

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université de Larbi Tébessi – Tebessa

Faculté des Sciences Exactes et des Sciences de la Nature et de la Vie
Département : Science de la matière



MÉMOIRE DE MASTER

Domaine : Sciences de la Matière

Filière : Physique

Option : Physique des matériaux

Thème :

***Propriétés structurales et magnétiques des couches minces
nanocristallines $Ni_{75}Fe_{25}$ déposées sur des substrats du
Silicium et Al_2O_3***

Présenté par :

Khekhouche Samia

Messadia Mayada

Devant le jury :

Faiçal CHEMAM

Professeur Université de Tébessa

Président

Amel KAIBI

MCB Université de Tébessa

Encadreur

Labidi HERISSI

MCB Université de Tébessa

Examineur

Date de soutenance : 29/06/2020



République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université Larbi Tébessa –Tébessa
Faculté des Science Exactes et des Sciences de la Nature et de la Vie



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



Nous soussignons

Nom, prénom: Messadia Mayada & Mhe Khouch Samia

N° de carte d'étudiant: (1) 201534028225 (2) 201534027749

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

Année universitaire: **2019/2020**

Domaine: **Sciences de la matière**

Filière: **Physique**

Spécialité: Physique de matériaux

Intitulé du mémoire:

des propriétés structurales et magnétiques des couches minces nanostructures $NiFe_2$ déposées sur Si et Al_2O_3 .

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:

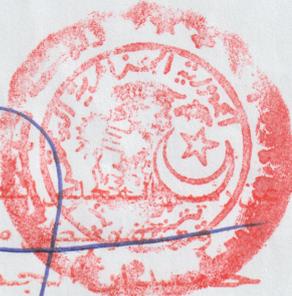
- L'annulation du mémoire avec possibilité de le refaire sur un sujet différent.
- L'exclusion d'une année du master.
- L'exclusions définitive.

16 نوفمبر 2020

Fait à Tébessa, le:

Signature des étudiants (es):

(1):


Messadia Mayada
ملحق رئيسي للإدارة الإقليمية

(2):

Mhe Khouch Samia



Université Larbi Tébessi- Tébessa

Faculté des sciences exactes et des sciences de la nature et de la vie

Département *Science de la matière*

Filière : *Physique*

Spécialité : *Physique de matériaux*

Année universitaire 2019/2020



Formulaire de levée de réserves après soutenance d'un Mémoire de Master

Données d'identification du candidat (e) :

Nom et prénom du candidat : *Messadia Mayada*

Intitulé du Sujet : *Propriétés structurales et magnétiques
des couches minces nanostructurées
Ni₂Fe déposée sur Si et Al₂O₃*

Données d'identification du membre de jury :

Nom et prénom : *Abdelhakim Feitel*

Grade : *prof*

Lieu d'exercice : Université Larbi Tébessi- Tébessa

Vu le procès-verbal de soutenance du mémoire sus citée comportant les réserves suivantes :

.....
.....
.....
.....
.....

Et après constatation des modifications et corrections suivantes :

.....
.....
.....
.....

Je déclare en ma qualité de président de jury de soutenance que le mémoire cité remplit toutes les conditions exigées et permet au candidat de déposer son mémoire en vue de l'obtention de l'attestation de succès.

Le *25/10/2020*

Président de jury de soutenance : (Nom/Prénom et signature)

اهداء

بسم الله الرحمن الرحيم والصلاة والسلام على أشرف المرسلين سيدنا محمد خاتم الأنبياء والمرسلين
والحمد لله رب العالمين على نعم لا تحصى ورزق غير محدود .

اهدي هذا العمل

الى من كان له قدم السبق في ركب العلم والتعليم اليك يا من بذلت ولم تنتظر العطاء اليك يا من كان
مناك أن ترى أحد من أبناءك قد وصل الى مرحلة التعليم العالي تمنيت لو أنك موجود في الحياة
لتشاركني فرحة التخرج رحمك الله ابي الغالي واسكنك فسيح جنانه .
الى من أفضلها على نفسي ولم لا فلقد ضحت من أجلى ولم تدخر جهدا في سبيل اسعادي على الدوام
الى مصدر الراحة والاطمئنان الحب والحنان القوة والشجاعة تلك الكلمات كلها بما تحملها من معاني
تلخصت في امرأة واحدة" امي الحبيبة "فمهما اشكرك لن اوفيك حقك ادامك الله تاجا فوق رؤوسنا .
الى من أدين له بحياتي الى من ساندني وكان شمعة تحترق لتضيء دربي ورفيق كفاحي في مسيرة الحياة
اخي او ان صح تعبيرى فهو ابي الثاني ادامك الله عزا وشرفا لعائلتنا .

