

République Algérienne Démocratique et Populaire  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique  
Université Larbi Tébessi-Tébessa  
Faculté des Sciences Exactes et des Sciences de la Nature et de la Vie  
Département : Sciences de la Matière



## MÉMOIRE DE MASTER

Domaine : **Sciences de la matière**

Filière : **Physique**

Option : **Physique des matières condensées**

**Thème**

*Étude des Propriétés structurales et magnétiques des couches minces nanocristallines NiFe*

Présenté par :

**Hamdaoui Imene**

**Laadjel Amel**

**Devant le jury :**

Abid BOUDIAR	M.C.B	Université de Tébessa	Président
Amel KAIBI	M.A.A	Université de Tébessa	Rapporteur
Izzeddine SAOUANE	M.A.A	Université de Tébessa	Examineur

Date de soutenance: **24/06/2019**



**Déclaration sur l'honneur de non-Plagiat**  
 (À joindre obligatoirement au mémoire; Remplie et signée)

Nous soussignons

Nom, prénom: *Hambaoui Imene & Laabjel Amel*

N° de carte d'étudiant: (1) *12\6003057\2012* (2) *14\3402\1399\2014*

Régulièrement inscrits (es) en **Master** au **Département Sciences de la Matière**

Année universitaire: **2018/2019**

Domaine: **Sciences de la matière**

Filière: **Physique**

Spécialité: *Physique des Matériaux condensés*

Intitulé du mémoire: *Etude des propriétés structurales et Magnétiques des couches minces nanocristallines Ni<sub>1-x</sub>Fe<sub>x</sub>*

Attestons que notre mémoire est un travail original et que toutes les sources utilisées ont été indiquées dans leur totalité. Nous certifions également que nous n'avons ni recopié ni utilisé des idées ou des formulations tirées d'un ouvrage, article, ou mémoire, en version imprimée ou électronique, sans mentionner précisément leur origine et que les citations intégrales sont signalées entre guillemets.


Sanctions en cas de plagiat prouvé:

Les étudiants seront convoqués devant le conseil de discipline, les sanctions prévues selon la gravité du plagiat sont:

- L'annulation du mémoire avec possibilité de le refaire sur un sujet différent.
- L'exclusion d'une année du master
- L'exclusions définitive.

2019

رئيس المجلس العلمي  
 وعضو  
 أعضاء المجلس  
 كاتب راسن العلمي



Fait à Tébessa, le: *03/07/2019*

Signature des étudiants (es):

(1):

(2):

*[Handwritten signatures]*

تَبَسُّمٌ نَبِيٌّ .

الطالبان : حمد و بايمان .

- لعجال آمل .

الموضوع : تعهد بتصحيح الكثرة .

تعهد و بشر فناء قد الطالبان : حمد و بايمان

و لعجال آمل ، انا لجنم ، انا عشم آنت تم تصحيح

الأخطاء المصروحة من طرفكم هكذا : التخرج بعنوان =

L'étude des propriétés structurales et magnétiques  
des couches minces nanocristallines  $Ni_2Fe_2$ .

و في الأ خير تقبلوا مني فاشقا الإحترام والتقدير

الأستاذة كريمة :

الأستاذ الرئيس :

الأستاذة لهند

كبي آمل .

عبيد جوديان

هو ان عز الوفاء

A. KAIBI

cho.φ

## Remerciements

*Je tiens, en premier lieu, à dire et écrire « Elhamdo li Allah » donc à remercier le bon Dieu, le tout puissant, de m'avoir donné autant de courage et de patience pour mener à terme ce présent travail.*

*En témoignage de mon profond sentiment du respect, d'estime et de reconnaissance, on tient à présenter mes sincères remerciements à :*

*Ma promotrice Mme KAIBI Amel, Docteur à l'université de Larbi Tbessi, pour la proposition de ce thème et l'honneur qu'il nous a fait en dirigeant ce travail, pour sa disponibilité entière, son soutien et son suivi au quotidien, et aussi pour ses aides, ses conseils, tout au long de ce modeste travail et le temps qu'elle a bien voulu nous consacrer.*

*Nous voudrions également exprimer notre remerciements Mr Boudiar Abid, Maître de Conférence à l'université de Larbi Tbessi, d'avoir accepté de présider le jury de soutenance et nous tenons également à remercier Mr. Saouane Izzeddine, Docteur à l'université de Larbi Tbessi, que nous a fait l'honneur de juger notre travail.*

*NOUS ADRESSONNS mes vifs remerciements à mes enseignants. Je tiens à exprimer ma reconnaissance a tous mes collègues, promotion 2019.*

*Enfin onvoudra que tous les enseignants de département de sciences de la matière trouvent ici mes sincères reconnaissances et ma gratitude avec l'expression de nos profonds respects.*

## *Dédicace*

*Mes remerciements vont tout premièrement à dieu tout puissant pour la volonté, la santé et la patience qu'il m'a donnée pour terminer ce travail.*

*Je voudrais aussi remercier ma famille qui m'a soutenu et encouragé.*

*Mon cher père LAADJAL KHALED : aucune dédicace ne peut exprimer l'amour, l'estime, le dévouement et le respect que j'ai toujours eu pour toi. Rien au monde ne vaut les efforts fournis jour et nuit pour mon éducation et pour mon bien être. Ce travail est le fruit de tes sacrifices que tu as consentis mon éducation et ma formation.*

*A ma mère LAADJAL NAIMA l'affable, l'aimable et l'honorable : tu représentes pour moi le symbole de la bonté par excellence, la source de tendresse et l'exemple du dévouement qui n'a pas cessé de m'encourager et de prier pour moi.*

*A ma frangine et mon âme sœur AHLEM: Tu es la plus belle chose qui ne me soit jamais arrivée, tu es la sœur adorée que tout le monde voulait.*

*A mes chers frères :IHAB et IBRAHIM.*

*A mon prof encadreur, Mme. KAIBI Amel.*

*A toute personne qui a participé de près ou de loin pour l'accomplissement de mon travail.*

*Mes remerciements.*

*LAADJAL AMEL.*

## *Dédicace*

*Je dédie ce modeste travail à :*

*Mon cher père HAMDAROU Rabeh : aucune dédicace ne peut exprimer l'amour, l'estime, le dévouement et le respect que j'ai toujours eu pour toi. Rien au monde ne vaut les efforts fournis jour et nuit pour mon éducation et pour mon bien être. Ce travail est le fruit de tes sacrifices que tu as consentis mon éducation et ma formation.*

*A ma mère HAMDAROU Saliha l'affable, l'aimable et l'honorable : tu représentes pour moi le symbole de la bonté par excellence, la source de tendresse et l'exemple du dévouement qui n'a pas cessé de m'encourager et de prier pour moi.*

*A ma ravissante belle-mère NECIBE Latifa (Rachida), je voudrais bien te dire haut et fort à quel point tu es une femme exceptionnelle et que j'ai beaucoup de chance de faire partie de ta vie*

*Merci mes très chers parents de me donner l'espoir et le courage le long de mon trajet d'étude et de m'offrir un avenir prospère.*

*A ma frangine et mon âme sœur Hanane : Tu es la plus belle chose qui ne me soit jamais arrivée, tu es la sœur adorée que tout le monde voulait, aussi ma belle-sœur Linda*

*A mes chers frères ; Mehdi. et Houssem*

*A la joie de ma vie et mon ange gardien, mon fiancé ;*

*MIMICHE Zoubir qui m'a beaucoup soutenu.*

*A mon très cher oncle HAMDAROU Mohamed et mes adorables cousines Yasmine et Fatma.*

*Je le dédie aussi avec un grand amour à mes chers amis et tous mes collègues de Matériaux Condensés, promotion 2019.*

*A mon prof encadreur, Mme. KAIBI Amel.*

*A toute personne qui a participé de près ou de loin pour l'accomplissement de mon travail.*

*Mes remerciements.*

*Hamdaoui Imen*

## ملخص

أعدت رقائق من  $Ni_{75}Fe_{25}$  بواسطة طريقة فيزيائية، بالتبخر الحراري "تأثير جول" طبق على ركائز منسيليوم Si. تتبخر شرائح من NiFe على ركائز السيليسيوم ذات سمك مختلف والهدف من البحث هو دراسة الخصائص البنيوية والمغناطيسية بإستعمال إنعكاس الأشعة السينية (XRR)، انعراج الأشعة السينية (DRX) ومقياس مغناطيسية إهتزاز العينة (VSM). سُمك الطبقات الرقيقة يتغير بين 50 و250 نانومتر. أطيف الأشعة السينية تبين أن الشريحة ذات سمك 50 نانومتر لها وجهة مفضلة تكون في الإتجاه  $\langle 111 \rangle$ ، أما ذات السُمك الكبير يتراوح بين 120 نانومتر و250 نانومتر فهي متعددة البنية البلورية ثابت الشبكة (a) يتناقص مع زيادة سمك الشريحة وكذلك حجم الحبيبات (D) يتناقص إلى غاية القيمة 46 نانومتر من أجل سمك 120 نانومتر.

حساب التشوه ( $\epsilon$ ) يوضح أن الطبقات تخضع لضغط كابس. إنطلاقاً من النتائج المغناطيسية، نستنتج بأن الزيادة في المغنطة تتناسب طردياً مع زيادة السمك إلى أن تصل إلى القيمة العظمى  $M_s = 1379 \text{ emu/cm}$ ، من أجل سمك 250 نانومتر، ما يقابله تناقص للحقل المغناطيسي ( $H_c$ ) مع زيادة السُمك، حيث أن أدنى قيمة توافق السمك 250 نانومتر.

**الكلمات المفتاحية:** الشرائح الرقيقة NiFe، التبخر الحراري، ركيزة السيليسيوم، الخصائص البنيوية والمغناطيسية.

## Résumé

Des couches minces de  $\text{Ni}_{75}\text{Fe}_{25}$  ont été préparées par méthode physique en phase vapeur, l'évaporation thermique « effet joule » et déposées sur substrat de silicium (Si). Les films de NiFe ont été évaporés sur des substrats de silicium avec différentes épaisseurs dont le but est d'étudier les propriétés structurales et magnétiques en utilisant la réflectivité des rayons X (XRR), la diffraction des rayons X (DRX) et le magnétomètre à échantillon vibrant (VSM). Les épaisseurs des couches minces varient entre 50 et 250 nm. Les spectres de diffraction X montrent une orientation préférentielle dans la direction  $\langle 111 \rangle$  pour les films d'épaisseur 50 nm. Les couches minces de plus grandes épaisseurs 120 nm et 250 nm présentent une structure polycristalline. Le paramètre de maille ( $a$ ) diminue avec l'augmentation de l'épaisseur de la couche  $t$ , la taille des grains ( $D$ ) diminue jusqu'à la valeur 46 nm pour l'épaisseur 120 nm. Le calcul de la micro-déformation ( $\epsilon$ ) montre que le film subit une déformation de compression. À partir de mesures magnétiques, on a constaté que l'aimantation à saturation, ( $M_s$ ), augmente avec l'augmentation de l'épaisseur et atteint une valeur maximale de  $M_s = 1379$  emu /cm, pour l'épaisseur de 250 nm, alors que la coercivité ( $H_c$ ) diminue avec la croissance de l'épaisseur jusqu'à une valeur minimale pour l'épaisseur de  $t = 250$  nm.

**Mots clé :** Couche mince  $\text{Ni}_{75}\text{Fe}_{25}$ , Evaporation thermique, substrat de Si, propriétés structurales et magnétiques, VSM.

## **Abstract**

We study the effect of thickness on the structural and magnetic properties of Ni<sub>75</sub> Fe<sub>25</sub> thin films, elaborated by evaporation process. The NiFe films deposited on silicon substrate with different thicknesses. From X-ray diffraction spectra analysis we have computed the ratios of peak intensities to the most intense peak ( $I(200) / I(111)$ ). We show that the thinner films present a  $\langle 111 \rangle$  preferred orientation. However for higher thicknesses, a polycrystalline structure is present. The grains size increases and the lattice parameter decreases with increasing thickness. From magnetic measurements, we have found that the magnetization. The coercive field, HC, decreases with increasing thickness with a minimum value of 1.96 Oe obtained for the thickest sample deposited on silicon.

**Keywords:** Thin film Ni<sub>75</sub>Fe<sub>25</sub>, Evaporation process, Si substrate, structural and magnetic properties, VSM.

Remerciements.....	I
Dédicace.....	II
Résumé.....	III
List des figures.....	IV
List des tableaux .....	V
Liste des symboles.....	VI

## **Sommaire**

Introduction générale .....	1
-----------------------------	---

### **Chapitre I : Synthèse bibliographique et état de l'art sur les matériaux NiFe**

I.1. Généralité :.....	3
I.1.1. Classification des matériaux magnétiques :.....	3
I.1.3. Cycle d'hystérésis .....	5
I.1.4. Le champ coercitif .....	7
I.1.5. L'anisotropie magnétique .....	8
I.2. Les matériaux nanostructures magnétiques .....	9
I.2.1. Méthodes synthèse .....	10
I.3. Le système NiFe .....	15

### **Chapitre II: Techniques expérimentales**

II.1. Dépôt par évaporation thermique .....	18
II.2. Méthodes de caractérisation structurales .....	20
II.3. Méthodes de caractérisation magnétiques .....	22
II.4. Magnétomètre à échantillon vibrant (VSM) .....	22

### **Chapitre III: Etude des propriétés structurales et magnétiques des couches minces de NiFe**

III.1. Le mécanisme d'élaboration .....	25
III.2. Méthodes de caractérisation.....	25
III.2.1. Caractérisations structurales des couches minces $\text{Ni}_{75}\text{Fe}_{25}$ .....	25
III.2.2. Caractérisations magnétiques des films $\text{Ni}_{75}\text{Fe}_{25}$ .....	31

Référence bibliographique : ..... 34  
Conclusion générale : ..... 37

## List des figures :

Titre	Pg
<b>Figure I.1.</b> Classification des matériaux magnétiques.	3
<b>Figure I.2.</b> Effet de l'interaction d'échange à courte portée sur l'ordre magnétique macroscopique et la variation des grandeurs magnétiques (évolution de l'aimantation).	4
<b>Figure I.3.</b> a) Domaines magnétiques et b) Changement d'orientation des moments magnétiques à travers une paroi de Bloch.	5
<b>Figure I.4.</b> Courbe de première aimantation (OA) d'un matériau ferromagnétique, et cycle d'hystérésis (ABCDEF) de ce matériau, lorsque le champ extérieur varie alternativement de +Hs à -Hs.	6
<b>Figure I.5.</b> a) Cycle d'hystérésis pour un matériau magnétique dur et b) Cycle d'hystérésis pour un matériau magnétique doux.	7
<b>Figure I.6.</b> Effet de la taille de grains sur le champ coercitif .	8
<b>Figure I.7.</b> Les matériaux nanostructures magnétiques (0D, 1D, 2D, 3D).	10
<b>Figure I.8.</b> Méthodes générales de dépôt des couches minces.	11
<b>Figure I.9.</b> Schéma montrant le processus de l'évaporation thermique.	17
<b>Figure II.1.</b> Appareillage utilisé pour l'élaboration des couches minces de Py par voie physique : a) Evaporateur MECA 2000, b) intérieur de la chambre de dépôt.	19
<b>Figure II.2.</b> Diffractomètre du type Bruker 4-cercle (D8 Discover).	20
<b>Figure II.3.</b> Schéma présente de principe diffraction du rayon x.	21
<b>Figure II.4.</b> Schéma du système de vibration.	22
<b>Figure III.1.</b> Exemples de spectres de la diffraction des rayons X du système NiFe/Si pour épaisseur 50 nm.	26
<b>Figure III.2.</b> Exemples des spectres de la diffraction des rayons X du système NiFe/Si : (a) t = 120 nm, (b) 250 nm.	27
<b>Figure III.3.</b> Evolution du paramètre de maille en fonction de l'épaisseur.	28
<b>Figure III.4.</b> Evolution de la déformation des films de NiFe en fonction de l'épaisseur.	29
<b>Figure III.5.</b> Evolution de la taille moyenne des grains D (nm) en fonction de l'épaisseur de la couche NiFe/Si.	30
<b>Figure III.6.</b> Cycle d'hystérésis montrant l'évolution de l'aimantation en fonction du champ appliqué entre -80 Oe et 80 Oe, avec différentes épaisseurs a) t = 50 nm, b) t = 120 nm, c) t = 250 nm.	31
<b>Figure III.7.</b> Evolution de l'aimantation à saturation en fonction de l'épaisseur des couches minces de NiFe.	32
<b>Figure III.8.</b> Evolution du champ coercitif en fonction de l'épaisseur des couches minces de NiFe.	33

**List des tableaux :**

<b>Titre</b>	<b>Pg</b>
<b>Tableau I.1.</b> Les méthodes chimiques de dépôt des couches minces.	12
<b>Tableau I.2.</b> Les méthodes physiques de dépôt des couches minces.	13
<b>Tableau I.3.</b> Propriétés physiques du Fer et du Nickel.	15

### Liste des symboles :

$H_d$  : Le champ démagnétisant. (Oe)

$H_c$  : Le champ coercitif (Oe)

$N$  : est le facteur démagnétisant.

$M$  : L'aimantation. (emu par  $cm^3$ )

$E_a$  : La densité d'énergie d'anisotropie.

$K_1$  et  $K_2$  sont les constantes d'anisotropie du premier ordre et du deuxième ordre respectivement. Pour le Fer à température ambiante  $K_1 = 4.2 \times 10^5$  ergs/ $cm^3$ ,  $K_2 = 1.5 \times 10^5$  ergs/ $cm^3$ . Pour le Nickel  $K_1 = -5 \times 10^4$  ergs/ $cm^3$ .

