}$, $c/a \sim 10^{-2}$, valeurs qui semblent raisonnables puisque les dimensions de la plaquette sont de l'ordre du millimètre tandis que $2c$ doit être comparable à la largeur des bandes de dissolution, la correction à faire est d'environ 1% du terme principal. Un calcul analogue montre que la contribution au champ de fuite total des fluctuations d'épaisseur de l'ordre de 10% sont également négligeables.

Il est intéressant de voir ce que devient (7.7) lorsque l'une des dimensions devient très grande.

Pour $a \rightarrow \infty$, $R(y_0) = 0$, ce qui est bien normal puisque c'est l'équivalent d'une plaque infinie saturée dans son plan, cas où il n'y a pas de champ de fuite du tout.

Par contre, pour $b \rightarrow \infty$, $R(y_0) \rightarrow 4\pi M_s t$. Le déphasage introduit par l'aimantation spontanée étant $-4\pi M_s t$, la somme des effets serait nulle, le champ de fuite compensant exactement l'aimantation. C'est ce qu'on obtient directement en appliquant le théorème de Gauss.

VII-6. DISCUSSION

Nous pouvons résumer les résultats sur la variation de l'aimantation de la section précédente en écrivant que :

$$4\pi M_s \sim 296,1 (1 - 0,067 y) \quad (7.9)$$

y variant entre - 1,30 et 5,89, points limites définissant la position du cristal dans notre calcul. La formule (7.9) moyennée sur le volume du cristal simplifié que nous avons considéré (voir tableau A-2) nous fournit un $4\pi M_s$ moyen de ~ 238 gauss. Or, la mesure faite au magnétomètre vibrant sur notre plaque He indique une aimantation de ~ 256 gauss. Entre la moyenne expérimentale et celle déduite de (7.9), l'écart n'est que de 10 %. Ceci ne veut pas dire que l'approche linéaire de l'évolution de $4\pi M_s$ (7.9) que nous avons adopté correspond à la réalité mais indique néanmoins qu'elle est loisible

Dans cette approximation, la teneur en gallium varie entre les deux extrémités du cristal, c'est-à-dire entre des régions formées au début et à la fin de la croissance, d'environ 11% d'après (6.1). Mais le contenu en gallium diminue-t-il au fur et à mesure que le cristal se développe? Est-ce la répartition entre les sites

tétraédriques et octaédriques qui varie? Ou les deux? Ce sont des questions auxquelles cette expérience ne nous permet pas de répondre.

Cette technique peut cependant se révéler très puissante pour l'étude de composés magnétiques substitués si l'on prend les précautions nécessaires (champ guide H_{g1} stable, balayage bien repéré sur l'échantillon,...), et surtout si l'échantillon a une forme simple et symétrique par rapport aux plans médians vertical et horizontal. L'absence de toute symétrie géométrique dans notre échantillon a en effet rendu les calculs laborieux et incertains. Il faut voir d'autre part qu'il n'est pas réaliste de penser avoir une plaquette à faces rigoureusement parallèles comme celle de la

Fig. VII-13. Les études préliminaires, comme la caractérisation par topographie aux rayons x, impliquent la nécessité de surfaces sans contraintes, donc ayant subi une attaque chimique; c'est ce processus, plus rapide près des bords qu'au centre de la plaquette, qui détériore le parallélisme du polissage au Syton.

En considérant que les fluctuations locales de $4\pi M_s$ n'interviennent pas dans le calcul de la fonction $R(y,z)$ déterminée en (A-8), nous pouvons facilement estimer notre résolution en $4\pi M_s$. L'effet de la fente est de moyenner les contributions des différents éléments de la surface illuminée. D'après (A-9), la phase moyenne détectée est

$$\Phi(y,z) = -21,8 \frac{\sum_{i=1}^7 \iint R_i(y) dy dz + \iint 4\pi M_s \cdot t dy dz}{\Delta y \Delta z}$$

la surface de la fente étant $\Delta y \cdot \Delta z$, la constante de proportionnalité (A-2) est donnée en degrés/G-cm. Le $\Delta\Phi$ vu par le détecteur dû à une fluctuation $4\pi\Delta M_s$ est :

$$\Delta\phi = -21,8 \frac{4\pi\Delta M_s \cdot t \cdot \Delta l}{\Delta y} \quad (7.10)$$

Δl étant la largeur de la bande associée à la fluctuation $\Delta\phi$ est indépendant des dimensions verticales de la fente; ceci correspond au fait que, les bandes de croissance étant verticales dans la géométrie que nous avons choisie, on peut considérer que l'aimantation est constante en hauteur. (7.10) nous donne donc

$$4\pi \Delta M_s = \frac{\Delta y}{21,8 \cdot t \cdot \Delta l} \Delta\phi_{\text{exp}}$$

où $\Delta\phi_{\text{exp}}$ est l'incertitude sur le déphasage mesuré.