الى من عرفت منه معنى طيبة القلب اخي مصعب حفظك الله من كل شر .

الى من رزقني الله بهم الى أجمل نعمة قد منها الله على أخواتي شهرة ونوارة كنتن لي خير الأوفياء
الى من كانوا لي خير المساندين عبد الجليل، محمد، هشام، رفيق، هيثم، هدى، لمياء، سكينه، الهام،

شيما

اهدي التحية الى دنيا، مريم، امال، حنان "لوزة"، ايمان، اسراء، رحيل، أسماء، الاء الرحمان، انيس،
ادامهم الله لنا ووقفهم وحفظهم من كل شر .

الى كل من ساندني وشجعني من اجل الوصول الى المبتغى

الى من تقاسمت معي كل لحظة في مسارنا الجامعي ميادة.

الى كل صديقاتي ورفيقاتي من سايروني مرحلة تعليمي " أحلام، هناء، صبرية، مفيدة، الهام، مروة،
رفيدة، نور" .

الى أعمامي وعماتي الى أخوالي وخالاتي الى كل من كانت له بصمة خاصة في حياتي هذا العام .
الى كل عائلة خخوش .

Dédicace

Messadia Mayada

Je dédie ce modeste travail aux êtres qui me sont les plus chers, je cite :

Les parents les plus chers au monde, Papa et Maman, et ma grande mère que dieu les garde et les protège.

Ma sœur Khaoula qui est toujours avec moi que dieu la rend heureuse dans sa vie, et ma tante Rokaia.

Mon frère Nader, je lui souhaite plein succès dans ses études.

Mon frère Bilel et sa femme, mon frère Farouk et sa femme.

Mon fiancé Saber qui m'a toujours encouragé.

Mon amie et sœur Tita, que dieu lui accord le succès dans ses études.

Mon amie Samia cela beaucoup aidé à notre travail et le prof Ali et mon amie et sœur Mofida.

Ma cousine Randa et toutes mes amies et tous les professeurs d'université

Remerciements

Je tien, 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 :

*Notre 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 surtout avec le confinement... !.*

*Nos remerciements s'adressent aussi à Monsieur **Chemam Faiçal**, Professeur à l'Université Larbi Tbessi de Tebessa, pour l'honneur qu'il m'a fait d'avoir accepté de présider le jury. Je remercie aussi Monsieur **Herissi Lebidi**, Docteur à l'Université Larbi Tbessi de Tebessa, pour avoir accepté de juger ce travail.*

Nous adressons mes vifs remerciements à mes enseignants nous tiens à exprimer ma reconnaissance à tous mes collègues, promotion 2020.

Enfin on voudra que tous les enseignants de département de science de la matière trouvent ici mes sincères reconnaissances et mes gratitudes avec l'expression de nos profonds respects

Sommaire

<i>Liste des tableaux</i>	VII
<i>Liste des figures</i>	VIII
<i>Liste des symboles</i>	X
Introduction générale :	1
I. 1. Généralité sur les matériaux magnétiques :	5
I. 1. 1. Présentation de quelques types de comportement magnétique :	5
I. 1. 1. 1. Matériaux diamagnétiques :	6
I. 1. 1. 2. Matériaux paramagnétiques :	6
I. 1. 1. 3. Matériaux antiferromagnétiques :	7
I. 1. 1. 4. Matériaux ferrimagnétiques :	7
I. 1. 1. 5. Matériaux ferromagnétiques :	8
I. 1. 2. Les principaux types de magnétisme :	9
I. 1. 2. 1. Domaine de Weiss et Paroi de Bloch :	9
I. 2. Cycle d'hystérésis des matériaux magnétiques :	10
I. 3. Le champ coercitif :	12
I. 4. Les Matériaux nanostructures magnétiques :	14
I. 4. 1. Méthodes de synthèse des matériaux nanostructurés :	14
I. 4. 1. 1. Techniques de dépôt des couches minces nanostructurés :	15
I. 4. 1. 1. 1. Les méthodes chimiques :	15
I. 4. 1. 1. 2. Les méthodes physiques :	17
I. 5. Système binaire Ni-Fe :	20
I. 5. 1. Comportement magnétique et électronique :	21
I. 6. Etat de l'art des matériaux nanostructures Ni₇₅Fe₂₅ :	22
II. 1. Méthodes d'élaboration des couches minces Ni₇₅Fe₂₅ :	29
II. 1. 1. Evaporation thermique :	29
II. 1. 2. Evaporation par effet Joule :	30
II. 1. 3. Nettoyage des substrats et élaboration des échantillons :	30
II.1. 4. Techniques d'élaboration des couches minces :	31
II. 1. 4. 1. Mesure des épaisseurs par oscillateur à quartz :	33
II. 2. Techniques de caractérisations structurales :	33
II. 2. 1. Diffraction des rayons X :	34
II. 2. 1. 1. Principe de la technique :	34