$\alpha_1, \alpha_2, \alpha_3$ : Sont les cosinus directeurs de l'aimantation par rapport aux axes cristallins d'un cristal cubique.

$E_a$ : L'énergie d'anisotropie magnéto cristallines.

$K_u$  : est la constante d'anisotropie magnéto cristalline.

$\Theta$  : l'angle entre  $M$ .

$E_{an}^{surf}$  : L'énergie associée.

$K$  : l'anisotropie de surface.

$t$  : l'épaisseur de la couche mince (nm).

$\Theta$  : l'angle entre l'aimantation et la normale a la surface.

$d_{hkl}$  : la moitié de la déviation (nm).

$n$  : un nombre entier appelé « ordre de diffraction ».

$\lambda$  : la longueur d'onde des rayons X ( $A^\circ$ ).

$d_{h,k,l}$  : Distance inter réticulaire(nm).

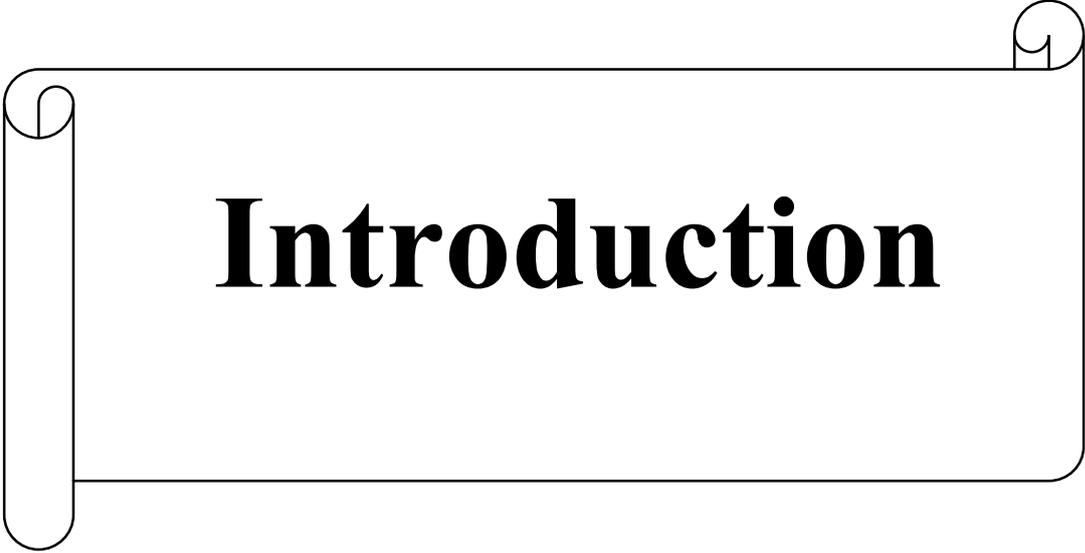
$a$  : Paramètre de maille (nm).

$\delta_B$ : la largueur de paroi de bloch.

$D$  : la taille des grains.

$\epsilon$  : la micro déforme.

$M_s$  : l'aimantation à saturation.



# **Introduction**

## Introduction générale

Les matériaux magnétiques nanocristallins sont actuellement au cœur du développement scientifique et technologique moderne. Leur utilisation est étendue à travers les champs d'applications les plus innovateurs à savoir, l'énergie électrique, l'informatique, les télécommunications, le stockage des données, les dispositifs de micro-électronique, le diagnostic médical, la séparation magnétique et le catalyseur, etc...La particularité de ces matériaux est qu'ils présentent des propriétés fondamentales nouvelles, par comparaison à celles du matériau massif. Le comportement de couches minces nanocristallins apparaît plus sensible aux perturbations extérieures telles que l'influence magnétique de la surface, l'interface et l'influence du champ extérieur par rapport à celui d'un matériau massif[1]. Parmi les nanomatériaux magnétiques les plus étudiés et qui ont suscité un progrès remarquable nous citons les alliages à base de Fer tels que : Fe-Co, Fe-Si, Fe-Al-Ni, Fe-Ni-Si, Fe-Co-Si et permalloy Ni-Fe.

Le matériau ferromagnétique doux NiFe est bien connu et utilisé dans beaucoup d'applications en raison de sa faible coercivité, sa haute perméabilité et sa faible anisotropie magnétique. Les films de NiFe sont largement utilisés pour les capteurs magnéto résistifs, ; les mémoires magnétiques à accès aléatoire, les inducteurs [2-3]. Les couches minces de Ni<sub>75</sub>Fe<sub>25</sub> ont été étudiées par de nombreux chercheurs, par différentes méthodes de déposition, et sur différents substrats [4-5]. Donc, il existe de nombreuses méthodes de synthèse des couches minces NiFe tels que la méthode de dépôt chimique et physique en phase vapeur, l'électrodéposition, la pulvérisation cathodique et l'évaporation thermique...

Dans ce travail de thèse. Nous avons effectué une étude sur les propriétés physiques des couches minces de Ni<sub>75</sub>Fe<sub>25</sub> élaborés par voie physique, en utilisant l'évaporation sous vide.

Ce mémoire est structuré en trois chapitres, en plus d'une introduction et conclusion générale. Au début, le premier chapitre contient des généralités sur le magnétisme et matériaux ferromagnétique NiFe. Il rapporte également les travaux antérieurs concernant les couches minces obtenus.

Ensuite, le deuxième chapitre regroupe une description des méthodes d'élaborations utilisées pour le dépôt des couches minces. Les différentes techniques de caractérisations structurales et magnétiques y sont aussi décrites.

Dans le dernier chapitre nous présentons les résultats relatifs à l'étude de l'effet de l'épaisseur sur les propriétés structurales et magnétiques des couches minces Ni<sub>75</sub>Fe<sub>25</sub> déposés sur substrat de silicium pour différentes épaisseurs.

Enfin, une conclusion générale qui récapitule l'ensemble des résultats obtenus et les discussions qui leurs sont relatives.

---

---



# **Chapitre I :**

## **Synthèse bibliographique et état de l'art sur les matériaux NiFe.**

Dans ce chapitre nous présentons une synthèse bibliographique assez générale dans laquelle nous exposons quelques notions sur les propriétés des matériaux nanostructures, matériaux magnétiques et non magnétiques, aussi leurs applications et leur procédés d'élaboration notamment la physico synthèse qui sera bien détaillée. Enfin un état de l'art sur les propriétés physiques des couches minces  $Ni_{75}Fe_{25}$ .

### I.1. Généralité :

Le magnétisme est un phénomène qui provient des charges en mouvement. Trois sources sont à l'origine du moment magnétique dans un atome : l'état quantique de spin des électrons, le mouvement orbital des électrons autour du noyau et l'état quantique de spin du noyau. Dans un matériau magnétique, la contribution prédominante à son moment magnétique total, provient du spin et du mouvement orbital des électrons[1].

Les matériaux non magnétiques sont les matériaux qui ne comportent que des atomes non magnétiques, aimantation induite par le champ qui disparaît lorsque ce champ est nul.

#### I.1.1. Classification des matériaux magnétiques :

Du point de vue du magnétisme coopératif, les matériaux magnétiques se partagent en deux grandes familles : la première correspond au matériau non magnétiques, catégorie dans laquelle on trouve les diamagnétiques, et la seconde au matériau magnétique où l'on trouve les paramagnétismes, ferromagnétismes, ferrimagnétismes et l'anti ferromagnétismes (Figure I.1).

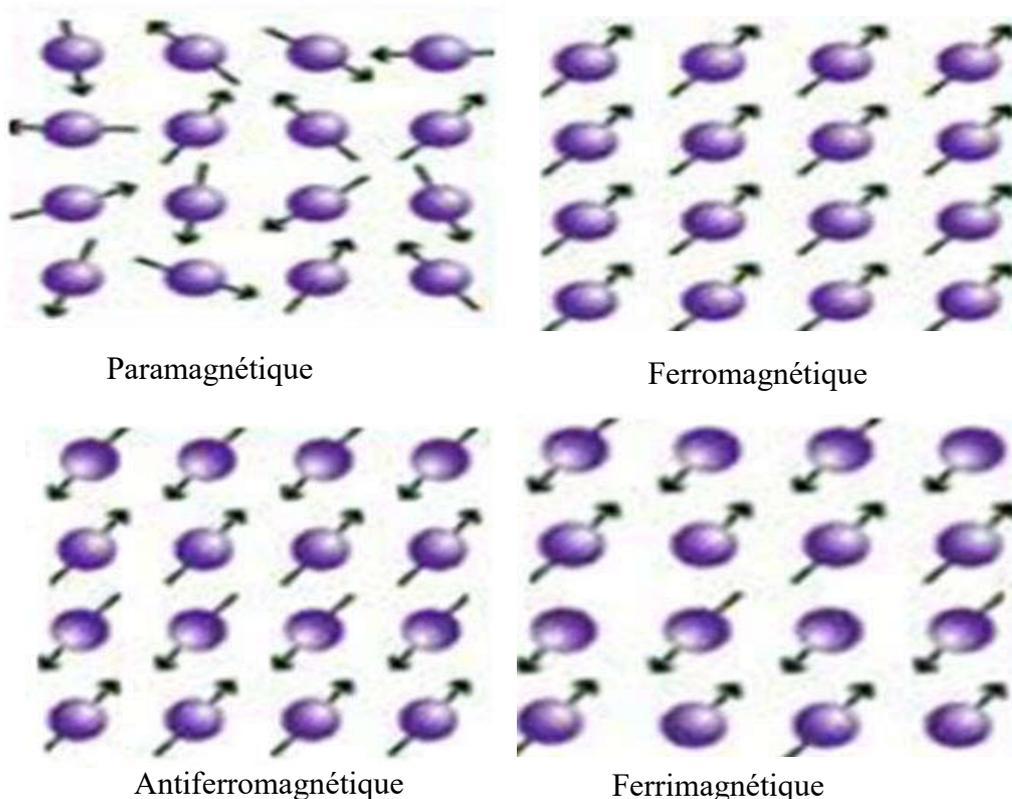


Figure I.1. Classification des matériaux magnétiques[1].

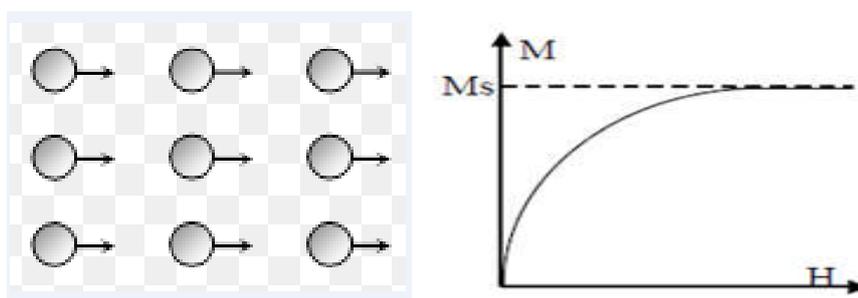
### I.1.2. Les principaux types des matériaux magnétiques :

#### I.1.2.1. Ferrimagnétisme :

Le ferrimagnétisme caractérise un matériau de types antiferromagnétique dans lequel les deux sous-réseaux n'ont pas la même aimantation, il n'y a alors plus compensation exacte de l'aimantation des deux sous-réseaux. Il en résulte, en dessous de la température de curie  $T_c$ , une aimantation spontanée de sorte que, les propriétés macroscopiques d'un ferrimagnétique dans cette gamme de températures peuvent présenter une ressemblance frappante avec celles d'un ferromagnétique.

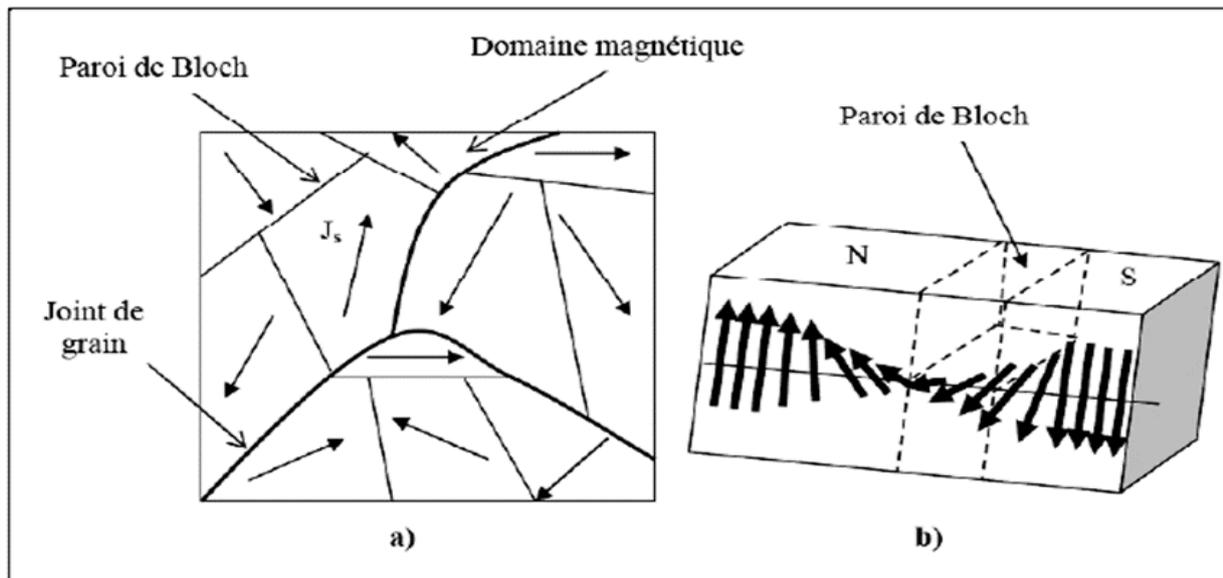
#### I.1.2.2. Ferromagnétisme :

Un corps ferromagnétique possède un moment magnétique spontané (même en absence de champ extérieure). L'interaction d'échanges positifs favorise, dans une substance ferromagnétique, parallélisme des moments magnétiques d'atomes voisins. Tout se passe alors un champ magnétique, appelé champ moléculaire, alignait le moment (ce champ fictif nous sera utile pour décrire le ferromagnétisme, mais en réalité ce n'est pas un vrai champ magnétique). Comme pour l'antiferromagnétique, à haute température l'agitation thermique conduit à une susceptibilité similaire à celle d'un paramagnétique : c'est la loi de Curie Weiss. Ces matériaux présentent une couche de 3d partiellement remplie [1]. Nous pouvons élaborer plusieurs alliages ferromagnétiques à partir de ces trois matériaux, selon l'application visée.



**Figure I.2.** Effet de l'interaction d'échange à courte portée sur l'ordre magnétique macroscopique et la variation des grandeurs magnétiques (évolution de l'aimantation)[6].

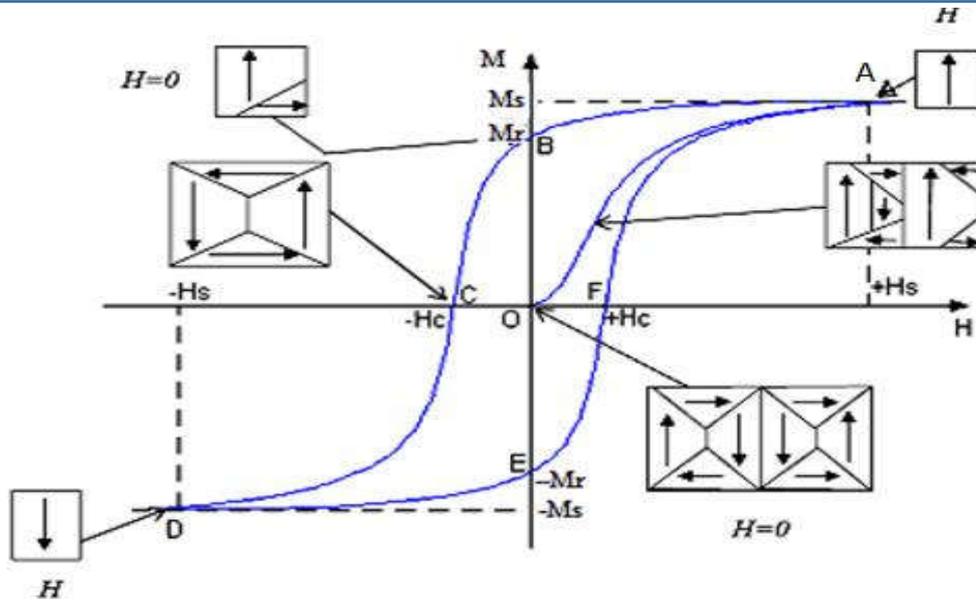
Dans les matériaux ferromagnétiques, le phénomène d'orientation des moments magnétiques à l'intérieur de ce dernier se produit de manière localisée. L'expérience montre que tous les matériaux magnétiques de volume suffisant se divisent spontanément en régions plus petites (Domaines) qu'on appelle « Domaines de Weiss ». Les interfaces entre les domaines sont appelées « Parois de Bloch ». A l'intérieur d'un domaine tous les moments magnétiques atomiques sont maintenus parallèles par les forces d'échanges, de telle sorte que chaque domaine se présente comme un petit volume aimanté à saturation avec une orientation différente de celles de ces voisins de telle sorte que la polarisation globale de l'échantillon peu forte et peut être nulle.



**Figure I.3.** a) Domaines magnétiques et b) Changement d'orientation des moments magnétiques à travers une paroi de Bloch.