Pour les courbes A et B, la résolution en ϕ est d'environ 2° , la largeur de la fente utilisée est de $180 \mu\text{m}$, et l'épaisseur au voisinage des bandes de dissolution est $70 \mu\text{m}$. Si la fluctuation correspond à une bande de croissance, le $4\pi\Delta M_s$ que l'on peut détecter est de l'ordre de 200 Gauss si $\Delta l \sim 10 \mu\text{m}$ ou de 20 Gauss si $\Delta l \sim 100 \mu\text{m}$.

Pour la courbe de la fig. VII-8, la résolution en ϕ est $\sim 4^\circ$, à cause de la faible section du faisceau transmis et du temps de comptage limité du fait de la dérive, mais la largeur de la fente est de $65 \mu\text{m}$. La résolution que l'on atteint pour cette courbe est de $4\pi\Delta M_s \sim 170$ Gauss si $\Delta l \sim 10 \mu\text{m}$ ou de 17 Gauss si $\Delta l \sim 100 \mu\text{m}$.

Les difficultés rencontrées dans notre version de l'expérience ont limité les temps de comptage, et donc la résolution. Dans une forme améliorée, une expérience similaire pourrait permettre d'atteindre une meilleure sensibilité sur ΔM_s .

CONCLUSION

L'étude par topographie aux rayons X et les observations optiques nous ont permis d'établir et d'étudier les interactions entre les différentes structures en domaines et les défauts cristallins. En particulier, il nous a été possible de mettre en évidence l'influence de certains défauts sur les domaines de leur voisinage: c'est le cas de gerbes de dislocations dans le GaYIG(111) et, dans le GaYIG (011), des bandes de dissolution; ces dernières, sortes de super-stries de croissance, sont à l'origine de domaines inhabituels. Le modèle proposé met en évidence le fait que cette structure serait très instable en l'absence de défauts, car elle comporte plusieurs parois créant des contraintes à distance. Il est intéressant de constater que, dans cette géométrie, ce défaut induit une véritable structure de domaines de fermeture à l'intérieur du cristal.

L'effet Faraday nous a permis en outre d'observer une "sous-structure" en domaines dans le GaYIG (111), dont la surface ne contient aucune direction de facile aimantation, et d'en proposer un modèle. Le rôle de la sous-structure, configuration "en dentelles" au voisinage des surfaces, paraît être de réduire l'énergie magnétostatique de la lame par une distribution plus serrée des charges magnétiques.

Par les expériences de microradiographie sélective à LURE, nous avons tenté de voir s'il y avait au niveau des gros défauts de croissance d'importantes fluctuations de la teneur en gallium, qui induiraient des singularités des propriétés magnétiques. Nos microradiographies n'ont pas montré de contrastes qui puissent être corrélés à de telles fluctuations; nous avons donc pu leur assigner une borne supérieure. De plus, nous avons rencontré et analysé les complications que recèle cette méthode dans son application à des monocristaux, et spécialement dans des cas tels que le Ga YIG du fait du grand paramètre cristallin et du nombre considérable de réflexions

possibles. En effet, outre l'inhomogénéité de l'intensité incidente, que nous avons pu corriger convenablement, il subsiste les problèmes de la contribution due à $\lambda/2$ et de l'excitation de réflexions de Bragg parasites.

Enfin, nous avons essayé de déterminer la répartition du gallium et sa variation suivant la direction de croissance en mesurant localement la valeur de l'aimantation spontanée. La méthode est basée sur la mesure de la précession de Larmor de neutrons polarisés transmis à travers l'échantillon. Une difficulté intrinsèque y est associée: le champ de dispersion dû aux effets de bord du cristal, qui est fini et a une forme irrégulière. Les neutrons voient et intègrent ce champ au voisinage de l'échantillon, ce qui rend l'interprétation des résultats assez compliquée. Les effets dipolaires dus aux bords ont été calculés par simulation numérique approchée. Ces simulations nous ont permis de tirer des résultats expérimentaux une valeur approchée des paramètres qui décriraient une variation linéaire de l'aimantation suivant la direction de croissance.

Les problèmes rencontrés lors de l'application de ces techniques nouvelles, et les solutions proposées, permettront peut-être, à l'avenir, de mieux les exploiter. Ces techniques peuvent se montrer très puissantes et bien adaptées pour l'étude non destructive de surfaces très réduites (10^2 - $10^3 \mu\text{m}^2$) sur des échantillons de ce genre.