II. 2. 1. 2. Diffraction des rayons X en incidence rasante (GIXD) :	35
II. 2. 2. Dispositif expérimental et paramètres de mesure :	35
II. 3. Caractérisation magnétique :	36
II. 3. 1. Le magnétomètre à échantillon vibrant (VSM) :	36
II. 3. 2. Le système de MicroSence EV7 (Vibrating Sample Magnetometer en anglais) :	37
III. 1. Les propriétés structurales des films Ni₇₅Fe₂₅ élaborés :	41
III. 1. 1. Analyse structurale par la diffraction des rayons X :	41
III. 1. 2. Evolution du paramètre de maille :	43
III. 1. 3. Evolution de la taille moyenne des grains	42
III. 2. Les propriétés magnétiques des films Ni₇₅Fe₂₅ :	45
III. 2. 1. Evolution de l'aimantation à saturation M_s :	47
III. 2. 2. Evolution du champ coercitif H_c :	49
Conclusion générale	55

Liste des tableaux

<u>Tableau I. 1. Résumé des tendances entre le champ coercitif H_c et la taille des grains D [20].</u>	14
<u>Tableau I. 2. Propriétés physiques de Fe-Ni.</u>	22

Liste des figures

Figure I. 1. a) L'aimantation des matériaux diamagnétiques. b) Atome n'a pas des moments magnétiques. -----	6
Figure I. 2. a) L'aimantation des matériaux paramagnétiques. b) Les moments magnétiques de chaque atome s'appose au champ magnétique extérieur.-----	7
Figure I. 3. a) L'aimantation des matériaux antiferromagnétiques. b) Les moments magnétiques dans un sens n'ont pas la même intensité que ceux dans l'autre sens. ---	7
Figure I. 4. a) L'aimantation des matériaux ferrimagnétiques. b) Les moments magnétiques d'un atome s'inversent avec celui de l'atome voisin.-----	8
Figure I. 6. Les domaines magnétiques.-----	10
Figure I. 7. Cycle d'hystérésis d'un matériau ferromagnétique.-----	11
Figure I. 8. a) Cycle d'hystérésis des matériaux durs. b) Cycle d'hystérésis des matériaux doux. -----	12
Figure I. 9. Champ coercitif H_c en fonction de la taille des grains D pour divers alliages métalliques présentant un magnétisme doux [13]. -----	13
Figure I. 10. Méthodes d'élaboration des nanostructures.-----	15
Figure I. 11. Méthode de sol-gel. -----	16
Figure I. 12. Mécanisme de l'électrodéposition.-----	16
Figure I. 13. Méthode de CVD. -----	17
Figure I. 14. Mécanisme de la pulvérisation cathodique. -----	18
Figure I. 15. Schémas de technique ablation laser.-----	18
Figure I. 16. Schémas montrant le processus d'évaporation thermique. -----	19
Figure I. 17. a) Diagramme de phase des alliages Fe-Ni. b) Les types d'ordres de système NiFe de structure cubique a face centrée. -----	21
Figure I. 18. a) Effet des recuits sous champ magnétique sur la perméabilité maximale μ_m des alliages Ni-Fe. b) Effet des recuits sous champ magnétique sur la forme de courbe d'hystérésis d'alliage 65 permalloy. -----	22
Figure II. 1. Appareillage utilisé pour l'élaboration des couches minces permalloy : Evaporateur MECA 2000. b) La chambre de dépôt. -----	32
Figure II. 2. Schéma présente diffraction des rayons X (la loi de Bragg).-----	35
Figure II.3. Diffractomètre du type Bruker 4-cercle D8 Discover en géométrie Bragg Brentano (θ - 2θ).-----	36
Figure II. 4. Schéma du système de vibration. -----	37
Figure II. 5. Vue d'ensemble du VSM (ADE, Pittsburgh, PA).-----	37

Figure III. 1 : Le spectre de la diffraction des rayons X des couches minces de Ni₇₅Fe₂₅ /Si en fonction des épaisseurs. -----	42
Figure III. 2. Evolution du paramètre des couches minces de Ni₇₅Fe₂₅ /Si de maille en fonction de l'épaisseur. -----	43
Figure III. 3. Evolution de la taille moyenne des grains des couches minces de Ni₇₅Fe₂₅ /Si en fonction de l'épaisseur. -----	45
Figure III. 4. Cycles d'hystérésis montrent l'évolution de l'aimantation en fonction du champ appliqué. -----	47
Figure III. 5. Cycles d'hystérésis montrent l'évolution de l'aimantation en fonction du champ appliqué. -----	48
Figure III. 6. Evolution de l'aimantation à saturation en fonction de l'épaisseur des couches minces Ni₇₅Fe₂₅ : a) déposées sur des substrats de silicium. b) déposées sur des substrats d'Al₂O₃. -----	49
Figure III. 7. Evolution de champ coercitif en fonction de l'épaisseur des couches minces Ni₇₅Fe₂₅: a) déposées sur des substrats silicium. b) déposées sur des substrats d'Alumine. -----	50
Figure III.8. L'évolution de la squariness S (S=Mr/Ms) perpendiculaire pour les couches minces Ni₇₅Fe₂₅ en fonction de l'épaisseur. -----	52