### I.1.3. Cycle d'hystérésis :

Le cycle d'hystérésis représente la réponse d'un matériau ferromagnétique à un champ magnétique appliqué. Lorsqu'on place ce matériau ferromagnétique dans un champ  $H$  extérieur, les parois vont se déplacer de manière à renforcer le champ  $H$  extérieur. Si  $H$  augmente beaucoup, le domaine favorablement orienté occupera tout le volume du matériau qui est alors aimanté à saturation. La courbe qui relie l'aimantation  $M$  au champ  $H$  extérieur s'appelle le cycle d'hystérésis de matériau. Lorsque  $H$  augmente à partir de zéro, les parois de Bloch se déplacent. Entraînant une aimantation de l'échantillon. Quand  $H$  est suffisamment intense ( $H_s$ ), un seul domaine occupe tout l'échantillon. L'aimantation correspondante est l'aimantation à saturation ( $M_s$ ). Si on diminue  $H$ , on oblige les parois à se déplacer de nouveau. Le mouvement de retour n'est pas le même que celui suivi lorsque  $H$  augmentait parce qu'une partie du mouvement des parois est irréversible (en raison des défauts cristallins). L'aimantation qui reste lorsque  $H$  est nul s'appelle aimantation rémanente à saturation ( $M_r$ ). Le champ nécessaire pour ramener à zéro l'aimantation s'appelle le champ coercitif ( $H_c$ ). Le champ permettant d'annuler l'aimantation rémanente s'appelle le champ coercitif rémanent ( $H_c$ ). La courbe d'aimantation ainsi obtenue est une boucle d'hystérésis ou cycle d'hystérésis (ABCDEF) dont les paramètres caractéristiques sont les grandeurs  $M_s, H_s$  et  $H_c$ . L'aire du cycle d'hystérésis représente l'énergie dépensée par unité de volume du matériau, pour réorienter les moments magnétiques des domaines et déplacer les parois de Bloch, au cours d'un cycle complet de variation de champ magnétique extérieur [1].



**Figure I.4.** Courbe de première aimantation (OA) d'un matériau ferromagnétique, et cycle d'hystérésis (ABCDEF) de ce matériau, lorsque le champ extérieur varie alternativement de  $+H_s$  à  $-H_s$ .

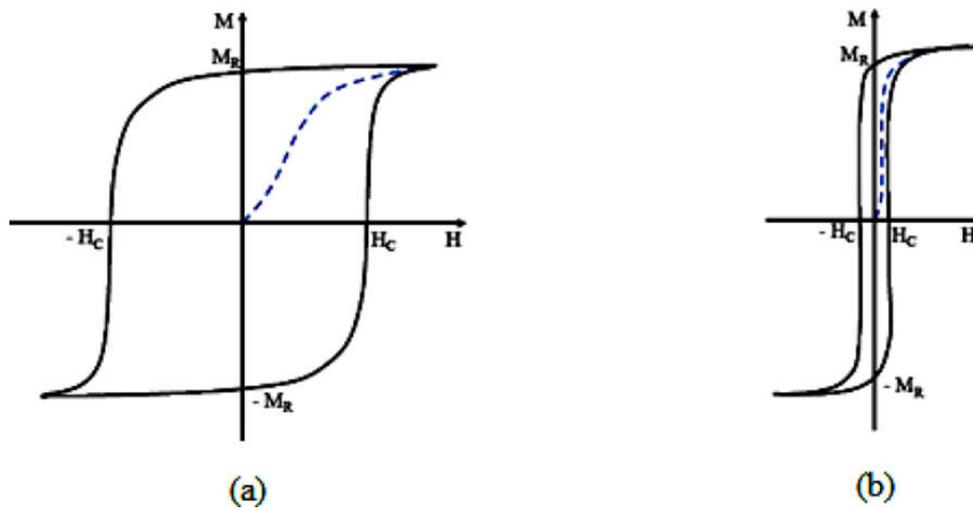
Selon la forme du cycle d'hystérésis et la valeur de champ coercitif, les matériaux magnétiques (ferromagnétiques et ferrimagnétiques) peuvent être groupés en deux grands types : matériaux magnétique doux et matériaux magnétiques durs[6].

**a) Matériaux magnétiques doux :**

On appelle matériaux magnétiques doux ceux dans lesquels le champ coercitif est faible (en générale inférieure à 1000 A/m). Pour ces matériaux, lorsque le champ extérieur varie, aucun obstacle ne doit s'opposer au déplacement des parois de bloche et à la réorientation des domaines magnétiques, c'est-à-dire les parois de domaines doivent bouger facilement sous l'action du champ magnétique appliqué.

**b) Matériaux magnétiques durs :**

On appelle matériaux magnétiques durs ceux caractérisés par un champ coercitif élevé (généralement supérieur à 10 KA/m). Une induction rémanente élevée, une faible perméabilité (sont difficiles à aimanter et désaimanter) et un large cycle des moments magnétiques dans les domaines de Weiss, ainsi que le déplacement des parois de Bloch doivent bouger difficilement sous l'action du champ magnétique appliqué.



**Figure I.5.** a) Cycle d'hystérésis pour un matériau magnétique dur et b) Cycle d'hystérésis pour un matériau magnétique doux.

#### I.1.4. Le champ coercitif :

En science des matériaux, le champ coercitif d'un matériau ferromagnétique désigne l'intensité du champ magnétique qu'il est nécessaire d'appliquer, à un matériau ayant initialement atteint son aimantation à saturation, pour annuler l'aimantation du matériau, les valeurs du champ coercitif mesurées à partir des cycles d'hystérésis, nous permettent de classer les matériaux ferromagnétiques. Le champ coercitif est usuellement noté  $H_C$ .

La baisse du champ coercitif avec la diminution de la taille des grains dans le domaine nanométrique et l'amélioration des propriétés magnétique douces pour ces matériaux magnétiques peuvent être s'expliquées par le fait que dans ce domaine il y également une réduction de l'anisotropie magnéto cristalline comme ça était très bien décrit dans le modèle de l'anisotropie aléatoire décrit par Herzrer (figure 6).

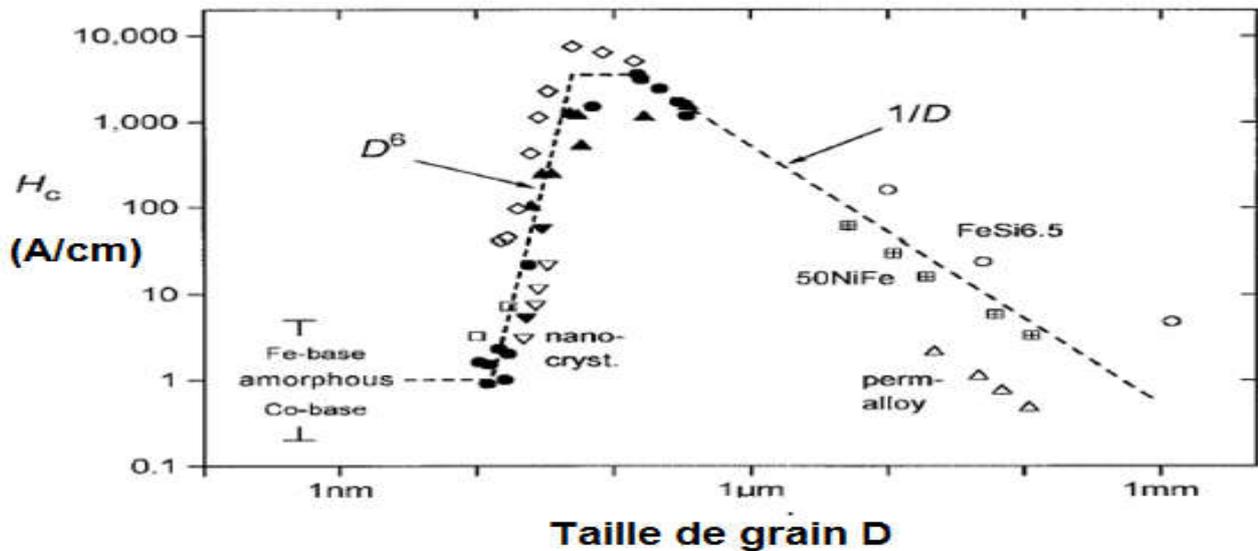


Figure I.6. Effet de la taille de grains sur le champ coercitif [6].

Certains travaux montrent une corrélation claire entre la topographie et le comportement des paramètres magnétiques ( $H_c$ ,  $M_s$  et  $H_s$ ) des couches minces et en donnent une approche qualitative [7,8]. Nous avons trois facteurs importants qui peuvent influencer sur le comportement ferromagnétique des films minces. Le premier facteur est la rugosité de la surface. Elle augmente facilement la teneur en impureté (l'oxydation) et la perturbation des processus de retournement d'aimantation [8, 9]. Le deuxième facteur est la distribution et la taille des grains qui influent l'interaction magnétique granulaire [10]. Le troisième facteur est la forme et la taille des grains qui peut modifier l'anisotropie magnétique de surface [11]. Quelques travaux présentent directement la dépendance entre les paramètres topographiques (taille de grains, rugosité) et le comportement ferromagnétique.

Si un échantillon possède une anisotropie magnétique, la forme du cycle d'hystérésis peut être fortement modifiée avec la direction d'application du champ magnétique externe.

### I.1.5. L'anisotropie magnétique :

Les propriétés magnétiques dépendent de la direction selon laquelle on les observe. Ceci se traduit par un terme anisotrope dans l'énergie totale du système. L'anisotropie dans un matériau magnétique peut avoir différentes origines. On citera ici trois types d'anisotropie : l'anisotropie de forme, l'anisotropie magnéto cristalline et de surface [6].

#### a) Anisotropie de forme :

La forme d'un échantillon affecte son énergie d'anisotropie magnétique. On parlera alors de champ démagnétisant  $H_d$  lorsqu'un corps ferromagnétique est aimanté, des pôles magnétiques sont créés la surface. Ces pôles vont établir un champ démagnétisant proportionnel et antiparallèle à  $M$ .

$$H_d = -NM \quad (I.1)$$

Avec :

$N$  : est le facteur démagnétisant et dépend de la forme de l'échantillon pour des couches minces.

**b) Anisotropie magnéto cristalline :**

L'anisotropie cristalline peut être définie comme une force qui tend à orienter l'aimantation dans une certaine direction du cristal. Ceci va induire la formation de directions privilégiées nommées axe de facile aimantation (easy axis). L'énergie nécessaire pour aimanter un échantillon selon cet axe est plus faible (minime). Les autres directions sont appelées axes de difficile aimantation (hard axis). Par exemple pour le Nickel de structure cubique à faces centrées l'axe de facile aimantation est l'axe [111], alors que pour le Fer (cubique centré) il s'agit de l'axe [100] [12]. L'anisotropie magnéto cristalline est essentiellement due au couplage spin-orbite et au champ cristallin. Pour un cristal de structure cubique qui possède un grand degré de symétrie, la densité d'énergie d'anisotropie s'écrit :

$$E_a = K_1 (\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_3^2 \alpha_1^2) + k_2 \alpha_1^2 \alpha_2^2 \alpha_3^2 \quad (I.2)$$

Où :

$\alpha_1, \alpha_2, \alpha_3$  : sont les cosinus directeurs de l'aimantation par rapport aux axes cristallins d'un cristal cubique.

$K_1$  et  $K_2$  sont les constantes d'anisotropie du premier ordre et du deuxième ordre respectivement. Pour le Fer à température ambiante  $K_1 = 4.2 \times 10^5$  ergs/cm<sup>3</sup>,  $K_2 = 1.5 \times 10^5$  ergs/cm<sup>3</sup>. Pour le Nickel  $K_1 = -5 \times 10^4$  ergs/cm<sup>3</sup> [13].

Dans le cas où un seul axe d'anisotropie existe, on parle d'anisotropie uniaxiale. L'énergie d'anisotropie magnéto cristalline s'écrit :

$$E_a = K_u \sin^2 \theta \quad (I.3)$$

Où :  $K_u$  est la constante d'anisotropie magnéto cristalline uniaxiale et  $\theta$  l'angle entre M et l'axe z (axe d'anisotropie).

**c) L'anisotropie de surface :**

L'anisotropie de surface apparaît à cause de la rupture de symétrie à la surface et de la baisse du nombre de plus proches voisins par rapport au volume, comme suggéré par Néel. L'énergie associée s'écrit comme :

$$E_{an}^{surf} = \frac{2k}{t} \sin \theta \quad (I.4)$$

Avec :

K : L'anisotropie de surface,

T : L'épaisseur de la couche mince,

$\theta$  : L'angle entre l'aimantation et la normale à la surface.

**I.2. Les matériaux nanostructures magnétiques :**

L'étude des matériaux magnétiques à l'état massif ou sous différentes géométries n'a cessé de croître. L'arrivée de nouveaux procédés de fabrication a permis l'apparition des couches minces, des

couches ultra minces et des nanostructures (tel que les nano fils). Les propriétés de ces matériaux font toujours l'objet d'études approfondies et ont apporté de nombreuses applications.

Les matériaux nanostructures ou nanomatériaux sont des solides, composés d'éléments ayant une dimension caractéristique (au moins dans une direction) de l'ordre du nanomètre (1-100nm). Les nanomatériaux peuvent être classés, selon la dimension de leur nanostructure en plusieurs catégories :

**a) Nanomatériaux à zéro dimension :**

Une dimension zéro signifie que le matériau est nanométrique dans les trois directions de l'espace, et n'a en conséquence aucune dimension micro ou micrométrique. Les nanoparticules sont des particules de taille inférieure à 100nm dans les trois directions de l'espace.

**b) Nanomatériau à une dimension :**

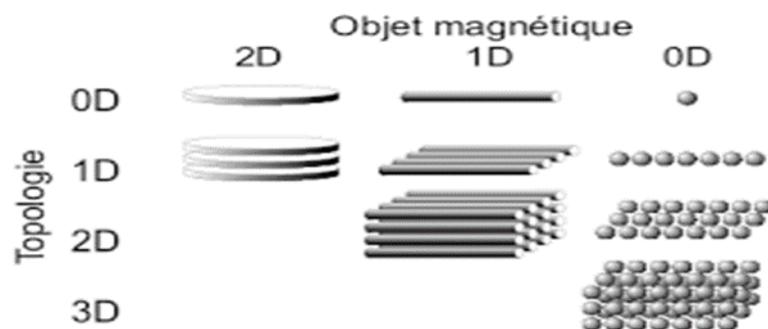
Dans le domaine des nanomatériaux à une dimension, il convient de considérer les nano fils et les nanotubes.

**c) Nanomatériaux à deux dimensions :**

Ce sont des matériaux sous forme de couches minces, comme dans les dépôts d'agrégats ou de revêtements épais obtenus par projection plasma ou voie électrochimique.

**d) Nanomatériaux à trois dimensions :**

Ce sont des matériaux sous forme compacte comme dans les céramiques et les métaux nanostructures.



**Figure I.7.** Les matériaux nanostructures magnétiques (0D, 1D, 2D, 3D).

**I.2.1. Méthodes synthèse :**

Les nanomatériaux peuvent se présenter sous forme de particules, fibres ou tubes (on parle de charges ou renforts), de couches minces ou de constituants structurels. Ils sont utilisés soit en tant que tels (comme catalyseur, pour transporter des médicaments, pour le polissage de wafers et disques durs en microélectronique...), soit en vue d'élaborer de nouveaux matériaux. Ils peuvent être incorporés dans une matrice pour apporter une nouvelle fonctionnalité ou modifier les propriétés mécaniques, optiques, magnétiques ou thermiques[1].

**a) Elaboration par voie chimique :**

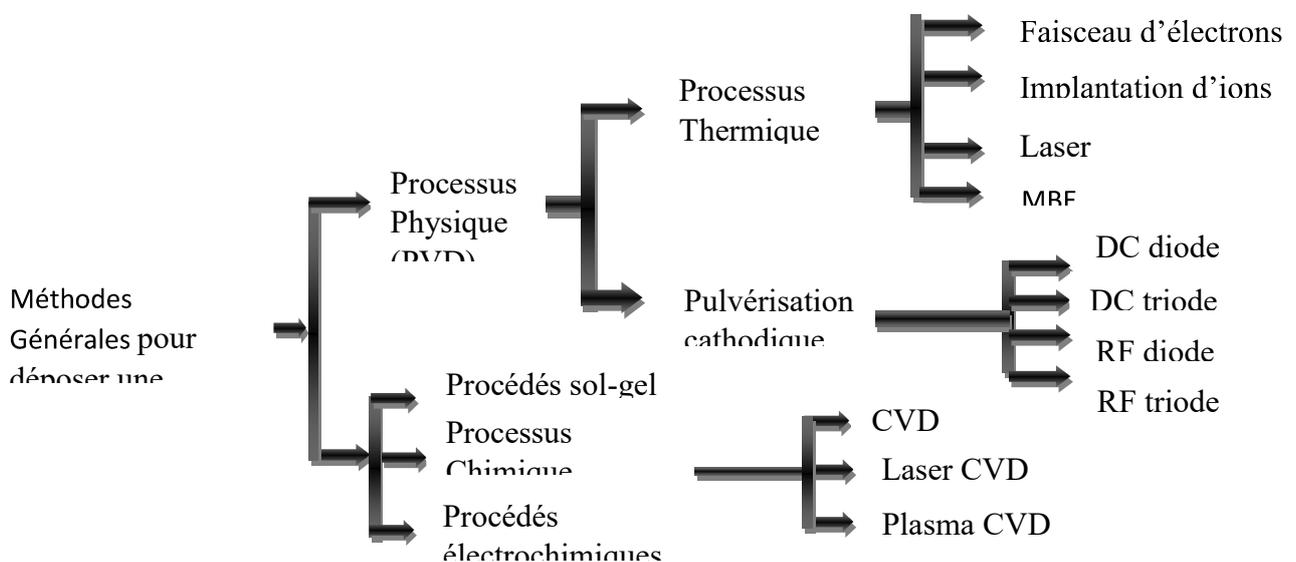
Les nanomatériaux sont obtenus à partir d'une phase vapeur ou liquide. Dans les réactions en phase vapeur on peut citer la CVD où les espèces gazeuses réagissent chimiquement sur une surface chaude d'un substrat, dans le but de former un nouveau composé. Cette méthode permet d'élaborer des couches minces et aussi d'obtenir des organisations nanostructures, par exemple la fabrication de nanotubes [14].