A P P E N D I C E

Calcul du champ de fuite d'une plaquette aimantée à faces parallèles : précession subie par un neutron incident perpendiculairement au plan de la lame.

La précession d'un moment angulaire dans un champ magnétique est donnée par la fréquence de Larmor :

$$\omega_L = \frac{2|\gamma|\mu_N}{\hbar} H_z \quad (A.1)$$

On considère que la polarisation se trouve dans le plan horizontal XY et que le champ appliqué H_z est parallèle à l'axe Oz. μ_N est le magnéton nucléaire $\hbar = h/2\pi$ où h est la constante de Planck et $\gamma = -1,913$ est le moment gyromagnétique du neutron.

Pour H_z variable, on peut définir un $\Delta\Phi$ qui correspond à l'angle décrit après un parcours Δx , le temps t que le neutron met pour parcourir une distance Δx est :

$$t = \frac{\Delta x}{v} = \frac{\Delta}{2\pi\hbar/\lambda m_n}$$

où v est la vitesse du neutron. En exprimant v en fonction de la longueur d'onde λ on obtient :

$$\Delta\Phi = \omega_L t = \omega_L \frac{\lambda m_n}{2\pi\hbar} \Delta x \quad (A.2)$$

Pour $\lambda = 8,22 \text{ \AA}$, la longueur d'onde utilisée, on a la valeur suivante : $21,8^\circ/\text{Gcm}$.

Ce qui nous intéresse est de savoir de combien précesse le spin du neutron lors de son trajet dans le champ de fuite du cristal. Si l'on appelle x la coordonnée suivant la direction d'incidence, l'angle qu'on cherche à calculer est proportionnel à :

$$\Delta\Phi \sim - \int H_z(\vec{r}) dx + 4\pi M_s \cdot t \quad (A.3)$$

Remarquons que la contribution du champ de fuite est de signe opposé à celle de l'aimantation (fig. A.1). Les bornes de l'intégrale peuvent être prises comme $\pm \infty$ sans faire d'erreur importante du fait que le champ de dispersion du cristal est quasi nul à des grandes distances (quelques dizaines de cm) et ne modifie pas les champs imposés par l'expérience.

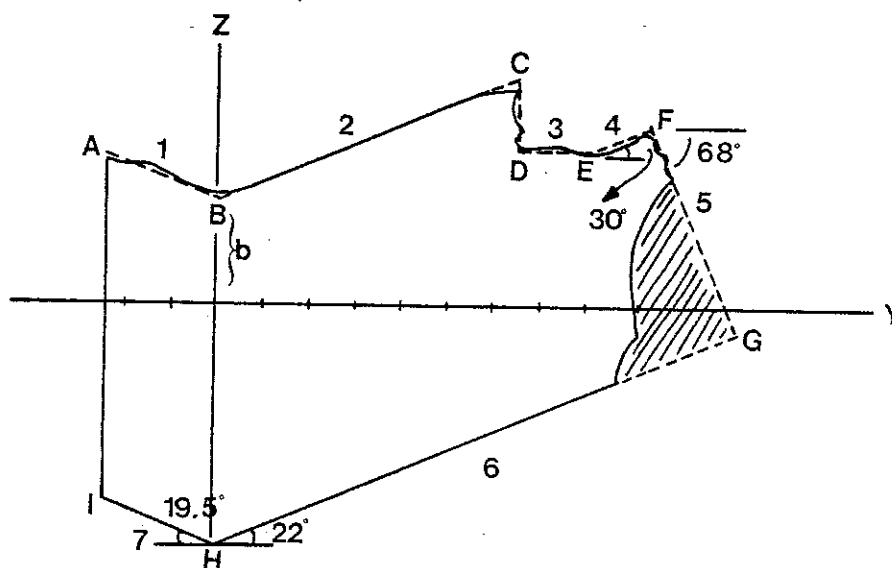


Fig.A-1 - Schéma de l'échantillon. Les lignes en pointillés indiquent la forme approximée qui a été utilisée pour le calcul.

L'épaisseur de la lame étant très inférieure aux dimensions de la surface, il est donc possible de la considérer comme une spire. La forme réelle du cristal peut raisonnablement s'approximer par neuf segments de droite (fig. A-1). Le champ H_z total créé au point P peut facilement se calculer en considérant chaque segment séparément. Pour simplifier, nous n'allons calculer le champ H_z que dans le plan XY.