Liste des symboles

Ni : Nickel.
Fe : Fer.
g : le facteur de Landé.
 μ_B : le facteur de Bohr.
J : le moment cinétique total de l'atome.
L : le moment cinétique orbital.
S : le moment cinétique de spin.
M (emu/g) : l'aimantation.
H (Oe) : le champ magnétique appliqué.
 χ : la susceptibilité magnétique.
Ms (emu/g) : l'aimantation à saturation.
Mr (emu/g) : aimantation rémanente.
Hc (Oe) : le champ coercitif.
H_d(Oe) : le champ démagnétisant.
K: Anisotropie de surface.
 $\Theta(^{\circ})$: L'angle entre l'aimantation et la normale à la surface.
PVD: physique en phase vapeur.
CVD: dépôt chimique en phase vapeur.
DC: courant continu.
RF: haute fréquence.
CC: cubique centré.
CFC: cubique à face centré.
GIXD : diffraction des rayons X en incidence rasante.
VSM : magnétométrie à échantillon vibrante.
EV7 : le système de microscopie.
N : Constante donné par la relation $N=1.6710 \text{ Hz mm}$
dq : Epaisseur de quartz (mm) $e=0.33\text{mm}$.
f₀ : La fréquence propre du quartz sans dépôt.
f: La fréquence du quartz chargé d'une masse Δm .
RBS: Rutherford Backscattering Spectroscopy.
c: la force de rappel.
m (Kg): la masse.
d_{hkl}: Distance interarticulaire
hkl : les indices de Miller.
MEB : microscopie électronique à balayage
AFM : Microscopie à force atomique
 θ : l'angle de diffraction.
 β : la largeur à mi-hauteur.
 λ (nm) : la longueur d'onde.
F : Flux.
T(C°) : la température.

T_c (C°) : température de Curie.

t (nm) : épaisseur.

A.S.T.M: American Society for Testing and Materials en anglais.

a (Å) : paramètre de maille.

P_y : permalloy.

D (Å) : la taille des grains.

K : La constante de Scherrer pour ce cas $K=0.9$.

β : Largeur à mi-hauteur.

FWHM: full width at half maximum en anglais

Introduction générale

Introduction générale :

Les matériaux nanostructures appelés aussi matériaux nanocristallins ou encore nanomatériaux ont connu un intérêt grandissant durant ces dernières années, en raison de leurs propriétés physiques souvent plus intéressantes que celles des matériaux massifs de même composition, en raison de la taille nanométrique des cristallites et du volume important d'interfaces (jusqu'à 50 %), qui offrent au matériau des propriétés physico-chimiques particulières et ouvrent des champs d'application nouvelles dans divers domaines technologiques (magnétisme, électronique, optique, ..etc.) [1, 2].

Récemment les matériaux magnétiques nanocristallins ont été intensivement étudiés en raison de leurs propriétés remarquables à savoir l'aimantation à saturation, le champ coercitif, la température de l'ordre magnétique, qui diffèrent considérablement de celles des matériaux microcristallins et sont étroitement liées à la structure et la microstructure [3, 4]. De nos jours, ces matériaux magnétiques ont repris beaucoup d'intérêt en raison de leurs applications potentielles dans diverses technologies magnétiques. Parmi ces matériaux, les couches minces nanostructurés de NiFe ont reçu beaucoup d'attention, en raison de leurs propriétés magnétiques intéressantes [5]. Les films de NiFe sont largement utilisés pour les capteurs magnéto résistifs, capteurs, mémoires magnétiques à accès aléatoire, inducteurs [5, 6]. Le permalloy ($\text{Ni}_{75}\text{Fe}_{25}$) nanostructuré est un matériau ferromagnétique doux bien connu et utilisé dans beaucoup d'applications en raison de sa faible coercivité, sa haute perméabilité et sa faible anisotropie magnétique. De plus, ce nanomatériau a été étudié par de nombreux chercheurs, par différentes méthodes de déposition et sur différents substrats. Parmi ces méthodes nous citons : la méthode de dépôt chimique et physique en phase vapeur, l'électrodéposition, la pulvérisation cathodique et l'évaporation thermique [7-8]. Il est bien connu que le comportement magnétique dépend de la structure et de la microstructure, en particulier la taille des grains, qui sont liées à la méthode et aux conditions d'élaboration. De ce fait, ce manuscrit a pour objectif de contribuer à une meilleure compréhension du film nanostructuré de $\text{Ni}_{75}\text{Fe}_{25}$ et en particulier de ces propriétés structurales et magnétiques. Dans ce travail nous nous sommes intéressés à l'élaboration par voie physique en phase vapeur (l'effet joule) des couches minces de $\text{Ni}_{75}\text{Fe}_{25}$ déposées sur différents substrats (le silicium et l'alumine) pour différentes épaisseurs. Nous avons étudié l'effet du substrat et de l'épaisseur sur les propriétés structurales et magnétiques des couches minces nanostructures $\text{Ni}_{75}\text{Fe}_{25}$.