**b) Elaboration par voie physique :**

Par voie physique, l'élaboration des nanoparticules peut être réalisée à partir d'une phase vapeur extraite d'un matériau source par chauffage (fusion en creuset) ou par bombardement (faisceau d'électrons, pyrolyse, laser). Dans la plupart des cas, la vapeur du solide que l'on souhaite former est refroidie par collisions avec un gaz neutre et le matériau est collecté sur une paroi froide. Une autre voie physique d'obtention de nanoparticules (nano poudres) consiste à utiliser l'action de micro-ondes sur des poudres de taille millimétrique. Des couches minces d'épaisseur nanométrique peuvent également être réalisées par la voie PVD (Physical Vao Déposition) en anglais, ou par croissance épitaxie. Les nanotubes de carbone, peuvent être obtenus par ablation laser, décharge plasma ou décomposition catalytique [14, 15].

**I.2.1.1. Techniques de dépôt des couches minces :**

Les matériaux élaborés sous la forme de couches minces, bicouches et multicouches présentent des propriétés physico-chimiques différentes de celles des matériaux massifs. La nature chimique, la morphologie, la structure cristallographique et le magnétisme des couches minces sont des paramètres fortement liés aux conditions et aux méthodes d'élaboration. Dans un premier temps, nous rappellerons les différentes méthodes d'élaboration des couches minces que nous avons regroupées en deux catégories: (i) dépôt en voix électrochimique, (ii) dépôt physique en phase vapeur.

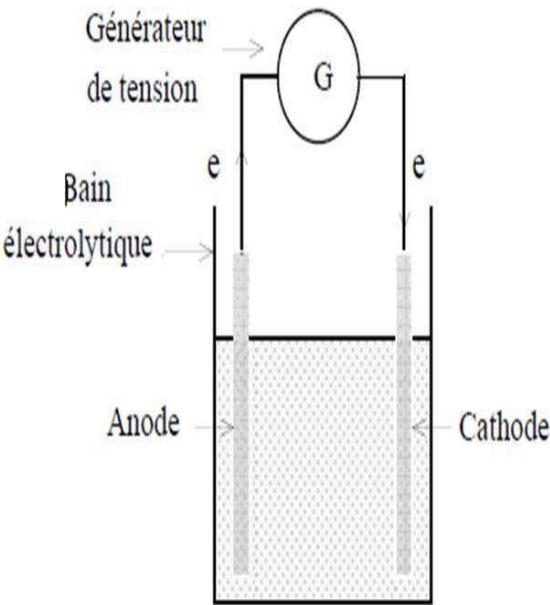
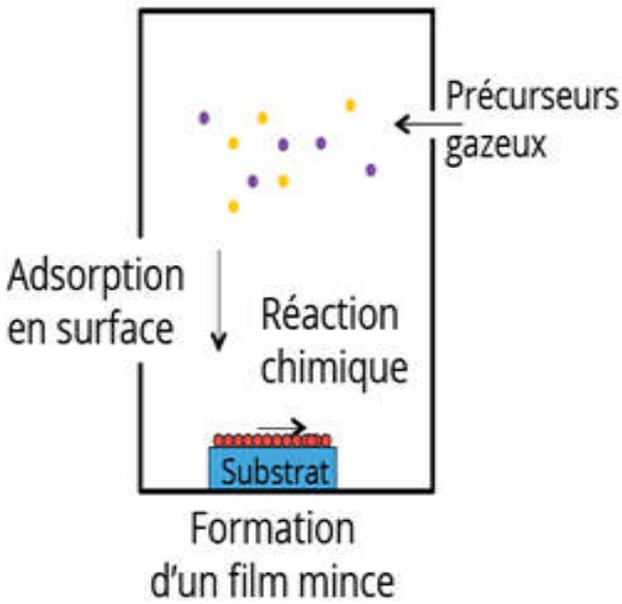


**Figure I.8.**Méthodes générales de dépôt des couches minces[2].

**I.2.1.2. Les méthodes chimiques :**

Le tableau I.2 en dessous présente quelque procédé chimique de dépôt de couche mince.

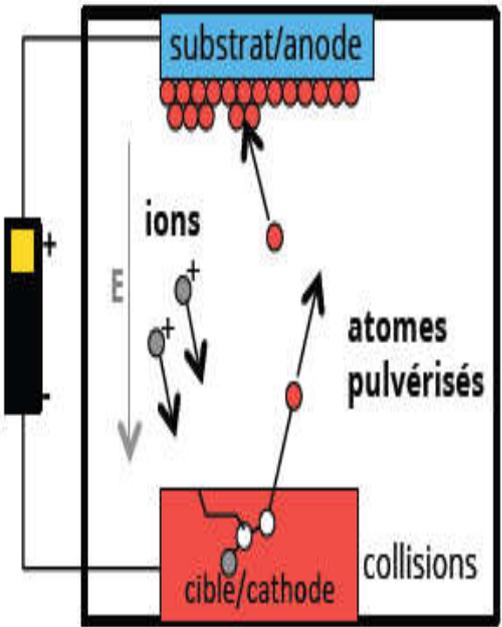
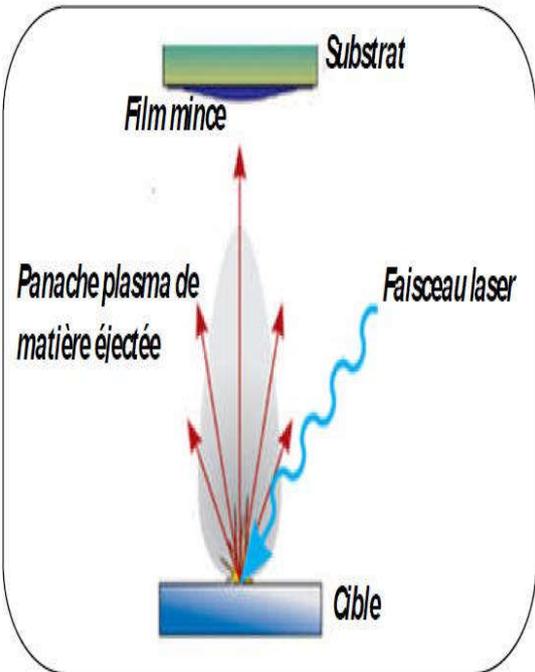
**Tableau I.1.** Les méthodes chimiques de dépôt des couches minces.

Les méthodes	Schéma
<p><b>Electro déposition :</b>                      En effet, le dépôt est réalisé sur un substrat conducteur à partir d'un bain d'électrolyse contenant les éléments constituant le dépôt sous formes de sels. Le principe de formation du dépôt est que les cations se déchargent au début de l'électrolyse sur la surface cathodique, lorsque ceux-ci sont assez nombreux, le germe peut alors croître et le cristal se développe suivant des directions privilégiées.</p> <p><b>Les avantages :</b>                      Un faible cout de mise en œuvre.</p> <p><b>Inconvénients :</b>                      Inutilisable dans l'industrie pour le dépôt de couches isolantes de cellules solaires cristallines.</p>	
<p><b>Déposition chimique en phase vapeur « CVD » :</b></p> <p>Dépend de la réaction chimique entre les solvants (gaz) pour former des dépôts solides sur un substrat chaud à haute température, ce qui est très important pour stimuler le processus de réaction chimique en sécurisant l'énergie nécessaire pour accélérer, et liée au type de matériaux réactifs.</p> <p>Il existe plusieurs formes de CVD dans la littérature : LPCVD, HPCVD.</p> <p><b>Les avantages :</b>                      La rapidité de mise en œuvre.</p> <p><b>Les inconvénients :</b>                      La lourdeur des équipements.</p>	

**I.2.1.3. Les méthodes physique (PVD) :**

Le tableau I.3 en dessous présente quelque méthode physique de dépôt de couche mince.

**Tableau I.2.** Les méthodes physiques de dépôt des couches minces.

Les méthodes	Schéma
<p><b>La pulvérisation cathodique :</b></p> <p>On introduit dans une chambre, où règne un vide secondaire, une cible (matériau à déposer) et un substrat. La cible est bombardée des cations, qui sont créés par l'introduction dans la chambre d'un gaz (en général de l'argon) sous une pression comprise entre <math>10^{-3}</math> et <math>10^{-9}</math> torr. Les atomes arrachés à la cible se déposent sur le substrat[16].</p> <p><b>Les avantages :</b></p> <p>Stœchiométriques.</p> <p><b>Les inconvénients :</b></p> <p>La vitesse de dépôt est faible.</p>	
<p><b>L'ablation au laser (dépôt laser pulsé, PLD) :</b></p> <p>Est une technique d'entrepôt utilisée</p> <p>Faisceau laser à impulsions. Le faisceau se concentre sur une cible placée dans un conteneur</p> <p>Sous super vide. Les impulsions laser permettent la vaporisation des matériaux</p> <p>Sous forme de plasma. Les colonnes du matériau sont ainsi centrifugées verticalement sur la cible</p> <p>Se condense sur le substrat contre la formation d'une couche [17-18].</p> <p><b>Les avantages :</b></p> <p>Un faible cout de mise en œuvre.</p> <p><b>Inconvénients :</b></p> <p>Inutilisable dans l'industrie pour le dépôt de couches isolantes de cellules solaires cristallines.</p>	

#### I.2.1.4. L'évaporation thermique :

L'évaporation sous vide est une technique de dépôt de couche mince (généralement métallique), utilisée notamment dans la fabrication micro-électronique. Le matériau à déposer est évaporé sous vide dans une enceinte thermique, le vide permettant aux particules d'atteindre directement le support ou elles se décondensent à l'état solide. Cette technique repose sur deux processus élémentaires : l'évaporation d'une source chauffée et la condensation à l'état solide de la matière évaporée sur le substrat. L'évaporation a lieu sous vide, c'est-à-dire dans un environnement gazeux, vapeur de dépôt exclue, contenant extrêmement peu de particules. Dans ces conditions, les particules de matière peuvent se propager jusqu'à la cible sans collision avec d'autres particules. Par exemple dans un vide de  $10^{-4}$ Pa, une particule de 0.4 nm de diamètre a un libre parcours moyen de 60 m, c'est-à-dire qu'elle peut parcourir en moyenne soixante mètres avant d'entrer en collision avec une autre particule. Les objets chauffent, produisent des vapeurs parasites qui limitent la qualité du vide dans la chambre de dépôt.

Le dépôt par évaporation basé sur trois espèces, les molécules, les atomes et les ions, selon la source d'évaporation utilisée. Ils sont transportés vers un substrat à travers un milieu passif (vide ou basse pression) ou actif (plasma, gaz réactif, liquide...). Cette méthode de dépôt permet de créer des vapeurs à partir du matériau de départ qui se condensent sur le substrat et produisent une couche mince. En effet, cette méthode de dépôt permet d'évaporer d'une longue gamme de matériaux, quand ils sont chauffés à des températures suffisamment élevées. Le mode du chauffage de l'évaporation change avec la variation de la méthode de dépôt utilisée ; chauffage résistif (évaporation par effet Joule) [19-20], chauffage par faisceau d'électrons (bombardement électronique) [21, 20] et chauffage par faisceau laser (évaporation par ablation laser, PLD).

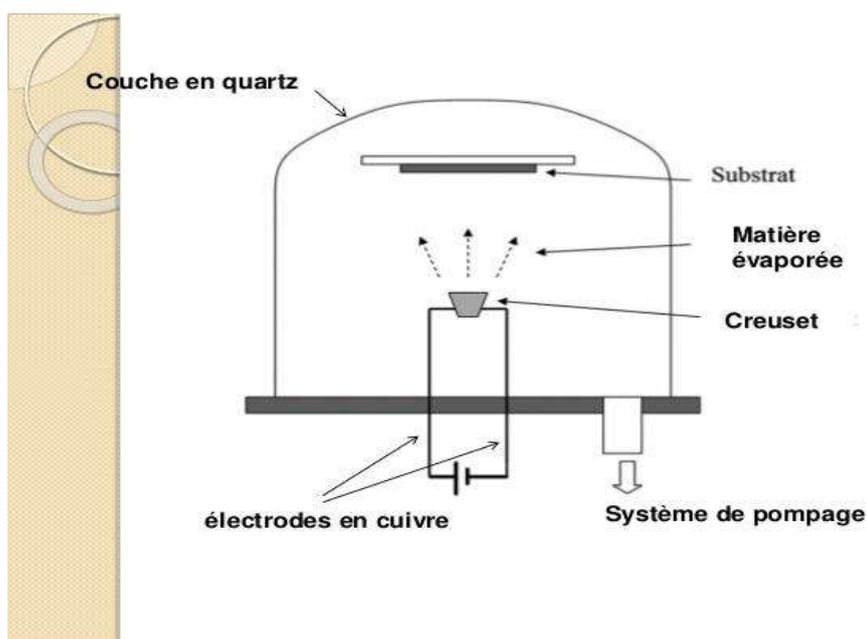


Figure I.9. Schéma montrant le processus de l'évaporation thermique.

### I.3. Le système NiFe:

Les nanomatériaux magnétiques, en particulier, ont reçu beaucoup d'attention en raison de leurs excellentes aptitudes utilisées dans une grande variété d'applications technologiques. Un intérêt majeur est consacré aux matériaux ferromagnétiques, notamment le Nickel (Ni) et le Nickel-Fer (NiFe), en raison de leurs large champ d'application dans divers domaines technologiques tels que les fluides magnétiques, les biotechnologies, l'imagerie par résonance magnétique, la séparation magnétique, ou le stockage de données [22-23].

Dans le tableau de Mendeleïev le Ni et le Fe sont deux éléments chimiques proches l'un de l'autre ce qui implique des propriétés physiques et chimiques similaires, (Tableau.I.4) cela expliquent en partie le diagramme de phase très simple du NiFe.

**Tableau I.3.** Propriétés physiques du Fer et du Nickel.

	Fe	Ni
<b>Configuration électronique</b>	<b>3d6 4s2</b>	<b>3d8 4s2</b>
<b>Réseau cristallin</b>	<b>Cc</b>	<b>Cfc</b>
<b>Numéro atomique (Z)</b>	<b>26</b>	<b>28</b>
<b>Rayon métallique (Å)</b>	<b>1.27</b>	<b>1.24</b>
<b>Point de fusion (°C)</b>	<b>1553</b>	<b>1453</b>
<b>Dilatation thermique 20 °C (10<sup>-6</sup>/°C)</b>	<b>12</b>	<b>13</b>
<b>Résistivité à 20 °C (10<sup>-8</sup> Ωm)</b>	<b>10</b>	<b>7.8</b>
<b>Température de Curie (°C)</b>	<b>770</b>	<b>350</b>
<b>Moment magnétique (μB)/atome</b>	<b>2.274</b>	<b>0.6</b>
<b>Aimantation à saturation (emu/g)</b>	<b>218</b>	<b>54.39</b>

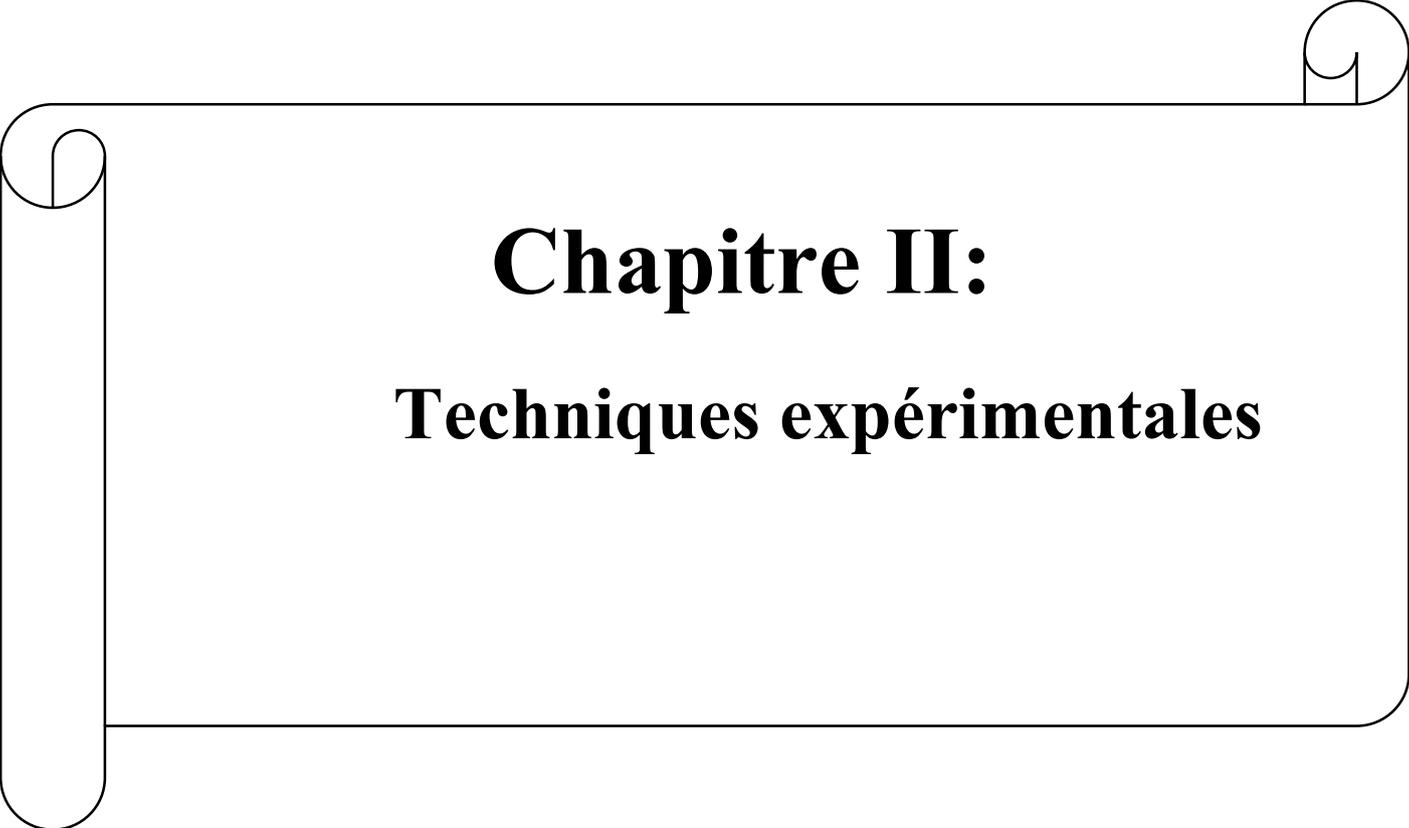
Les alliages avec une teneur en nickel en dessous de 27 % en masse se présentent sous une structure cubique centrée, pour des teneurs en nickel plus élevées, la structure est cubique faces centrées [23].