Pour un segment i, le champ résultant est la somme sur sa longueur des contributions des charges élémentaires $dq(y) = 4\pi M_s(y) \cdot t(y) \cos\phi_i$, ϕ_i étant l'angle entre $\vec{M}_s$ et la normale $\vec{n}_i$ au segment i dans le plan vertical. L'aimantation $4\pi M_s$ et l'épaisseur t sont fonction de la coordonnée y perpendiculaire à la direction d'incidence des neutrons.

La position de chaque dq est donnée par le couple (y, z) où z est la fonction du segment de droite. Aux effets du calcul, on exprimera z sous la forme :

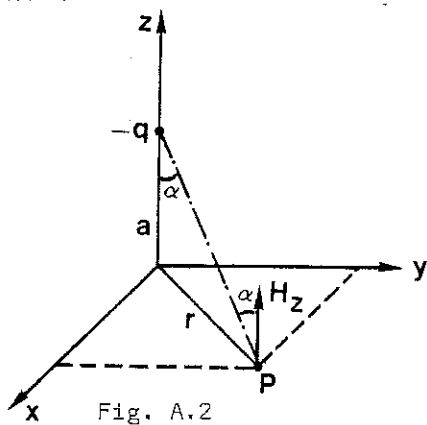
$$z = B_i (1 + \epsilon_i y) \quad (A.4)$$

ϵ_i est la pente réduite et B_i correspond à l'intersection du segment i avec l'axe OZ . De plus on suppose que $4\pi Ms$ est soit une fonction linéaire, soit une constante. L'expression de la fonction $4\pi Ms$ que l'on utilisera est analogue à celle de (A.4)

$$4\pi Ms = M (1 + Ay) \quad (A.5)$$

où M et A sont des constantes.

Le champ H_z créé par une charge magnétique isolée est dans le plan XY :



$$H_z(x, y, 0) = \frac{q \cos \alpha}{4\pi(x^2 + y^2 + a^2)^{3/2}} \quad (A.6)$$

où :

$$\cos \alpha = \frac{a}{(x^2 + y^2 + a^2)^{1/2}}$$

La contribution d'une charge $dq(y)$ au champ H_z au point P est donc, en utilisant (A.5) et (A.6) :

$$\Delta H_z(x, y, 0) = \frac{1}{4\pi} \frac{t M (1 + Ay) \cos \theta_i z}{[x^2 + (y-y)^2 + z^2]^{3/2}} \Delta y \quad (A.7)$$

Le champ total H_z dû au segment i est au point P :

$$H_{z_i} = \int_{y_{1_i}}^{y_{2_i}} dH_z(x, y, 0)$$

et la précession de la polarisation est proportionnelle à :

$$R_i = \int_{-\infty}^{+\infty} H_{z_i} dx$$

Puisque x et y sont des variables indépendantes, on peut d'abord intégrer par rapport à x :

$$R_i = \frac{-2}{4\pi} \int_{y_{1_i}}^{y_{2_i}} \frac{t M B_i (1+Ay) \cos \theta_i (1+\epsilon_i y)}{(y-Y)^2 + B_i^2 (1+\epsilon_i y)^2} dy$$

Après un calcul laborieux, on obtient l'expression finale pour $R_i(y) =$

$$R_i(Y) = \frac{2tM B_i \cos \theta_i}{4\pi (1+B_i^2 \epsilon_i^2)} \left[A\epsilon_i (y_2 - y_1) + \frac{1}{2} (A + \epsilon_i - 2A\epsilon_i y_0) \operatorname{Log} \left(\frac{(y_2 + y_0)^2 + k^2}{(y_1 + y_0)^2 + k^2} \right) + \left(\frac{1 - \epsilon_i y_0 - \frac{Aky_0}{B_i} - A\epsilon_i k^2}{k} \right) \left(\operatorname{arctg} \left(\frac{y_2 + y_0}{k} \right) - \operatorname{arctg} \left(\frac{y_1 + y_0}{k} \right) \right) \right] \sim (G.cm) \quad (A.8)$$

$$\text{où } k = \frac{B_i (1 + \epsilon_i Y)}{1 + B_i^2 \epsilon_i^2} \quad \text{et } y_0 = \frac{B_i^2 \epsilon_i + Y}{1 + B_i^2 \epsilon_i^2}$$

Remarquons que la fonction $R(Y)$ est nulle pour les segments AF et CD car étant parallèles à $4\pi\vec{M}_S$, ils ne sont donc pas chargés. Les paramètres correspondant à chaque segment sont donnés sur le tableau A-1.