Ce travail de mémoire se décompose en trois chapitres avec une introduction et une conclusion générale. D'abord, le premier chapitre présente des généralités sur le magnétisme, les matériaux magnétiques ainsi que les études antérieures faites sur les couches minces NiFe

nanostructures. Ensuite, le deuxième chapitre contient les différents procédés de préparation des couches mince ainsi que les techniques de caractérisations structurales comme la diffraction des rayons X en mode rasante (GIXD) et magnétiques comme le magnétomètre à échantillon vibrant VSM.

Dans le dernier chapitre nous présentons les résultats relatifs à l'étude de l'effet de l'épaisseur et de substrats sur les propriétés structurales et magnétiques des films $\text{Ni}_{75}\text{Fe}_{25}$.

En fin, ce travail se clôture par une conclusion générale qui récapitule l'ensemble des résultats obtenus et leurs interprétations.

References bibliographies:

- [1] H. Gleiter, *Acta materialia*. 48 (2000) 1-29.
- [2] S. C. Tjong, H. Chen, *Materials Science and Engineering R* 45 (2004) 1-88.
- [3] G. Herzer, *nanocrystalline soft magnetic alloys*, "Handbook of Magnetic Materials", Vol.10, 415-462, Edited by K. Buschow 1997 Elsevier Science.
- [4] R. D. Shull, *J. of Iron and Steel Research, International*. 14(4) (2007) 69-74.
- [5] A. Kaibi, *Elaboration et étude des propriétés Structurales Microstructurales, Hyperfines et Magnétiques des nanomatériaux NiFe*, thèse de doctorat, Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene (USTHB) - Alger, Algérie, (2019).
- [6] S. D. Bader, *Rev. Mod. Phys.* 78 (2006) 1-15
- [7] H. Nathani, S. gubbala, R.D.K. misra. *Sci. eng* 121(2005)126-136.
- [8] P. Gollion, *Etude de la rugosité de surface par spectroscopie ESCA et microscopie STM-AFM*, thèse de doctorat, université Lyon, 1993.

Chapitre I :

**Synthèse bibliographie et état de l'art
sur les matériaux nanostructurés**

Ni-Fe.

Dans ce chapitre nous présentons une synthèse bibliographie générale dans laquelle nous exposons quelque notion sur, le magnétisme des matériaux, et les classifications des matériaux magnétique. Par la suite nous présentons, les propriétés des matériaux nanostructures et leurs procédés d'élaboration notamment la physico-chimie synthèse. Enfin, un état de l'art les couches minces nanostructures Ni₇₅Fe₂₅.

I. 1. Généralité sur les matériaux magnétiques :

Le magnétisme est un domaine qui étudie les propriétés magnétiques d'une substance qui composés de noyaux autour des quels gravitent des électrons, le comportement de ces atomes sous l'effet d'un champ magnétique appliqué est induit par un mouvement supplémentaire des électrons ce dernier crée un moment magnétique induit ; selon ces propriétés magnétiques les matériaux sont classés en deux types : matériaux magnétiques et matériaux non magnétiques. Un matériau magnétique apparaît comme un ensemble des moments magnétiques liés à l'interaction et au mouvement des électrons dans le matériau ; il présente deux contributions différentes : un moment magnétique intrinsèque de spin et un moment magnétique orbital, dû à la rotation d'électron dans son orbite. Pour un atome libre, le moment magnétique m , dans une direction donnée ; est donné par :

$$m = gJ\mu_B \quad (\text{I. 1})$$

Où :

g est le facteur de Landé (rapport entre le moment magnétique et le moment cinétique). μ_B est le facteur de Bohr et J le moment cinétique total de l'atome. J est défini par $j=L\pm S$, avec L est le moment cinétique orbitale et S est le moment cinétique de spin [1].