### I.4. L'état de l'art des alliages Ni-Fe :

Dans ce qui suit nous allons citer certains des travaux récents qui traitent des couches minces Ni<sub>75</sub>Fe<sub>25</sub>, lors de cette recherche bibliographique. On peut citer les travaux de A. S. Dzhumaliev et al [24] ont déposé des couches minces NiFe sur un substrat par pulvérisation magnétron pour des épaisseurs allant de 30 à 340 nm. Ils ont démontré que les films déposés à la température ambiante

du substrat présentés une texture (111) qui est raffinée sous une tension de polarisation négative. Le dépôt de films sur un substrat a chauffé à une température de 440 ~ 640 K entraîne la formation de NiFe révélé une texture préférentielle selon la direction (200). A. Guittoum et al. [25] ont trouvé une forte orientation préférentielle suivant la direction (111) pour des films de NiFe évaporé sur Si (1 1 1). Cependant, les résultats trouvés par S. Singh et al. [26] montrent que la texture des bicouches de Ni/Cu déposées sur des substrats de Si (111) et Si (100) est suivant la direction (111). J. Singh et al. [27] ont déposé des couches minces de Ni<sub>76</sub>Fe<sub>24</sub> sur un substrat de Si monocristal ayant des épaisseurs de 100 à 120 nm par pulvérisation cathodique DC magnétron. Les auteurs ont observé une orientation préférentielle dans la direction <111>. On peut également citer les travaux de Apparao R. Chavan et al [28] qui ont utilisé la technique de pyrolyse par pulvérisation chimique pour déposer des couches minces de ferrite de nickel (NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) sur des substrats de verre. Les films recuits ont été caractérisés par diffraction des rayons X (XRD), le champ microscopie électronique à balayage (FE-SEM). L'analyse du diagramme DRX a révélé la formation d'une structure cubique monophasée et le NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> est orienté dans le plan (311). Les micrographies FE-SEM montrent que la taille des grains augmente avec l'augmentation de la température de recuit et qui varie entre 19 et 28 nm, ce qui confirme la nature nanocristalline du produit préparé. Aussi les travaux de Z. Bazhan et al [29] ont utilisé le verre comme substrat pour déposer la ferrite de nickel nanostructure (NF) en utilisant la méthode sol-gel, les échantillons ont été étudiés à l'aide d'outils analytiques. Les échantillons sont caractérisés par le DRX et l'AFM.

Cette recherche bibliographique nous a permis de constater que les propriétés structurales et magnétiques, sont liées à la méthode et aux conditions d'élaboration des couches minces NiFe

A decorative border resembling a scroll, with a vertical strip on the left and a horizontal strip at the top, both featuring rounded ends and a small scroll-like detail at the corners.

# **Chapitre II:**

## **Techniques expérimentales**

Dans ce second chapitre, nous commençons par une présentation de la technique d'élaboration et de préparation des échantillons et traite des divers dispositifs de caractérisations utilisés durant ce travail : présentons la diffraction des rayons X en incidence rasante pour la caractérisation structurale et la technique de magnétomètre à échantillon vibrant (VSM) pour la caractérisation magnétique.

### II.1. Dépôt par évaporation thermique :

Il existe plusieurs méthodes d'évaporation plus ou moins complexes dont la plus simple est l'évaporation par effet Joule. Dans ce cas, le matériau à déposer (la cible) est placé dans un creuset et chauffé jusqu'à évaporation. Le processus se fait sous un vide secondaire pour que les atomes évaporés ne subissent aucune collision. Le matériau ainsi évaporé par la suite de déposer sur le substrat placé en vis-à-vis de la cible. Cette technique consiste à évaporer le matériau à déposer en le portant à une température suffisante. Dès que la température de liquéfaction est dépassée, il se trouve que la pression de vapeur du matériau est sensiblement supérieure à celle résiduelle dans l'enceinte. Alors des atomes du matériau s'échappent et se propagent en ligne droite jusqu'à ce qu'ils rencontrent un obstacle. Cette rencontre peut être le fait soit d'une surface solide (substrat, paroi de l'enceinte) soit d'un atome ou d'une molécule se déplaçant dans l'espace. Dans le cas de rencontre d'une surface, il y aura séjour de l'atome sur la surface avec échange d'énergie et si la surface est sensiblement plus froide que l'atome il y a condensation définitive. La rencontre d'une molécule résiduelle se traduit généralement par une déviation de l'atome d'évaporant. Il apparaît donc qu'il est indispensable que la pression dans l'enceinte soit suffisamment faible pour que la probabilité de rencontre d'un atome résiduel soit quasi nulle. Cela est réalisé dans les systèmes courants dès que la pression est de l'ordre de  $10^{-6}$  Torr car alors le libre parcours moyen d'un atome dans l'enceinte est statistiquement supérieur aux dimensions de celle-ci. Le principal point faible de cette technique est la nécessité d'utiliser une puissance suffisante pour mettre en vapeur les composés les plus réfractaires. De plus, l'énergie des particules arrachées à la source est relativement faible.

Ce type d'évaporation consiste à déposer le matériau désiré par évaporation par un filament, nacelle ou creuset, généralement fabriqué à basse des métaux réfractaire (tungstène, tantale, molybdène ou en alumine) dans une chambre sous vide de l'ordre  $10^{-6}$  à  $10^{-7}$  torr. La nacelle est ensuite portée à haute température par effet Joule. Les grains fondent puis le métal s'évapore. La vitesse de dépôt dépend de la température de la source, de la distance entre le creuset et le substrat mais aussi du coefficient de collage des espèces évaporées sur le substrat. Elle varie classiquement de 1 nanomètre par minute à 10 micromètres par minute.

Parmi les avantages de cette technique, on cite :

- Vitesse de dépôt élevée (de 1 nm/min à 10 $\mu$ m/min).
- Méthode simple d'utilisation.
- Haute pureté des matériaux.

- Adapté aux applications électriques et optiques.
- Bon pouvoir de recouvrement.

Les inconvénients liés à cette technique sont :

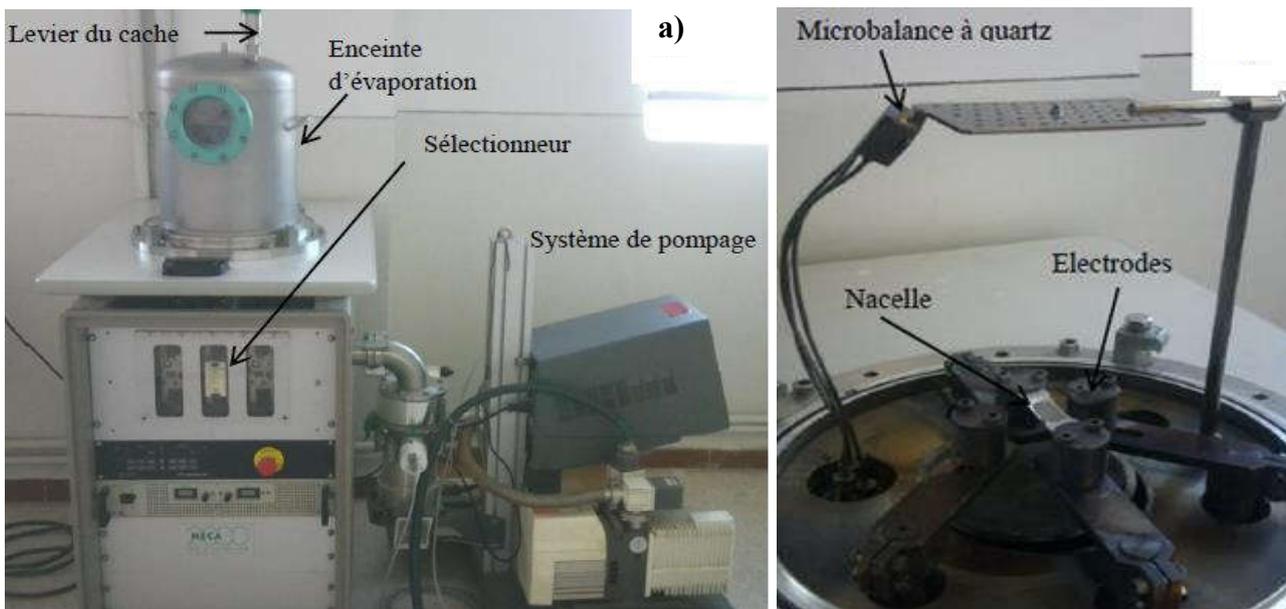
- La contamination potentielle par la nacelle elle-même.
- La limite sur l'épaisseur de la couche déposée étant donnée la faible quantité de métal pouvant être déposée dans la nacelle.

### II.1.1. Les substrats utilisés :

Les substrats sont sous forme des plaquettes de silicium commercialisés, d'épaisseur 500  $\mu\text{m}$  et de 1 $\text{cm}^2$  d'aire polie sur une seule face, leur orientation (111) et une résistivité est de 1  $\Omega\text{m.cm}$ .

### II.1.2. Nettoyage de la chambre de travail et des substrats :

Les processus de nettoyage jouent un rôle préalable sur la morphologie de surface et la précision des résultats obtenus. Le nettoyage des substrats (Si) se fait par une procédure purement chimique. On utilise les produits suivants : le méthanol, l'acide fluorhydrique, l'acétone et l'eau distillée. A la fin de chaque étape, les substrats sont rincés à l'eau dé ionisée, séchés avec un jet d'azote et stockés sous vide jusqu'à leur utilisation.



**Figure II.1.** Appareillage utilisé pour l'élaboration des couches minces de Py par voie physique : a) Evaporateur MECA 2000, b) intérieur de la chambre de dépôt[30].

Le système de pompage est constitué d'une pompe primaire de marque ALCATEL model Pascal 2015SD, d'une pompe turbo-moléculaire ALCATEL mode ATP (150) et d'un contrôleur de vide pour mesurer la pression dans l'enceinte de type+ ALCATEL model 600 T.

## II.2. Méthodes de caractérisation structurales :

### II.2.1. Diffraction des rayons X en incidence rasante :

L'intérêt grandissant pour l'analyse structurale de surface ou d'une certaine épaisseur proche de la surface d'un matériau a permis l'essor depuis quelques années de la diffraction des rayons X en incidence rasante (GZXD - Grazing Incidence X-Ray Diffraction) en anglais [31,32]. Plus particulièrement, cette technique non destructive a ouvert de nouvelles perspectives dans l'étude des modifications de la structure cristalline de surfaces d'aciers [33], dues au processus d'implantation ionique, notamment dans le but de comprendre l'influence de ces modifications sur les propriétés tribologiques des aciers. La diffraction des rayons X en incidence rasante permet de déterminer la distribution en profondeur des différentes phases cristallines composant la surface d'un solide, et ceci en faisant varier la pénétration des rayons X avec l'angle d'incidence. Le développement de cette technique [34,35] est en fait largement dû aux possibilités offertes par le rayonnement synchrotron (source intense de photons, longueur d'onde accordable, faible divergence du faisceau, ...), mais bien que soumise à de fortes limitations, l'utilisation en laboratoire est possible, particulièrement dans le cas des échantillons poly cristallins obtenus par traitement de surface ou par dépôt.

Pour les analyses plus poussées des films minces texturés un diffractomètre du type Bruker 4-cercle (D8 Discover) a été utilisé en géométrie Bragg Brentano ( $\theta$ - $2\theta$ ). Dans une telle configuration, l'échantillon est fixe, le tube à rayons X et le détecteur bougent.

Le diffractomètre est équipé d'un tube à rayons X avec une source ponctuelle scellé au cuivre et longueur d'onde  $\lambda = 0,15406$  nm). Les mesures de GIXRD ont été réalisées à l'aide d'un balayage du détecteur sous l'angle d'incidence rasante de  $0,5^\circ$ .

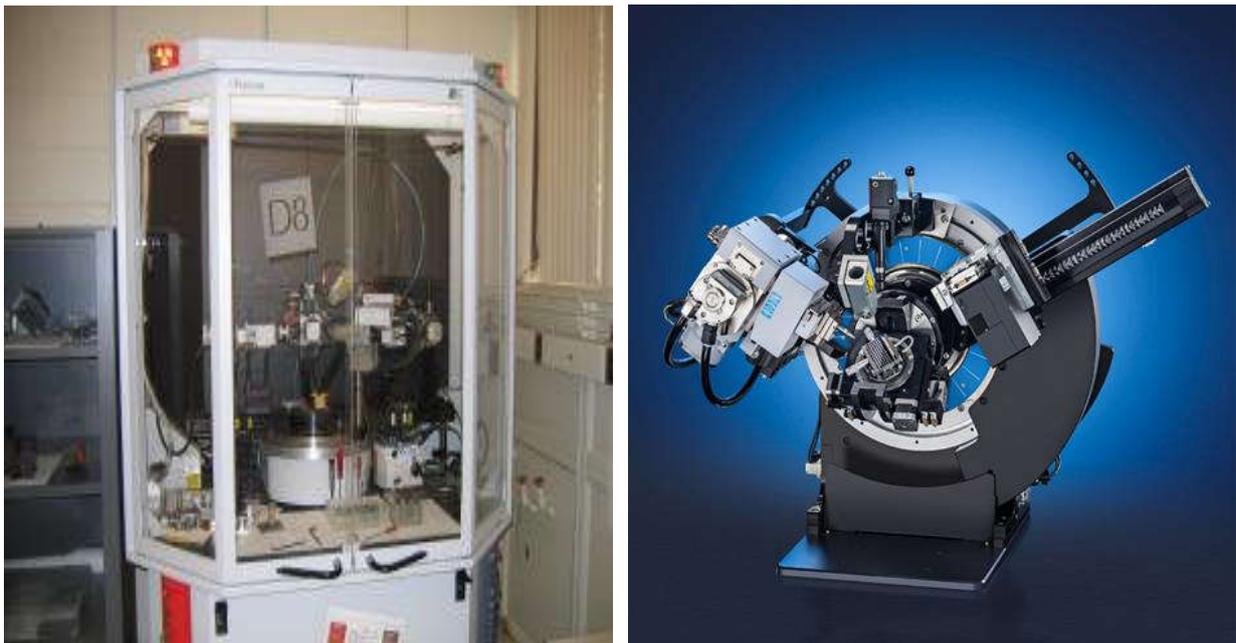


Figure II.2. Diffractomètre du type Bruker 4-cercle (D8 Discover).

**II.2.1.1. Principe de diffraction des rayons X:**

L'intérêt d'une technique d'analyse de surface, se mesure à sa capacité à isoler les contributions superficielles des contributions de profondeur du matériau. Dans le cadre des rayons X, nous pouvons faire varier la profondeur sonde entre quelques nanomètres et quelques micromètres en ajustant l'angle d'attaque  $\alpha$  des rayons X sur la surface du solide à analyser. Ainsi parce que l'indice de réfraction des solides dans la gamme des rayons X à faiblement inférieur à l'unité (écart de  $10^{-5}$  -  $10^{-6}$ ), une réflexion spéculaire ou quasi-totale apparait pour des angles d'incidence de quelques dixièmes de degré. A de tels angles, l'onde transmise est évanescente et sa profondeur de pénétration est très faible (quelques nanomètres, dépendant du matériau et de la longueur d'onde des rayons X), mais celle-ci augmente très rapidement dès que l'angle d'incidence s'éloigne de cette valeur critique  $\alpha_c$  de réflexion totale [36].

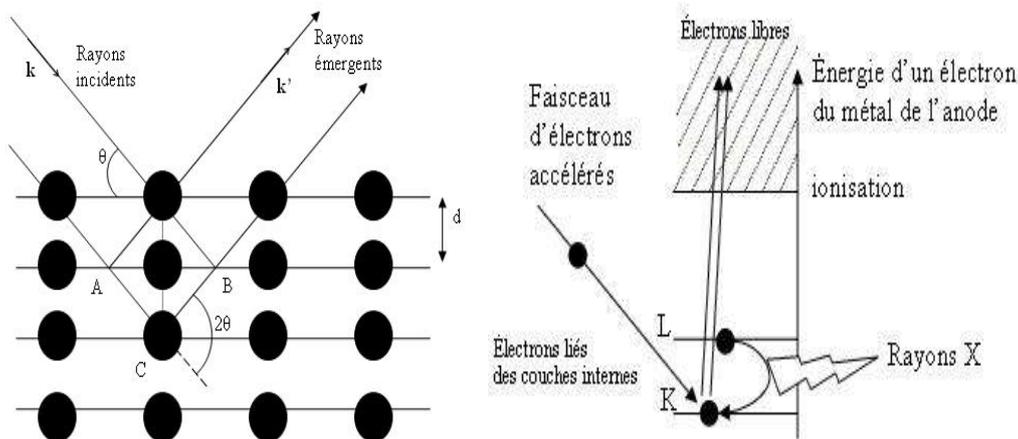
**II.2.1.2. Loi de Bragg :**

Si l'on calcule les directions dans lesquelles on a du signal, on s'aperçoit que l'on obtient une loi très simple: si l'on trace des plans imaginaires parallèles passant par les atomes, et si l'on appelle (d) la distance entre ces plans ou « distance inter réticulaire », alors les interférences sont constructives si :

$$2 d_{hkl} \cdot \sin\theta_{hkl} = n \cdot \lambda \tag{II.1}$$

Où  $d_{hkl}$ : est la moitié de la déviation, (n) est un nombre entier appelé « ordre de diffraction », et ( $\lambda$ ) est la longueur d'onde des rayons X (souvenez- vous que l'on travaille en monochromatique), C'est la loi de Bragg.