La rotation de Larmor finale est, à partir de (A-2), (A-3), (A-5) et (A-8) :

$$\Phi(Y) = - 21,8^\circ / G\text{-cm} \left[\sum_{i=1} R_i(Y) - M (1 + AY) t \right] \quad (A.9)$$

En fait les neutrons arrivant sur le cristal ne voient que la composante verticale H_z du champ engendré par la plaquette. Ils ressentent en effet le champ total existant, c'est-à-dire, le champ guide et le champ de fuite. Toutefois d'après nos calculs du champ de fuite, la composante H_z est au moins d'un ordre de grandeur plus important et si l'on tient compte, en plus, du champ guide qui est suivant z , on en déduit que les composantes horizontales du champ de fuite sont négligeables.

TABLEAU A-1

PARAMETRES DES SEGMENTS DE LA SPIRE.

Segment	AI	AB	BC	CD	DE	EF	FG	GH	HI
i	-	1	2	-	3	4	5	6	7
y_{1_i} (mm)	-1,30	-1,30	0	3,38	3,38	4,28	4,92	0	-1,30
y_{2_i} (mm)	-1,30	0	3,38	3,38	4,28	4,92	5,89	5,89	0
θ_i	-	b	b	-	b+0,50	b-1,97	b+13	b-3,9	b-3,9
ϵ_i		$-\frac{\text{tg}19,5}{b}$	$\frac{\text{tg}22}{b}$		0	$\frac{\text{tg}30}{(b-1,97)}$	$-\frac{\text{tg}68}{(b+13)}$	$\frac{\text{tg}22}{(b-3,9)}$	$-\frac{\text{tg}19,5}{b-3,9}$
θ_i	90°	19,5°	22°	90°	0	30°	68°	22°	19,5°

Comme on peut l'apprécier sur le tableau A-1 les paramètres B_i et de (A-4) ne sont pas indépendants les uns des autres. Pour des θ_i donnés, il suffit de donner b pour ensuite déduire les autres. Le paramètre b, la distance de l'angle ABC à l'axe Oy, détermine aussi la position de l'origine en hauteur. Donc pour calculer $\Phi(Y)$ d'après (A.9) à des hauteurs différentes, il suffit de faire varier b.

Un résultat intéressant est l'interprétation des discontinuités observées expérimentalement. La signification de la discontinuité d1 (Figs VII-6,-8) qui correspond à l'arête AI est pratiquement une conséquence immédiate de (A.9). En effet l'arête AI étant parallèle à $4\pi\vec{M}_s$ ne crée pas de champ. Le déphasage de part et d'autre de l'arête AI est dû au champ de fuite induit par l'ensemble des autres segments, plus l'aimantation si le faisceau traverse le cristal.

Le déphasage produit par le champ de fuite est une fonction qui varie lentement, on peut par conséquent considérer que le terme $\sum_i R_i$ est le même de part et d'autre de l'arête, donc la discontinuité observée ne serait que le résultat de l'aimantation.

La discontinuité d2 est d'une interprétation plus difficile. Au niveau de l'arête FG (c'est la même chose pour GH), la contribution R_5 change de signe et en dehors du cristal, elle s'ajoute à l'effet de $4\pi M_s$. De plus, la grandeur de la discontinuité dépend fortement de b, c'est-à-dire de la hauteur. Cette région de la courbe est plus sensible aux effets de bord du cristal. L'incertitude qui pèse sur la localisation en hauteur de la courbe A nous empêche donc de tirer une valeur sûre de $4\pi M_s$ comme nous l'avons fait pour d1.

TABEAU A-2

CORRECTION DE L'ÉPAISSEUR : FRAGMENTATIONS EN TRANCHES A t CONSTANTE.

Segment	AB				BC	DE	EF	FG
	IH				HG			
y_1 (mm)	- 1,30	- 1,1	- 0,8	- 0,3	0	3,38	4,28	4,92
y_2 (mm)	- 1,1	- 0,8	- 0,3	0	3,38	4,28	4,92	5,89
t (μm)	57	66	68	70	70	60	48	35