L'origine du magnétisme se trouve donc, dans le mouvement orbital et de spin des électrons et dans la façon dont les moments correspondants interagissent entre eux [1-2]. La meilleure façon de classer les matériaux du point de vue magnétique est de considérer la valeur de leur moment magnétique atomique. Les matériaux qui ont un moment magnétique non nul peut être classés en fonction de l'interaction qui existe ou qui n'existe pas entre les moments magnétiques atomiques.

I. 1. 1. Présentation de quelques types de comportement magnétique :

Chaque matériau a un comportement magnétique lié à sa nature, aussi pour les distinguer, ils sont classés en familles selon leur comportement lorsqu'on applique un champ magnétique extérieur, le rapport du champ magnétique de réaction au champ extérieure appliqué qui déterminer la catégorie du matériau, ce rapport est appelé susceptibilité magnétique χ [3]. Si la

susceptibilité magnétique supérieure ou égale la valeur zéro ($\chi > 0$) les matériaux sont paramagnétiques, ferrimagnétiques, antiferromagnétiques et ferromagnétiques, si non sont des diamagnétiques.

Si ($\chi < 0$) : Dans ce cas les atomes caractérisent par un moment magnétique nul en absence de champ magnétique appliqué. Lors de l'application d'un champ magnétique, ils produisent une polarisation magnétique, c'est-à-dire l'apparition d'une faible aimantation dans la direction opposée du champ appliqué, la sensibilité magnétique est donc négative.

I. 1. 1. Matériaux diamagnétiques :

Les matériaux diamagnétiques sont des matériaux qui ne comportant pas des moments magnétiques en absence de champ magnétique appliqué (Figure I. 1). Lors d'application d'un champ magnétique, ils acquièrent une polarisation magnétique (apparition d'une faible aimantation) ; de sens opposé à la direction du champ appliqué. La susceptibilité est pratiquement indépendante du champ et de température est de l'ordre de 10^{-5} [4]. Parmi les matériaux diamagnétiques sont : Le bismuth, le mercure et l'argent.

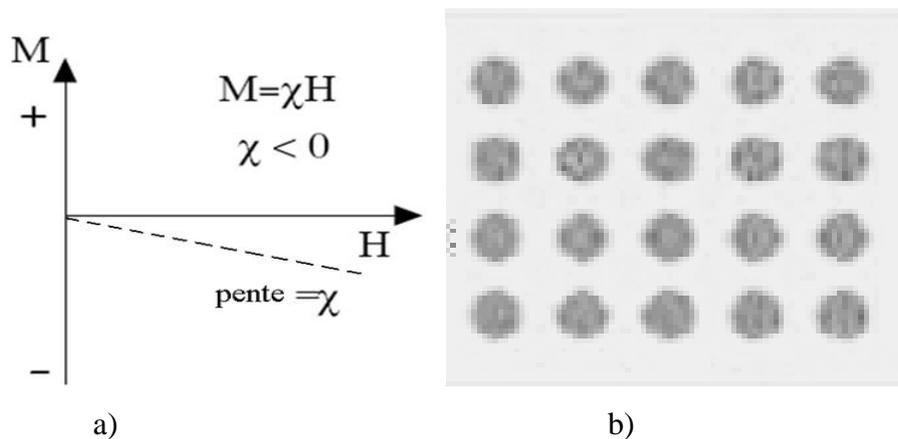


Figure I. 1. a) L'aimantation des matériaux diamagnétiques. b) Atome n'a pas des moments magnétiques.

I. 1. 1. 2. Matériaux paramagnétiques :

Les matériaux paramagnétiques présentent une aimantation proportionnelle au champ extérieur. Le paramagnétisme se rencontre dans les substances ayant un moment magnétique permanent (Figure I. 2). Ces moments n'interagissent pas entre eux, et sous l'effet de l'agitation thermique les moments magnétiques sont orientés de manière aléatoire donnant lieu à une aimantation résultante nulle. La susceptibilité diminue en fonction de la température et sa valeur est comprise entre 10^{-3} et 10^{-5} à température ambiante. Parmi les matériaux paramagnétiques sont : l'aluminium, le manganèse et le tungstène.