Si le faisceau de rayons [7,8] qui éclaire l'échantillon est ponctuel (ou tout du moins est un cylindre), il y a alors une symétrie de révolution autour de l'axe du faisceau. Les rayons diffractés forment donc des cônes dont l'axe est le faisceau incident. Dans le cas d'une chambre de Debye qui impressionne le film sont les traces de ces cônes.



**Figure II.3.** Schéma présente le principe de diffraction du rayon x.

### II.3. Méthodes de caractérisation magnétiques :

Pour l'étude des propriétés magnétiques d'un matériau ferromagnétique (cycle d'hystérésis, température de Curie...) plusieurs techniques de caractérisations magnétiques ont été utilisées. Dans ce travail, pour les couches minces de NiFe, nous avons utilisé le magnétomètre à échantillon vibrant (VSM).

### II.4. Magnétomètre à échantillon vibrant (VSM) :

Le VSM (également appelé le système de de MicroSence EV7) leur subtilité est ( $10^6$  emu), utilisé pour la mesure des propriétés magnétiques de base des matériaux magnétiques. Tels que l'hystérésis boucle des matériaux, la courbe de magnétisation, la courbe de réchauffement, le réchauffement / refroidissement courbe, courbe de refroidissement et les variations de la température que le temps s'en va, alors nous obtiendrons des paramètres magnétiques telles que la résistance de l'aimantation saturée, la force gauche de l'aimantation, la force coercitive, le maximum de produit de l'énergie magnétique, la température de Curie et la conductivité magnétique (la conductivité magnétique initial est inclus). Il peut également mesurer les matériaux magnétiques, tels que de la poudre, les particules, les films, le liquide et le massif.

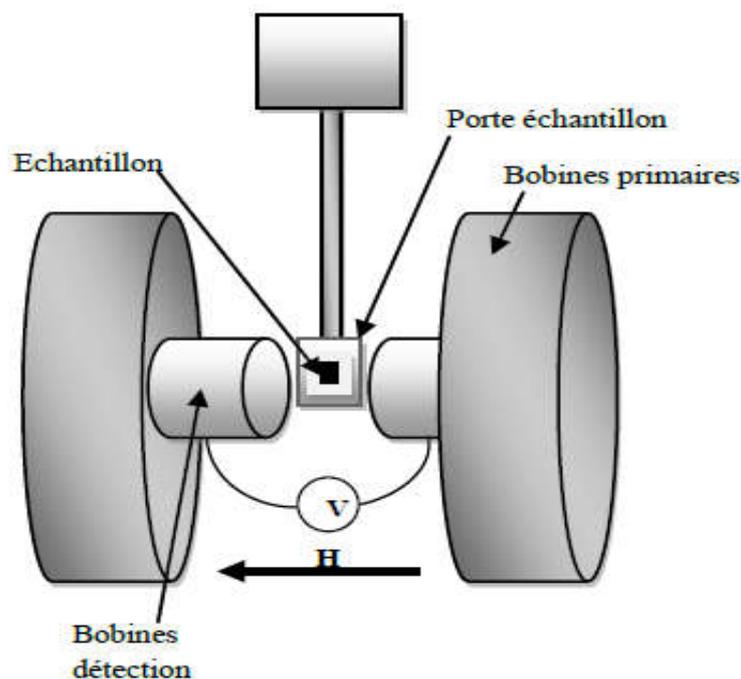


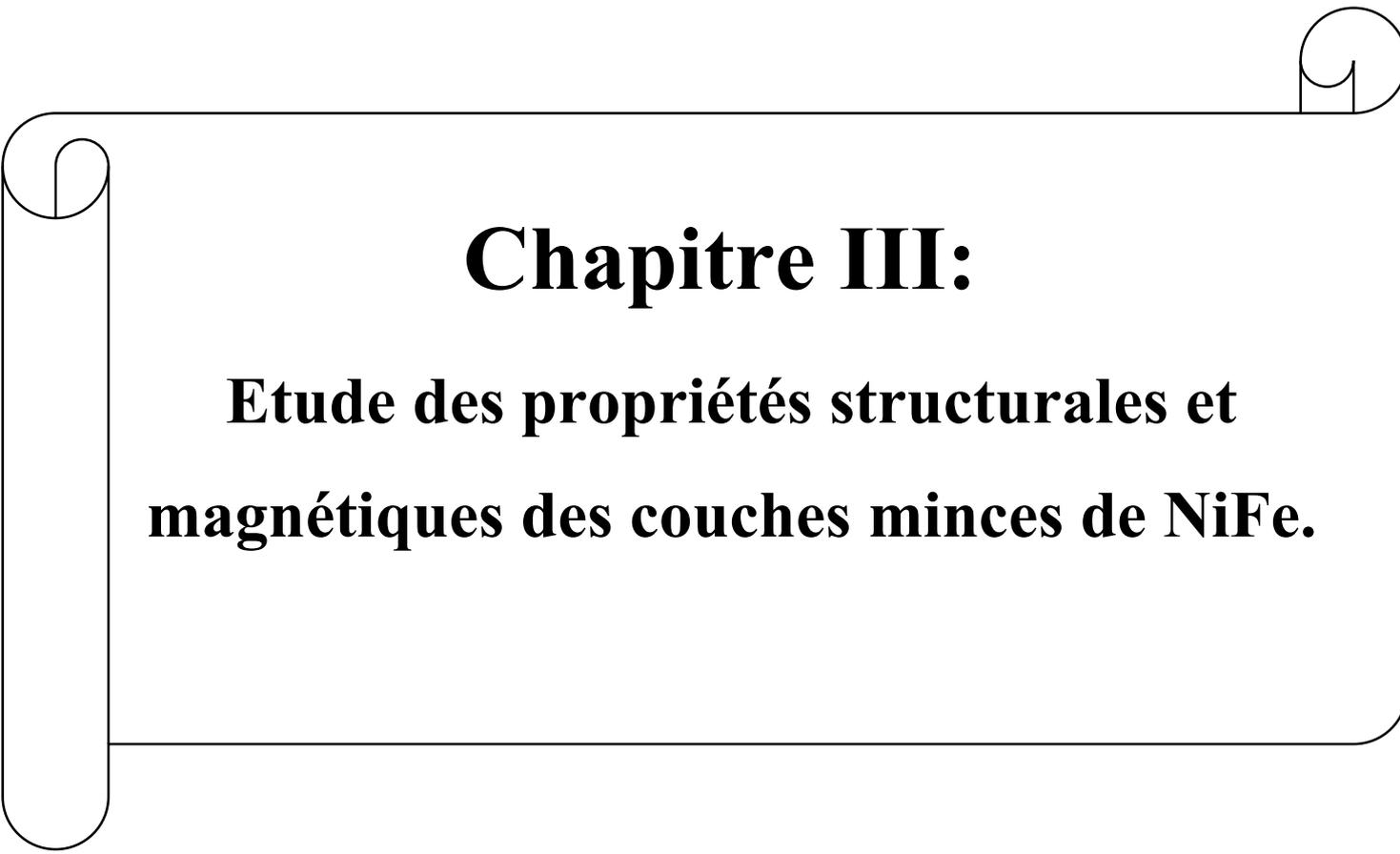
Figure II.4. Schéma du système de vibration[6].

#### II.4.1. Le principe :

Le magnétomètre à échantillon vibrant EZ7 peut atteindre des champs allant jusqu'à 21,5 kOe dans un espace échantillon de 4 mm et des champs supérieurs à 17,5 kOe avec la chambre de température en place. Le faible bruit de champ inférieur à 5 mOe RMS en fait le VSM électro-aimant le plus approprié pour les mesures à faible coercivité, mais le système convient également pour les échantillons à forte coercivité en raison de son champ maximal élevé. Le champ alternatif oscille à la fréquence de résonance du système tige-échantillon (entre 100 Hz et 1 kHz), ce qui crée une force alternative sur l'échantillon, proportionnelle au produit du moment magnétique de l'échantillon et du gradient du champ. Ce modèle VSM peut mesurer des échantillons de liquide, de poudre, de solide, en vrac et à couche mince et est fourni avec des porte-échantillons pour tous ces types d'échantillons. Les excellentes performances à faible bruit du monde réel font de ce VSM un excellent choix pour les échantillons avec un moment magnétique faible.

En raison de la conception très efficace de l'alimentation en énergie des aimants, aucun refroidissement par eau n'est nécessaire pour l'électronique et, comme l'électro-aimant n'a besoin que de refroidissement par eau pour fonctionner à des champs élevés, le VSM peut fonctionner à un cycle de fonctionnement moyen refroidisseur d'eau. Pour de nombreuses mesures, cela élimine une source de bruit acoustique de l'environnement de laboratoire. En outre, la suppression du refroidissement par eau de l'électronique à haute puissance rend ce système intrinsèquement plus sûr que les conceptions d'alimentation à refroidissement par eau.

Le système comprend toutes les options nécessaires à l'exécution, y compris le logiciel Easy VSM, facile à utiliser pour des mesures simples mais suffisamment puissant pour les mesures les plus compliquées imaginables.

A decorative border resembling a scroll, with rounded corners and a vertical strip on the left side that also has rounded ends. The border is drawn with a thin black line.

# **Chapitre III:**

**Etude des propriétés structurales et  
magnétiques des couches minces de NiFe.**

Dans ce chapitre, nous présentons les résultats expérimentaux d'élaboration des couches minces de NiFe, déposées par une méthode en voie physique en phase vapeur « évaporation thermique » qui baser sur le principe de l'effet de joule, sur un substrat de silicium. Il traite de l'influence de l'épaisseur de la couche déposée sur un substrat de Si, les différentes propriétés « structurales et magnétiques » des films NiFe. Les propriétés structurales ont été étudiées par Réflectivité de Rayon X et Diffraction des Rayons X, les propriétés magnétiques par le magnétomètre à échantillon vibrant (VSM).

### III.1. Le mécanisme d'élaboration :

On va déposer des couches minces Ni<sub>75</sub>Fe<sub>25</sub>, à partir des poudres de taille nanométrique par la méthode de l'évaporation thermique qui principalement baser sur l'effet joule à l'aide d'un évaporateur de marque MECA 2000, consiste un système de vide qui contient une pompe primaire et secondaire (turbot moléculaire), on peut atteindre le vide créée dans l'enceinte jusqu'à 10<sup>-6</sup> mbar, et déposer nos couche avec une vitesse de 1 Å/s, sur des substrat de silicium d'une orientation cristallographie (111) avec différentes épaisseurs (50nm, 120nm, 250nm) pour étudier l'effet d'épaisseur déposé sur substrat (Si), sur les propriétés structurales et magnétiques de la couche Ni<sub>75</sub>Fe<sub>25</sub> (voir le chapitre II).

### III.2. Méthodes de caractérisation :

Plusieurs méthodes utilisent pour la caractérisation des films NiFe, parmi les méthodes des caractérisations structurales on a utilisé la technique de diffraction du rayon X pour étudier l'évolution structural par les calculs du paramètre de maille, l'évolution de la taille des grains et la microdéformation en fonction du l'épaisseur. La caractérisation magnétique sera faite par le (VSM) magnétomètre à échantillon vibrant à la température ambiante dont le but d'étudier l'évolution du l'aimantation à saturation (M<sub>s</sub>) et le champ coercitif (H<sub>c</sub>) en fonction du l'épaisseur.

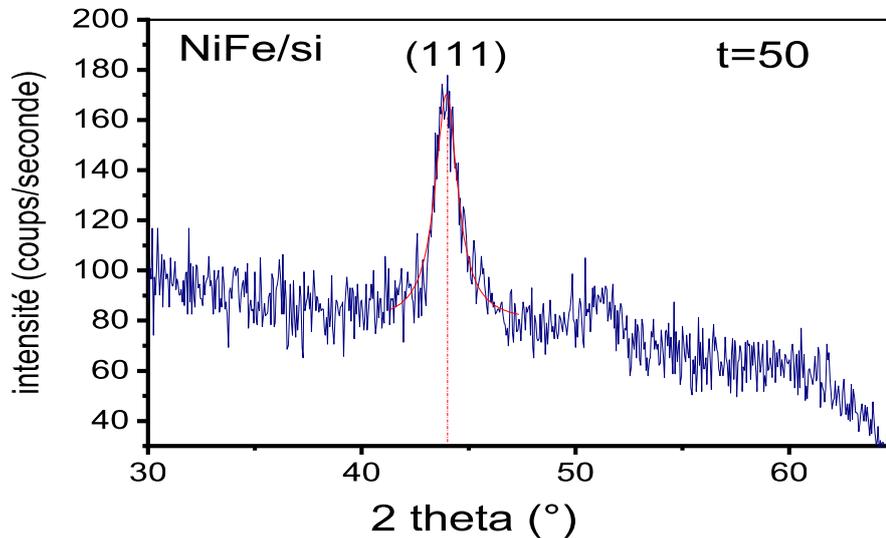
#### III.2.1. Caractérisations structurales des couches minces Ni<sub>75</sub>Fe<sub>25</sub> :

##### III.2.1.1. Analyse structurale par diffraction des rayons X en incidence rasante:

L'analyse des propriétés structurales des couches minces déposée sur substrat de silicium a été effectuée par diffraction des rayons X en incidence rasante ( $\theta$ ,  $2\theta$ ), pour ce faire nous avons utilisé un angle d'incidence de 0,3°. Nous avons balayé une gamme angulaire entre 30° et 70° avec un pas de 0,05°, où les courbes suivantes sont montrées les spectres de XRD de couche mince Ni<sub>75</sub>Fe<sub>25</sub> déposé sur substrat de Si (111). Les figure III. 2 et 3 montrent les diffractogrammes des couches minces Ni<sub>75</sub>Fe<sub>25</sub> de différentes épaisseurs (50nm, 120 et 250 nm) déposées sur silicium. L'analyse de ces spectres permet de donner les différentes informations sur la structure cristalline de nos échantillons (paramètre de maille  $a$  (Å), déformation  $\varepsilon$  (%) et taille moyenne des grains  $D$  (nm)).

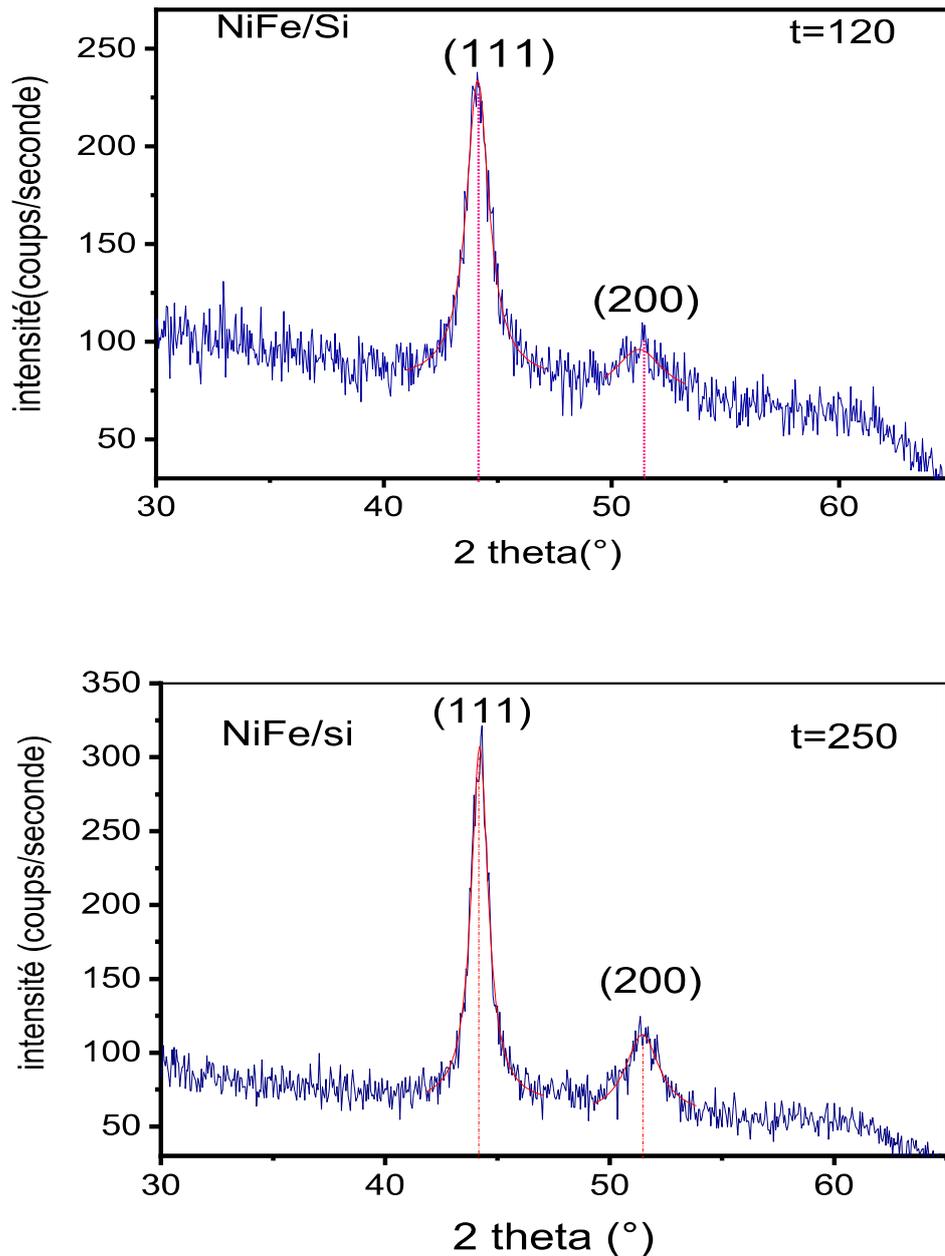
La figure III.1 représente diffractogramme de couche mince déposé sur un substrat de (Si). Pour l'échantillon d'épaisseur 50 nm, nous avons observé la présence d'un seul pic, ce pic situé à  $2\theta =$

$43.83^\circ$  a été indexé sur la fiche ASTM comme étant le pic (111) de la structure cubique à faces centrées (CFC) de l'alliage NiFe [37]. Les films présentent une orientation préférentielle selon la direction  $\langle 111 \rangle$ .