R E F E R E N C E S

1. F. BERTAUT et F. FORRAT, C.R.Acad.Sci.(Paris) 242, 382 (1956) ; 243, 1219 (1956) ; 244, 96 (1956).
2. PEUZIN, Private Communication
3. S. GELLER, J.Appl.Phys.Suppl. 31, 30 S (1960) .
Z.Kristallogr. 125, 1 (1967).
4. J.R. PATEL, K.A. JACKSON et J.F. DILLON,Jr., J.Appl.Phys. 39, 3767 (1968).
5. A. MATHIOT, Thèse d'Etat, N° AO 11415, Paris (1975).
6. F. SAYETAT, Thèse d'Etat, N° AO 9677, Grenoble (1974).
7. J. CHENEVAS, J.C. JOUBERT, M. MAREZIO, J.Less.Comm.Metals, 62, 373 (1978).
8. L. NEEL, Ann.Phys.(Paris), 3, 137 (1948).
9. R. ALEONARD, J.C. BARBIER, R. PAUTHENET, C.R.Acad.Sci. (Paris) 242, 2531 (1956).
10. S. GELLER et M.A. GILLES, Acta.Cryst. 10, 239 (1957).
11. F. BERTAUT, F. FORRAT, A. HERPIN et P. MERIEL, C.R.Acad.Sci., 243, 898 (1956).
12. E. PRINCE, Acta Cryst. 10, 787 (1957).
13. L. NEEL, C.R.Acad.Sci.(Paris), 239, 8 (1954).
14. R. PAUTHENET, C.R.Acad.Sci.(Paris), 242, 1859 (1956) ; 243, 1499 (1956) ; 243, 1737 (1956).
15. P.W. ANDERSON, Phys.Rev., 79, 350 (1950).
16. J.H. van VLECK, J.Phys.Rad. 12, 262 (1951).
17. R. PAUTHENET, Ann.Phys.(Paris) 3, 424 (1958).
18. E.E. ANDERSON, Phys.Rev. 134A, 1581 (1964).
19. R. ALEONARD, J.Phys.Chem.Sol., 15, 167 (1960).

20. A.B. HARRIS, Phys.Rev., 132, 2398 (1963) ; 155, 499 (1967).
21. P.D. WOJTOWICZ, J.Appl.Phys. 33, 1257 (1962).
22. M. GUILLOT et H. Le GALL, Phys.Stat.Sol.(b), 77, 121 (1976).
23. M. MIURA, I. OGURO et S. CHIKAZUMI, J.Phys.Soc.Jap. 45, 1534 (1978).
24. F. TCHEOU, Thèse d'Etat, N° AD 7832, Grenoble (1972).
25. L. NEEL, R. PAUTHENET et B. DREYFUS, Prog.Low Temp.Phys., 4, 344 (1964).
26. G.N. FALILEEV, Phys.Stat.Sol. (b), 96, 424 (1979).
27. R.F. PEARSON, J.Appl.Phys. Suppl. 33, 1236 (1962).
28. C.D. BRANDLE et A.D. VALENTINO, J.Cryst.Growth., 12, 3 (1972).
29. F.D. BRUNI, "Crystals : Growth, Properties and Applications"
C.D.M. Rooijmans ed. Springer-Verlag, New York - Berlin (1978).
30. J.W. NIELSEN et E.F. DEARBORN, J.Phys.Chem.Solids, 5, 202 (1958).
31. L.G. Van NITERT, W.H. BROOKIEWICZ et E.F. DEARBORN,
J.Am.Cer.Soc., 48, 105 (1965).
32. W. TOLKSDORF et F. WELZ, "Crystals : Growth, Properties and Ap-
plications". C.D.M. Rooijmans ed. Springer-Verlag, New York -
Berlin (1978).
33. L.N. DEMIANETS, "Crystals : Growth, Properties and Applications".
C.D.M. Rooijmans ed. Springer-Verlag, New York - Berlin (1978).
34. S. KIMURA et I. SHINDO, J.Cryst.Growth 41, 192 (1977).
35. I. SHINDO, N. II, K. KITAMURA et S. KIMURA, J.Cryst.Growth,
46, 307 (1979).
36. K. KITAMURA, N. II, I. SHINDO et S. KIMURA, J.Cryst.Growth,
46, 277 (1979).
37. M. TORII, U. KIHARA, H. GOTO , S. KIMURA et I. SHINDO,
IEEE Trans.Mag. 15, 1732 (1979).
38. H.G. van HOOK, J.Am.Ceram.Soc., 44, 208 (1961) ; 45, 162 (1962).
39. H.D. SCHEEL et E.O. SCHULZ-DUBOIS, J.Cryst.Growth, 8, 304 (1971).
40. H.D. SHUL, J.Cryst.Growth, 13-14 , 560 (1972).
41. G. WENDE et P. GÖRNERT, Phys.Stat.Sol. (a) 41, 263 (1977).
42. P. GÖRNERT et R. HERGT , Phys.Stat.Sol.(a) 20, 577 (1973).
R. HERGT et P. GÖRNERT, Phys.Stat.Sol.(a) 21, 77 (1974).
43. J.P.M. DAMEN et J.M. ROBERTSON, J.Cryst. Growth, 16, 50 (1972).
44. R. HERGT, M. WENDT, P. GÖRNERT et S. BORRMANN, Phys.Stat.Sol.(a),
35, 347 (1976).