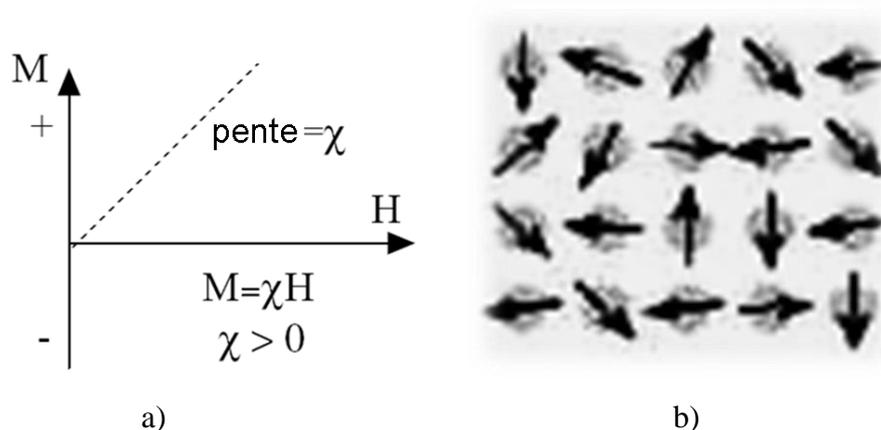


Figure I. 2. a) L'aimantation des matériaux paramagnétiques. b) Les moments magnétiques de chaque atome s'oppose au champ magnétique extérieur.

I. 1. 1. 3. Matériaux antiferromagnétiques :

Les matériaux antiferromagnétiques présentent une aimantation spontanée ; sont constitués des moments magnétiques couples antiparallèlement (Figure I. 3). Cette structure conduit à la division de la substance en sous réseau possède des moments magnétiques qui s'annulent ; la résultante à l'échelle macroscopique est donc nulle. La susceptibilité magnétique de ces matériaux d'une valeur positive plus faible ; pour des températures supérieures à une température critique appelée température de Néel, ces matériaux se comportent comme des paramagnétiques [5]. Parmi les matériaux antiferromagnétiques sont : les alliages FeMn et l'oxyde NiO.

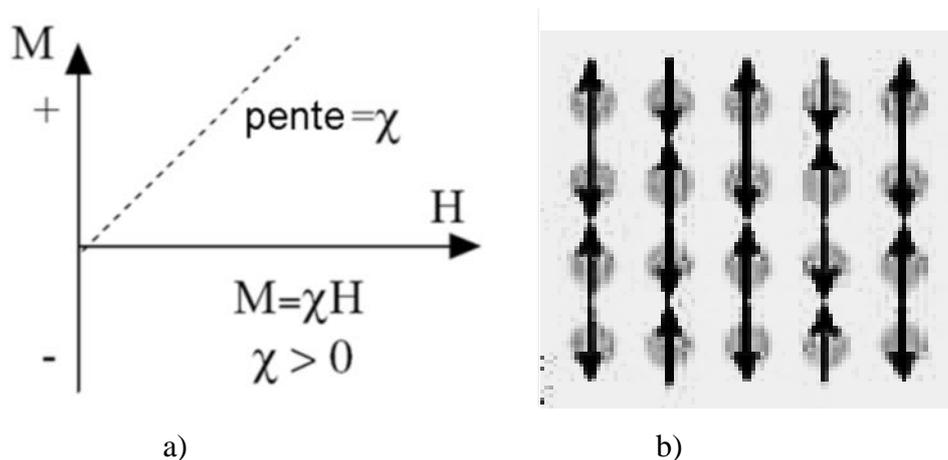


Figure I. 3. a) L'aimantation des matériaux antiferromagnétiques. b) Les moments magnétiques dans un sens n'ont pas la même intensité que ceux dans l'autre sens.

I. 1. 1. 4. Matériaux ferrimagnétiques :

Matériaux ferrimagnétiques se caractérisent par l'existence de deux sous-réseaux d'aimantations parallèles et antiparallèles, 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. Les moments magnétiques de l'ensemble sont non nuls, lorsqu'ils sont placés dans un champ, ils sont aimantés à saturation et d'une manière spontanée (Figure I. 4). L'aimantation à saturation est plus faible que dans les substances ferromagnétiques. Lorsque la température augmente (supérieure que la température de Curie), les fluctuations thermiques détruisent l'arrangement des spins et l'aimantation diminue ; les matériaux se comportent comme des paramagnétiques. Parmi les matériaux ferrimagnétiques sont : les ferrites comme la magnétite (Fe_3O_4) les grenats magnétiques comme le YIG (Grenat d'Yttrium et Fer) et les Hexa ferrites comme le $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ [6].