**Figure III.1.** Exemples de spectres de la diffraction des rayons X du système NiFe/Si pour épaisseur 50 nm.

Les diffractogrammes des couches minces avec des épaisseurs plus épais 120nm et 250 nm, présentent deux pics situés à la position  $51.48^\circ$  et de  $2\theta = 44.24^\circ$  qui ils augmentent en intensité avec l'augmentation de l'épaisseur (voir la figure III.2.). Ces pics ont été identifiés sur la fiche ASTM comme étant les pics (111) et (200) de la phase CFC de  $\text{Ni}_{75}\text{Fe}_{25}$  respectivement. Afin de déterminer la texture de couche mince NiFe déposé sur le substrat de (Si), nous avons calculé les rapports des intensités des pics par rapport au pic le plus intense ( $I(200) / I(111)$ ). La valeur de rapport obtenu montre que ce système a une orientation polycristallin. Nous avons conclu que pour ce présent travail, l'épaisseur influence considérablement sur la structure cristalline des couches minces de  $\text{Ni}_{75}\text{Fe}_{25}$  [38].



**Figure III.2.** Exemples des spectres de la diffraction des rayons X du système NiFe/Si : (a)  $t = 120$  nm, (b) 250 nm.

Par ailleurs, l'affinement des diffractogrammes révèle la présence d'une seule phase relative au NiFe (cfc). Ce résultat confirme la pureté des échantillons élaborés.

À titre de comparaison, nous citons les travaux de A. Kaibi et al. [38] ont trouvé une forte orientation préférentielle suivant la direction  $\langle 111 \rangle$  pour des films de NiFe évaporé sur Si (1 1 1). Aussi les résultats trouvés par S. Singh et al. [26] montrent que la texture des bicouches de Ni/Cu déposées sur des substrats de Si (111) et Si (100) est suivant la direction (111). On peut citer aussi les travaux de S. K. Ghosh et al. [39] sur le système Ni/Cu déposé sur des substrats en acier inoxydable

(AISI SS 304), montrent une texture suivant la direction  $\langle 111 \rangle$ . Ces résultats sont en bon accord avec nos résultats.

**a) Evolution du paramètre de maille :**

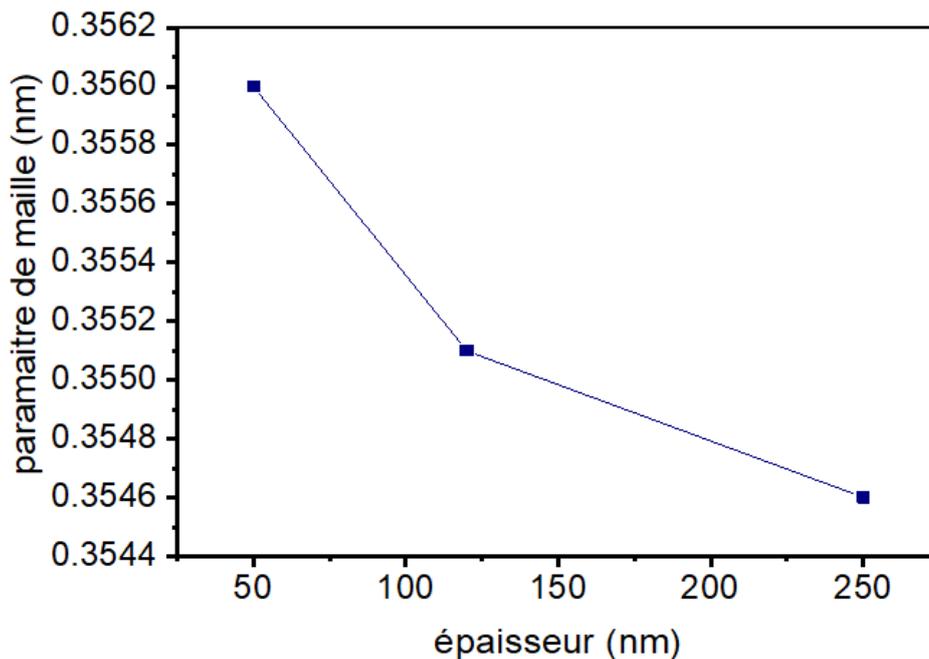
Le paramètre de maille est un facteur important qui permet d'avoir des renseignements sur l'état des contraintes exercées sur la couche mince.

Le paramètre de maille est calculé à partir d'une relation entre la distance inter réticulaire et les indices de Miller (h, k, l). Dans notre étude, les couches minces  $\text{Ni}_{75}\text{Fe}_{25}$  d'une structure cubique centrée (CFC), donc nous pouvons calculer le paramètre de maille à partir de cette formule [1]:

$$a = d_{h,k,l} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad (\text{III.1})$$

Avec : a (Å) est le paramètre de maille,  $\lambda$  est la longueur d'onde des rayons X ( $\lambda_{\text{Cu}} = 1.5406 \text{ \AA}$ ),  $\theta$  est l'angle de diffraction, et (hkl) sont les indices de Miller.

Nous avons montré dans la figure III.3, l'évolution du paramètre de maille a (nm) en fonction de l'épaisseur t, du film de  $\text{Ni}_{75}\text{Fe}_{25}$  déposés sur substrat de Si.



**Figure III.3.** Evolution du paramètre de maille en fonction de l'épaisseur.

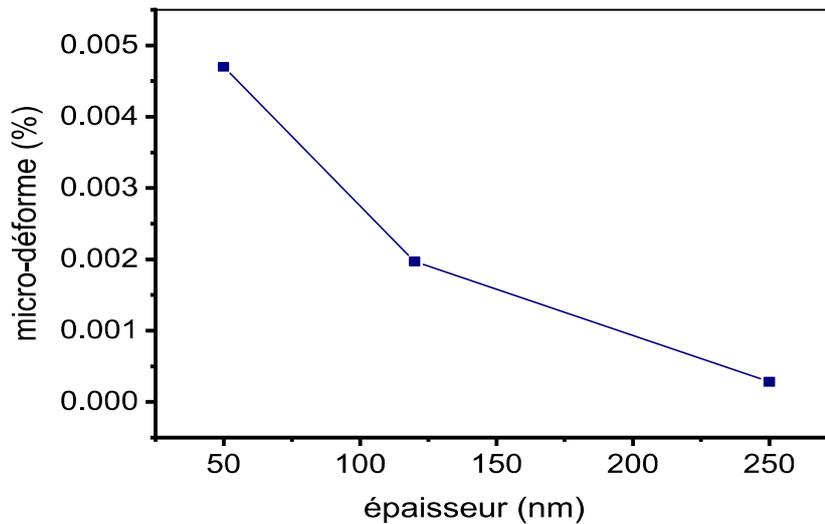
Nous avons remarqué que le paramètre de maille diminue d'une façon monotone avec l'augmentation de l'épaisseur. Nous avons montré que les valeurs de paramètre de maille à (Å) passe de  $3.5610 \pm 0.0015 \text{ \AA}$  à  $3.5461 \pm 0.0003 \text{ \AA}$  pour les épaisseurs de 50nm à 250nm. Les valeurs du paramètre de maille obtenues pour les couches minces de  $\text{Ni}_{75}\text{Fe}_{25}$  supérieure à celle de  $\text{NiFe}_{\text{massif}}$ . Notons que la valeur du paramètre de maille de  $\text{NiFe}_{\text{massif}}$  est égale à  $3.545(3) \text{ \AA}$ . La diminution du paramètre de maille indique que le réseau subit une contrainte de compression [38].

**b) Mesure du micro déformation :**

A partir des valeurs du paramètre de maille, nous avons calculé la déformation  $\varepsilon$ , défini par cette formule [38]:

$$\varepsilon = \frac{a - a_{\text{massif}}}{a_{\text{massif}}} \quad (\text{III.3})$$

La figure III. 4 représente l'évolution de  $\varepsilon$  (%) pour les couches minces de permalloy en fonction de l'épaisseur, Nous avons remarqué que toutes les valeurs de la déformation sont positives et passent de 0.47% à 0.19% et 0.02% pour les épaisseurs 50 nm, 120 nm et 250 nm respectivement.



**Figure III.4.** Evolution de la déformation des films de NiFe en fonction de l'épaisseur.

Les valeurs positives de la déformation des films indiquent que le réseau subit une contrainte de dilatation [38]. Notons que V. Volkov et al. [40] ont élaboré des couches minces de Ni/Si, par deux techniques, pulvérisation magnétron (RF) et évaporation par bombardement électronique. Les auteurs ont obtenu un paramètre de maille  $a = 3.61 \text{ \AA}$  (avec une valeur de la déformation de 2.4 %) à  $t = 3.2 \text{ nm}$  et  $3.57 \text{ \AA}$  (avec une valeur de la microdéformation de 1.3 %) à  $t = 5 \text{ nm}$ . On peut également citer M. Yu et al. [41] qui ont obtenu les valeurs de  $a = 3.5245 \text{ \AA}$  (avec une valeur de la microdéformation de 0.015 %) pour des couches minces de Ni/SiO<sub>2</sub>/Si préparées par pulvérisation magnétron DC à  $t = 200 \text{ nm}$ . Y. Yang et al. [42] ont déposé des couches minces NiFe sur des substrats de SiO<sub>2</sub>/Si par la pulvérisation magnétron DC, montrent une valeur de la microdéformation égale à 0.15 % pour  $t = 280 \text{ nm}$  [6].

**c) Evolution de la taille moyenne des grains :**

La taille moyenne des grains,  $D$  (nm), a été calculée à partir des spectres de la diffraction des rayons X relatifs aux différentes épaisseurs.

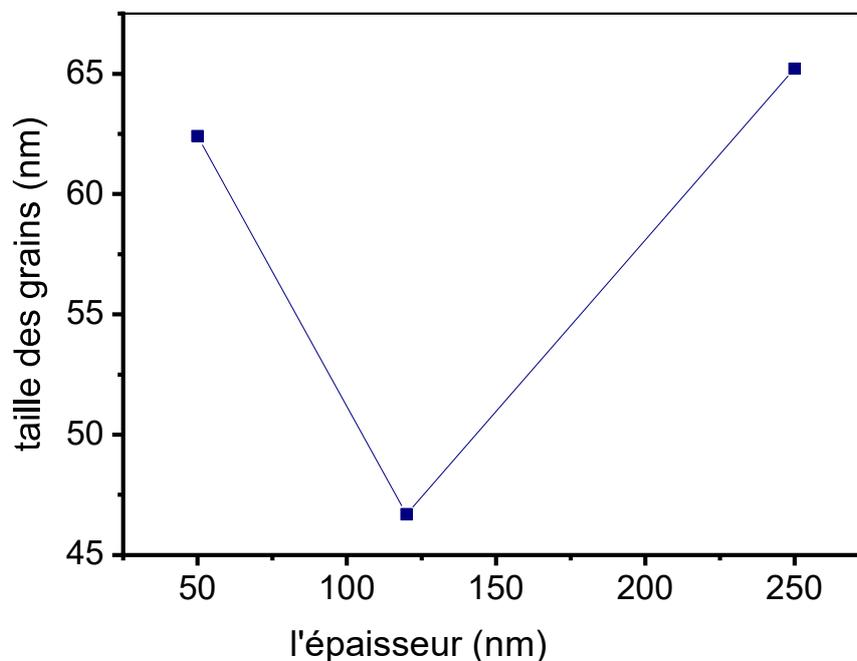
La taille moyenne des grains été calculée à l'aide de la relation de Scherrer par la relation suivante:

$$Dnm = \frac{K.\lambda}{\beta_l.\cos\theta} \quad (\text{III.4})$$

L'affinement des profils des raies de diffraction X et la largeur à mi-hauteur an anglais (FWHM : full width at half maximum)  $\beta$ , des raies spectrales ont été déterminée pour tous les pics de diffraction pour chaque échantillon, à l'aide de la fonction de Lorentz incluse dans l'origine.

Avec : K est la constante de Scherrer (ici K = 0.9),  $\lambda$  est la longueur d'onde de la raie  $K_{\alpha 1}$  du rayonnement X,  $\theta$  est l'angle de diffraction, et  $\beta$  est la largeur à mi-hauteur (FWHM : full width at half maximum).

La figure III.5. Représente l'évolution de la taille moyenne des grains D (nm) en fonction de l'épaisseur.

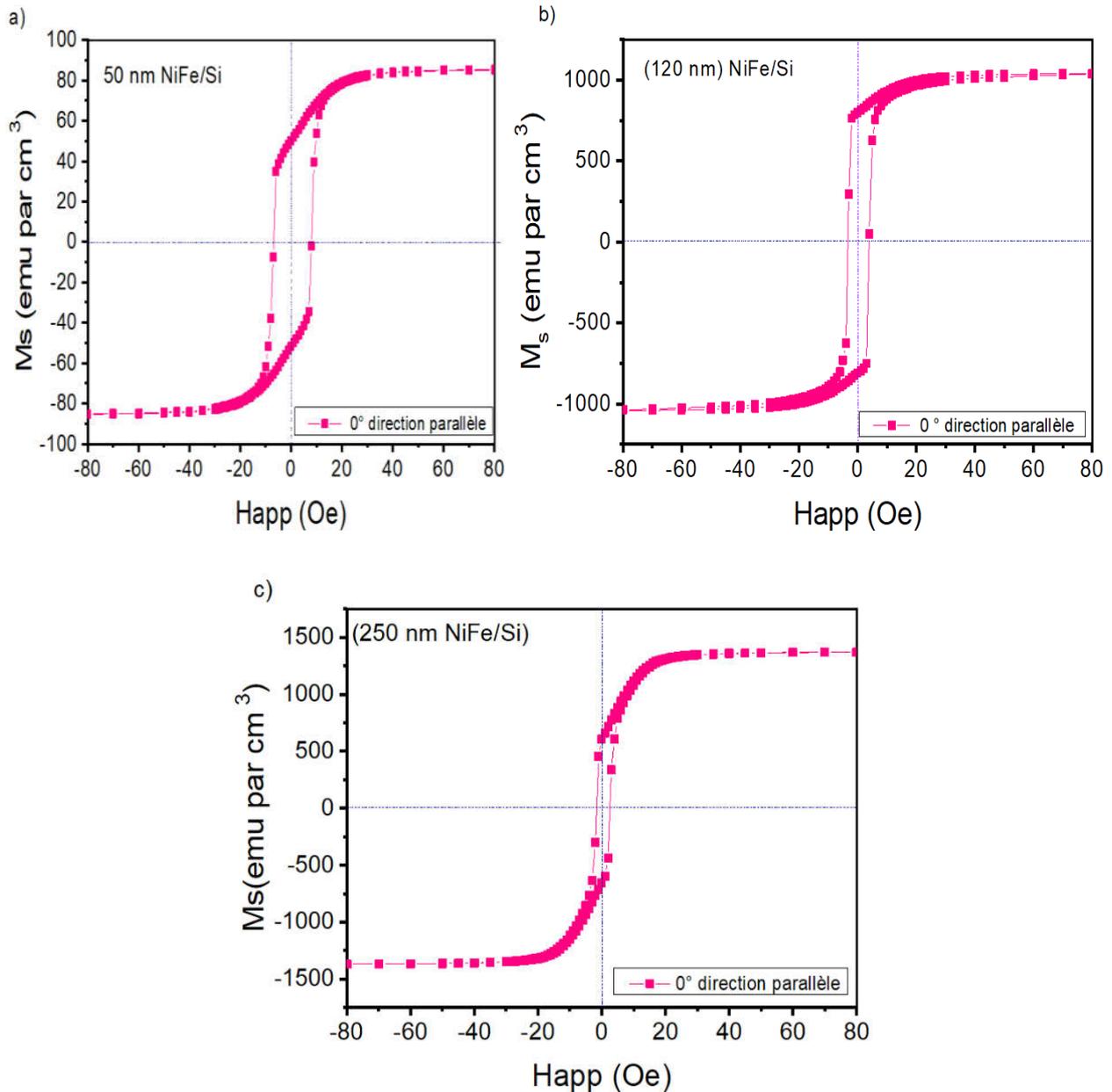


**FigureIII.5.** Evolution de la taille moyenne des grains D (nm) en fonction de l'épaisseur de la couche NiFe/Si.

On observe une diminution de la taille de grains avec l'augmentation de l'épaisseur [38]. La valeur de départ de la taille des grains D, est égale à  $63.1023 \pm 0.065 \text{ nm}$ , cette valeur est notée pour une épaisseur de  $t=50 \text{ nm}$ , alors que la valeur minimale est égale à  $46.647 \pm 0.1924 \text{ nm}$  est marquée pour  $t=120 \text{ nm}$ . Cette diminution est suivie par une augmentation jusqu'à  $66.201 \pm 0.1031$  pour épaisseur de  $t=250 \text{ nm}$ . A titre de comparaison. A. M. Thron et al. Et al [43] ont trouvé une taille des grains varie de 15 et 76 nm pour les couches minces de Ni/Si préparées par la pulvérisation magnétron DC. Cette gamme des tailles est inférieure à celle que nous avons trouvée dans ce travail.