45. C. MAZURE, M. SCHLENKER, J. BARUCHEL, J.C. PEUZIN et D. DAVAL, JMMM, 15-18, 1322 (1980).
46. W. TOLKSDORF, Acta Electr. 17, 57 (1974).
47. B. ANDLAUER, J. SCHNEIDER et W. TOLKSDORF, Phys.Rev.B, 8, 1 (1973).
48. G.B. SCOTT, et J.L. PAGE, J.Appl.Phys. 48, 1342 (1977).
49. D.C. CRONMEYER, T.S. PLASKETT et E. KLOTEHOLM, AIP Cong.Proc. 24, 586 (1974).
50. B. ANDLAUER et W. TOLKSDORF, J.Appl.Phys. 50, 7986 (1979).
51. H.D. SCHEEL et D. ELWELL, J.Cryst.Growth 12, 153 (1972).
52. S. GELLER, J.A. CAPE, G.P. ESPINOSA et D.H. LESLIE, Phys.Rev., 148, 522 (1966).
53. P. HANSEN, P. RÖSCHMANN et W. TOLKSDORF, J.Appl.Phys., 45, 2728 (1974).
54. P. GORNERT et C.G. D'AMBLY, Phys.Stat.Sol. (a) 29, 95 (1975).
55. G.F. DIONNE, J.Appl.Phys. 41, 4874 (1970).
56. P. HANSEN, J.Appl.Phys. 45, 3638 (1974).
57. R.M. BOZORTH, "Ferromagnetism", D. Van Nostrand, Princeton (1968).
58. LANDÖLT et BÖRSTEIN : Vol.2, part 9, p. 16 Springer-Verlag OHG, Berlin (1962).
59. B.A. LILLEY, Phil.Mag. 41, 792 (1950).
60. A. HUBERT, "Théorie der Domänenwände in Geordneten Medien". Springer-Verlag, Berlin-Heidelberg-New York (1974).
61. A. LANG, J.Appl.Phys. 29, 597 (1958) ; Acta Cryst. 12, 249 (1959).
62. A. LANG, "Modern Diffraction and Imaging Techniques in Materials Science", p. 407. S. Amelinckx, R. Gevers, G. Remaut et D. van Landuyt eds., North Holland Publishing Co, Amsterdam (1970).
63. B.W. BATTERMAN et H. COLE, Rev.Mod.Phys. 36, 681 (1964).
64. A. AUTHIER, "Advances in X-Ray Analysis" Vol. 10, p. 9, J.B. Newkirk et G.R. Millett eds. Plenum Press, New York (1967).
65. A. AUTHIER, J. de Physique, 27, 57 (1966).
66. A. AUTHIER et F. BALIBAR, Acta Cryst., A 26, 647 (1970).
67. J.E.A. MILTAT et D.K. BOWEN, J.Appl.Cryst., 8, 657 (1975).
68. M. POLCAROVÁ, Czech.J.Phys., B19, 657 (1969).
69. M. LABRUNE, Thèse d'Etat, N° , Paris 1979.
70. D. KACZÉR et M. ZELENÝ, Czech. J.Phys. B10, 561 (1960).
71. M. POLCAROVÁ, IEEE Trans.Mag. 5, 536 (1969).

72. M. POLCAROVÁ et A. LANG, Bull.Soc.Fr.Min.Crist., 91, 615 (1968).
73. F. KROUPA et I. VAGERA, Czech.J.Phys. B19, 1204 (1969).
74. J.C. SUITS, IEEE Trans.Mag., 8, 95 (1972).
75. J.F. DILLON, Jr., J.Appl.Phys. 29, 539 (1958).
76. D.L. WOOD et J.P. REMEIK, J.Appl.Phys. 38, 1038 (1967).
77. J.F. DILLON, Jr., International School of Physics "Enrico Fermi"? LXX Course Varenna (Italie) 1977.
78. J.F. DILLON, Jr., J.P. REMEIK et C.R. STATON, J.Appl.Phys. 41, 4813 (1970).
79. F. POLLACK, S. LOWENTHAL, Y. PETROFF et Y. FARGE, Appl.Phys.Lett. 31, 785 (1977).
80. F. MEZEI, Z.Physik, 255, 146 (1972).
81. R.F. BELT, J.Appl.Phys. 40, 1644 (1969).
82. J. BASTERFIELD, J.Appl.Phys., 39, 5521 (1968).
83. International Tables for X-Ray Crystallography", Vol. III, p.157. Kynoch Press, Birmingham (1968).
84. V.K. VLASKO-VLASOV, L.M. DEDUKH et N.I. NIKITENKO, Sov.Phys.JETP, 38, 184 (1974).
85. P. GÖRNERT, S. BORNEMANN et R. HERGT, Phys.Stat.Sol.(a), 35, 583 (1976).
86. P. GÖRNERT et G. WENDE, Phys.Stat. Sol.(a), 37, 505 (1976).
87. S. BORNEMANN, E. GLAUCHE, P. GÖRNERT, R. HERGT et C. BECKER, Kristall und Technik, 9, 895 (1974).
88. T. FUKAMACHI et S. HOSOYA, Acta Cryst. A31, 215 (1975).
89. U. BONSE, Communication personnelle
90. O. SCHARPE et H. WARNECKE, J.M.M.M. 2, 113 (1976).
91. M. SAUVAGE et J.F. PETROFF "Synchrotron Radiation Research", S. Doniach et H. Winick eds., Plenum Press, New York (1979).
92. Neutron Beam facilities for I.L.L. users (1979), p. 110.