### III.2.2. Caractérisations magnétiques des films $\text{Ni}_{75}\text{Fe}_{25}$ :

Le but de cette étude est d'observer l'effet l'épaisseur de couches minces NiFe sur les propriétés magnétiques. Pour étudier ces propriétés magnétiques, nous avons utilisé magnétomètre à échantillon vibrant (VSM). Les courbes d'hystérésis obtenues, en appliquant un champ magnétique parallèle au plan du film pour tous les échantillons sont représentés sur la figure III.6. Les mesures magnétiques sont faites dans la gamme du champ magnétique appliqué ( $H_{app}$ ) de - 80Oe à 80Oe.



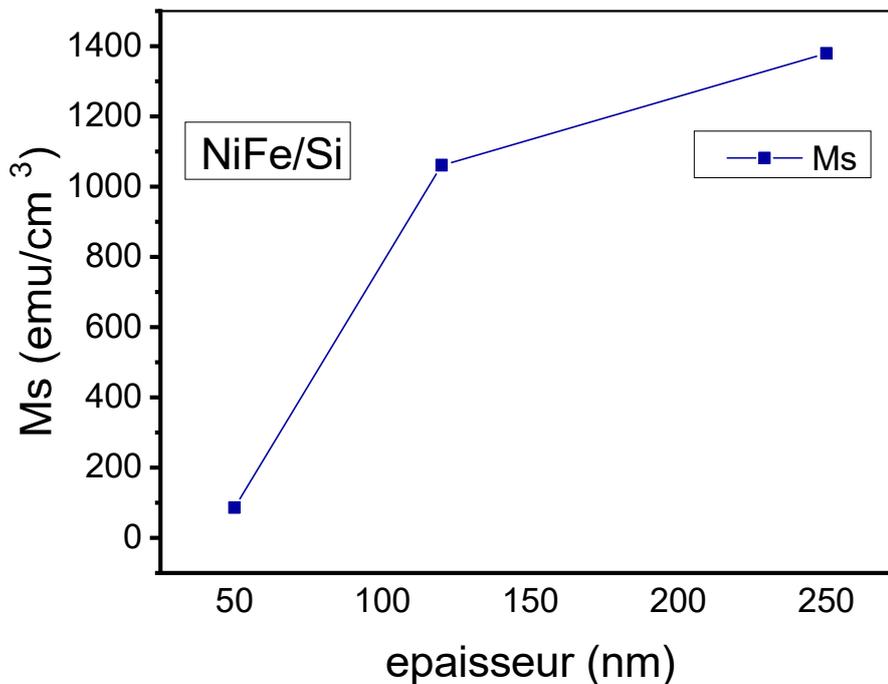
**Figure III.6.** Cycle d'hystérésis montrant l'évolution de l'aimantation en fonction du champ appliqué entre -80 Oe et 80 Oe avec différentes épaisseurs a)  $t = 50$  nm, b)  $t = 120$  nm et c)  $t = 250$  nm.

#### a) Evolution de l'aimantation $M_s$ :

Les boucles d'hystérésis (moment magnétique en fonction du champ appliqué  $H$ ) des échantillons NiFe/Si (111) avec des épaisseurs différentes sont illustrées sur la Figure. III.6, montrent

que tous les échantillons sont clairement ferromagnétiques, qui révèlent un caractère magnétique doux. Lorsque le champ magnétique est appliqué dans le plan du film, une boucle carrée d'hystérésis est observée. A partir de ces courbes nous avons déterminé les valeurs de l'aimantation à saturation  $M_s$  ( $\text{emu}/\text{cm}^3$ ) et le champ de coercivité ( $H_c$ ) pour différentes épaisseurs [38].

La figure III.7. Montre L'évolution de l'aimantation à saturation  $M_s$ , en fonction de l'épaisseur des couches minces de NiFe. L'aimantation à saturation augmente progressivement de 3.05 ( $\text{emu}/\text{cm}^3$ ) à 1364 ( $\text{emu}/\text{cm}^3$ ) pour les épaisseurs de 50nm et 250nm respectivement. Cette courbe révèle que l'aimantation à saturation  $M_s$ , de film a considérablement augmenté avec l'augmentation de l'épaisseur. Il y'a une corrélation directe entre l'épaisseur de la couche de NiFe/Si et l'aimantation à saturation,  $M_s$ . Plus la valeur de l'épaisseur est élevée, plus la valeur de l'aimantation à saturation est élevée [38].



**Figure III.7.** Evolution de l'aimantation à saturation en fonction de l'épaisseur des couches minces de NiFe.

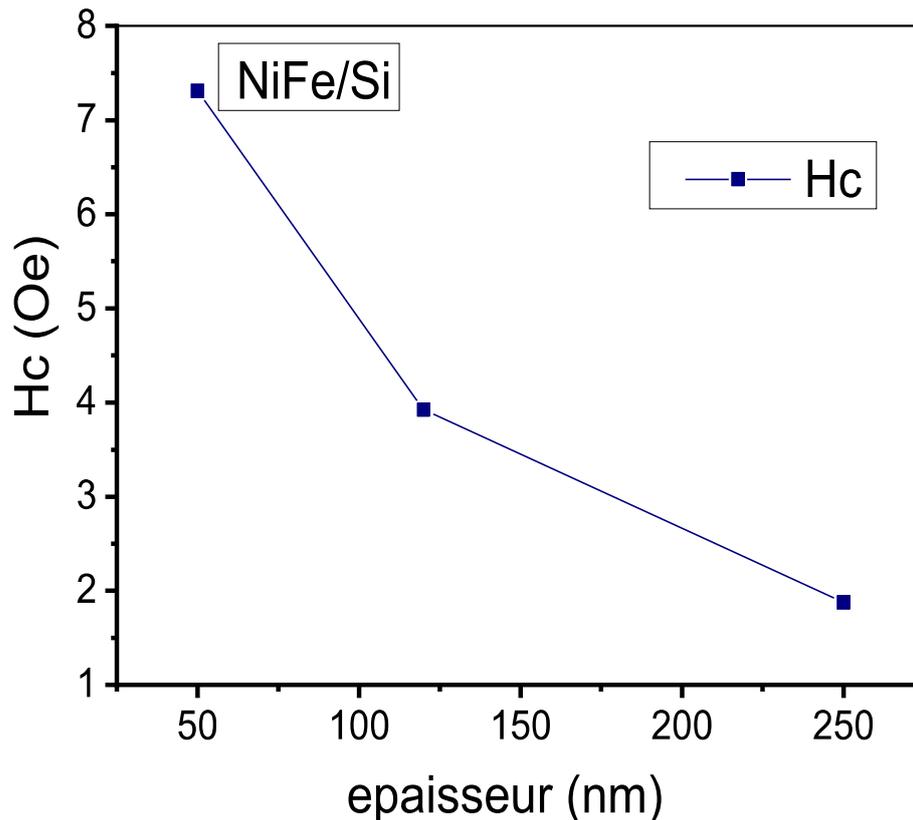
La valeur inférieure de  $M_s$  pour le film mince tel que déposé peut être en raison de faible épaisseur de la couche de l'échantillon. L'augmentation de l'aimantation avec l'épaisseur est dû à l'augmentation des nombres des moments magnétiques qui affectés par le volume de la couche magnétique des échantillons [38].

A titre de comparaison, on peut citer les travaux de Phua et al. [44] ont élaboré des couches minces NiFe par effet de joule de la couche mince déposé sur Si, ils ont trouvé que l'aimantation à saturation du film tel que déposé à la température de 350 ° C est 68,29 émeu /  $\text{cm}^3$ , les valeurs de  $M_s$

sont comprises entre 119,34 et 205,51 emu /cm<sup>3</sup>. Ils révèlent que l'aimantation à saturation ( $M_s$ ) de films a considérablement augmenté.

#### b) Evolution de champ coercitif :

A partir des cycles des hystérise nous avons déduire les valeurs du champ coercitif observées,  $H_c$ , ce qui nous permet à travers de ces valeurs de représenter l'évolution de la coercivité en fonction du l'épaisseur.



**Figure III.8.** Evolution du champ coercitif en fonction de l'épaisseur des couches minces de NiFe.

La figure III.8. présente l'évolution du champ coercitif  $H_c$  en fonction de l'épaisseur. Nous avons montré que l'augmentation de l'épaisseur de la couche NiFe/Si de 50 nm jusqu'à 250nm fait diminuer rapidement la valeur de champ coercitif de 7.3Oe à 1.90Oe, cette diminution est accordée à l'évolution de la taille de grain. Il est également à noter les travaux de Se et al. [45] ont obtenu des valeurs de  $H_c$  variant entre 50 Oe et 70 Oe pour des films minces de Py élaborés par sputtring. Les faible valeurs de la coercivité inférieures à 2 Oe obtenues dans notre cas de couches minces de Ni<sub>75</sub>Fe<sub>25</sub> déposés sur silicium comme substrat est caractéristique des propriétés magnétiquement douces du film et est en accord avec des travaux antérieurs [38, 46, 47, 48].

## Référence bibliographique :

## Référence bibliographique :

- [1] N, Boukherroub, thèse de doctorat, science phy;, Univ M'hamed boumerdas, 2015.
- [2] P. P. Freitas, R. Ferreira, S. Cardoso, F. Cardoso, J. phys,condens. matter. 19 (2007) 165221.
- [3] S. D. Bader, Rev. Mod. phys. 78 (2006) 1-15.
- [4] A.Guittoum, A. Layadi, T. kerdja, S. Lafane and S. Bouterfia, eur. phys. j. appl. phys. 42 (2008) 235-239.
- [5] Á. Ilavona, L. Pérez, M. C. Sánchez, V. de manuel, electrochim. acta. 106 (2013) 392-397.
- [6] M.Hemmous, sciences phys, univ. Ferhat. abbas-setif, 2015.
- [7] J. Swerts, S. Vandezande, K. Temst, C. Van Haesendonck, solid. state. Commun, 131 (2004) 359–363.
- [8] H. Nathani, S. gubbala, R. D. K. misra, mater. sci. eng. 121 (2005) 126–136.
- [9] P. Gollion, *Thèse de doctorat*, univ .Lyon, 1993.
- [10] G. A. jones, D. A. srinivasan, P. J. Grundy, G. J. keeler, J. mat. sci., 27 (1992) 6244.
- [11] Z.T. diao, K. meguro, S. tsunashima et M. jimbo, phys. rev. 53 (13) (1996) 8227.
- [12] H. Alloul, «*Physique des électrons dans les solides: Structure de bandes, supraconductivité et magnétisme* », les Edition de l'école polytechniques (2007) 243-260.
- [13] C. Kittel, «*Physique de l'état Solide* », 7ème édition, dunod, paris (1998) 415-483.
- [14] AFSSET (Agence Française de Sécurité Sanitaire de l'Environnement et du Travail), « les nanomatériaux », univ. France, 2006.
- [15] Y. Clavel, « nanomatériaux : un potentiel énorme pour les produits industriels », revue de salon international des microtechniques, France, (2006).
- [16] : A. Menado, les techniques de dépôt de couches minces et leurs applications, revue des énergies renouvelables 18 ,4 (2015) 713-719.
- [17] F.khelfaoui, these de doctorat, univ. Frères M'entourai, 2016.
- [18] H. O. Pierson, *handbook of refractory carbides and nitrides*, westwood, new jersey,usa, (1996).
- [19] A. Richardt, A. M Durand, *Le vide- les couches minces-les couches dures*, edition infine. Univ. paris, 1994.
- [20] A. Richardt, I. Richardt, *Les évaporations sous vide*, Edition infinie paris, (2000).
- [21] A.H. Lu, E.L. Salabas, F. Schüth, Angew. Chem. Int. Ed. 46 (2007) 1222.
- [22] M.C. daniel, D. astruc, chem. rev. 104 (2004) 293.
- [23] F. Popa, “*Elaboration et étude de poudres magnétiques douces (Ni-Fe, Ni-Fe-X, Ni-Fe-X-Y) à l'état nanocristallin par broyage mécanique de haute énergie*”, université Technique de Cluj-Napoca (Roumanie) et Université Joseph Fourier de Grenoble(France), 2008.
- [24] A. S. Dzhumaliev, Yu. V. Nikulina, Yu. A. Filimonova, physics of the solid state58 (2016) 1019–1023.

- [25] A. Guittoum, A. Bourzami, A. Layadi, G. Schmerber, eur. phys. J. Appl. Phys. 58 (2012) 20301.
- [26] S. Singh, S. K. Ghosh, Saibalbasu, Mukul Gupta, P. Mishra, and A. K. Grover.
- [27] J. Singh, S. K. Gupta, A. K. Singh, P. kothari, R. K. kotnala, J. Akhtar, J. Magn. Mater. 324 (2012) 999–1005.
- [28] R. Apparao, R. Chavan, R. Rahul, B. Chilwar, K. Kharat, M. Jadhav, J Supercond Nov Magn 31 (2018) 2949–2958.
- [29] Z. Bazhan, F. E. Ghodsi, J. Mazloom, Appl. Phys. A (2016) 122:551.
- [30] S. Lamrani, thèse de doctorat, science phy, univ. Mouloud Mammeri de Tizi Ouzou, 2016.
- [31] W.C. Marra, P. Eisenberger, Cho A.Y., J. Appl. Phys. 50 (1979) 6927.
- [32] Y. Arnaud., Brunel M., De Becdelievre A.M., Romand M., Thevenard P., Robelet M., Appl. Surf. Sci. 26 (1986) 12.
- [33] N. W. Ashcroft, N. D. Mermin, *Physique des Solides*, EDP Sciences, (2002).
- [34] C. Cornet et J-P. Deville, *Physique et ingénierie des surfaces*, EDP Sciences, 1998.
- [35] R.W. James, *The Optical principles of the diffraction of X-rays*, Cornell Univ. Press, Ithaca (1965).
- [36] JCPDS Card No. 38 0419.
- [37] A. Kaibi, A. Guittoum, R.M. Öksüzöğluc, A.M. Yağcic, M. Boudissad and M. Kechouane, Appl. Surf. Sci. 350 (2015) 50-56.
- [38] S. K. Ghosh, P.K. Limaye, B.P. Swain, N.L. Soni, R.G. Agrawal, R.O. Dusane, A.K. Grover. Surf. Coat. Tech. 201 (2007) 4609 – 4618.
- [39] V. Volkov, V. Levashov, V. Matveev, L. Matveeva, I. Khodos, Yukasumov. Thin solid films 519 (2011) 4329 – 4333.
- [40] M. Yu, H. Qiu, X. Chen, P. Wu, Y. Tian. thin solid films 516 (2008) 7903 – 7909.
- [41] Y. Yang, H. Qiu, X. Chen, M. Yu. Appl. Surf. Sci. 255 (2009) 6226–6231.
- [42] A. M. Thron, P. K. Greene, K. Liu, K. Van Benthem. Acta. mater., 60 (2012) 2668–2678.
- [43] L. Phua, F. Xu, Y. Ma, C. Ong, thin solid films, 517,20 (2009) 5858–5861 .
- [44] H. L. Seet , X. P. Li, J. B. Yi, W.Y. Ooi, K. S. Lee, J. Alloys. compd. 449 (2008) 284-287.
- [45] J. B. Yi, X. P. Li, J. Ding, H. L. Seet, J. Alloys. compd. 428 (2007) 230-236.
- [46] C. Luo, Y. Fu, D. Zhang, S. Yuan, Y. Zhai, S. Dong, H. Zhai, J. Magn. Mater.
- [47] S. Ingvarsson, G. Xiao, S. S. P. Parkin, W. J. Gallagher, J. Magn. Mater. 251 (2002) 202-206.



# Conclusion Générale

---

## Conclusion générale :

L'objectif de ce mémoire est d'étudier l'influence de l'épaisseur ( $t$ ) des couches minces  $\text{Ni}_{75}\text{Fe}_{25}$ , élaboré par évaporation thermique (effet joule), sur les propriétés structurales (paramètre de maille, microdéformation et taille des grains) et magnétiques (l'évolution de l'aimantation à saturation ( $M_s$ ) et la coercivité ( $H_c$ ) en fonction de l'épaisseur). Les échantillons obtenus ont été caractérisés par plusieurs techniques (DRX, et VSM).

Les couches minces de NiFe élaborées par évaporation ont été déposées sur un substrat de silicium (Si) pour des épaisseurs de 50 nm, 120nm et 250nm. A partir des spectres DRX, nous avons montré que, pour faible épaisseur, le film présente une orientation préférentielle selon la direction  $\langle 111 \rangle$ . Lorsque l'épaisseur augmente, une structure polycristalline est présentée. Le paramètre de maille diminue avec l'augmentation de l'épaisseur du film. Nous avons montré que toutes les valeurs de la microdéformation sont positives. Alors que, la taille des grains augmente avec l'augmentation de l'épaisseur des films des  $\text{Ni}_{75}\text{Fe}_{25}$  déposés sur Si. Les mesures magnétiques montrent une aimantation à saturation,  $M_s$ , augmente avec l'augmentation de l'épaisseur est atteinte une valeur maximale alors que la coercivité ( $H_c$ ) qui diminue avec l'augmentation de l'épaisseur jusqu'à une valeur minimale 1.90Oe.