TABLE DES MATIERES

<u>INTRODUCTION</u>	1
<u>CHAPITRE I : LES GRENATS MAGNETIQUES</u>	3
I-1 - CRISTALLOGRAPHIE DES GRENATS MAGNETIQUES	3
I-2 - PROPRIETES MAGNETIQUES DES GRENATS DU TYPE $R_3Fe_5O_{12}$	4
I-3 - CROISSANCE DE MONOCRISTAUX MASSIFS : METHODE DU FLUX	6
3.1 - Méthodes de croissance des monocristaux massifs	6
3.2 - La méthode du flux	6
3.3 - Principaux défauts des cristaux élaborés dans un flux	8
I-4 - SUBSTITUTION PREFERENTIELLE DU GALLIUM DANS LA STRUCTURE GRENAT : CAS DU $Y_3Ga_xFe_{5-x}O_{12}$	12
I-5 - DOMAINES MAGNETIQUES DANS LES GRENATS	16
<u>CHAPITRE II : TECHNIQUES EXPERIMENTALES</u>	19
II-1 - INTRODUCTION	19
II-2 - TOPOGRAPHIE AUX RAYONS X EN TRANSMISSION	19
2.1 - La méthode de Lang : Principe	19
2.2 - Propagation des rayons X dans un cristal parfait	22
2.3 - Mécanismes de contraste	25
2.4 - Contraste de défauts plans : Parois de domaines magnétiques.	27
II-3 - LES TECHNIQUES MAGNETO-OPTIQUES	29
3.1- Introduction	29
3.2 - Effet Faraday et Kerr	30
3.3 - Effet Cotton-Mouton	32

<u>CHAPITRE III : ECHANTILLONS UTILISES</u>	33
III-1 - CHOIX DES ORIENTATION ET DES DIMENSIONS	33
III-2 - TRAITEMENTS ET MONTAGE DES ECHANTILLONS	34
<u>CHAPITRE IV : DOMAINES MAGNETIQUES ET INTERACTIONS DOMAINES-DEFAUTS</u>	39
IV-1 - ECHANTILLON (111)	41
IV-2 - ECHANTILLON (011)	50
<u>CHAPITRE V : BANDES DE DISSOLUTION ET DOMAINES MAGNETIQUES</u>	59
V-1 - LES BANDES DE DISSOLUTION	59
V-2 - DOMAINES MAGNETIQUES ASSOCIES AUX BANDES DE DISSOLUTION	60
<u>CHAPITRE VI : ESTIMATION DES INHOMOGENEITES DE LA REPARTITION</u> <u>DU GALLIUM PAR MICRORADIOGRAPHIE SELECTIVE AU</u> <u>RAYONNEMENT SYNCHROTRON</u>	67
VI-1 - L'EXPERIENCE : PRINCIPE, RESULTATS	67
VI-2 - INTERPRETATION DES RESULTATS	71
VI-3 - DISCUSSION	77
<u>CHAPITRE VII : SPIN-ECHO AUX NEUTRONS : MESURE LOCALE DE</u> <u>L'AIMANTATION A SATURATION</u>	81
VII-1 - INTRODUCTION	81
VII-2 - SPIN-ECHO AUX NEUTRONS : PRINCIPE	82
VII-3 - MONTAGE EXPERIMENTAL	85
VII-4 - EXPERIENCE ET RESULTATS	87
VII-5 - INTERPRETATION DES RESULTATS	92
VII-6 - DISCUSSION	99
<u>CONCLUSION</u>	103
<u>APPENDICE</u> : Calcul du champ de fuite d'une plaquette aimantée à faces parallèles : précession subie par un neutron incident perpendiculairement au plan de la lame.	105
<u>BIBLIOGRAPHIE</u>	111