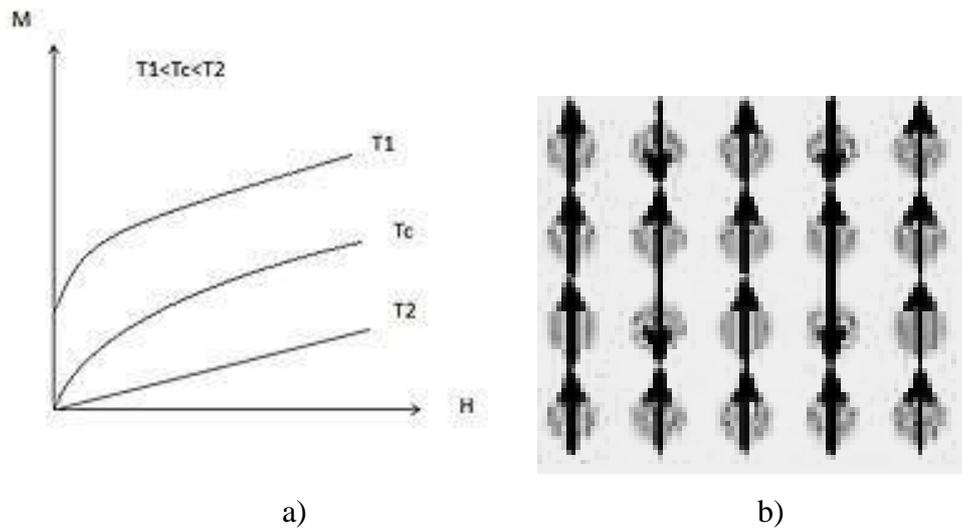


Figure I. 4. a) L'aimantation des matériaux ferrimagnétiques. b) Les moments magnétiques d'un atome s'inversent avec celui de l'atome voisin.

I. 1. 1. 5. Matériaux ferromagnétiques :

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].

Les matériaux ferromagnétiques présentent un moment magnétique spontané même en l'absence d'un champ magnétique extérieure. Dans un matériau ferromagnétique, chaque moment magnétique atomique s'aligne avec le moment magnétique atomique voisin,

l'interaction entre moments magnétiques voisins crée un phénomène d'interaction d'échange d'Heisenberg [7]. L'interaction positive 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), et l'aimantation total d'un échantillon est non nulle (Figure I. 5 (a)), cette caractéristique donne des propriétés importantes trouvant dans nombreux domaines de recherche et applications. Le matériau ferromagnétique, au-delà d'une certaine température appelée température de Curie (T_c) pour laquelle l'aimantation macroscopique de ce matériau est nulle [5-6], il se comporte comme un matériau paramagnétique. La susceptibilité magnétique est d'une valeur positive se situe entre 50 et 10^4 . Parmi les matériaux ferromagnétiques sont : fer, nickel, cobalt et ses alliages.

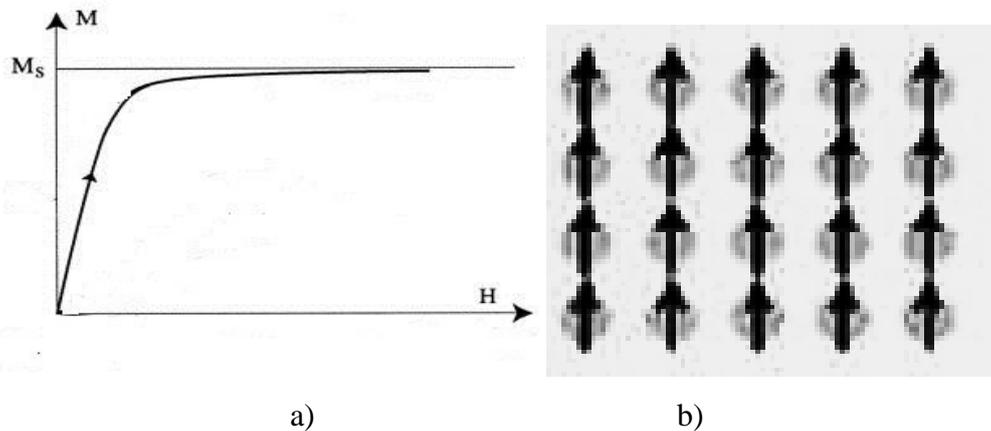


Figure I. 5. a) L'aimantation des matériaux ferromagnétiques. b) Les moments magnétiques de chaque atome s'alignent avec le champ magnétique extérieur.

I. 1. 2. Les principaux types de magnétisme :

I. 1. 2. 1. Domaine de Weiss et Paroi de Bloch :

La théorie des domaines magnétiques permet d'expliquer les mécanismes responsables d'aimantations des matériaux ferromagnétiques usuels. Elle a été élaborée par Pierre Weiss [8]. Les domaines magnétiques se forment dans des matériaux ayant un ordre magnétique, il s'agit des matériaux ferromagnétiques, ferrimagnétiques et antiferromagnétiques. Cette théorie stipule que le matériau est constitué des domaines où l'aimantation interne est alignée selon une direction unique. Cette aimantation à l'intérieur des domaines est appelée aimantation spontanée. 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. Les domaines sont séparés par des parois dont l'épaisseur dans les matériaux usuels, beaucoup plus petite que la taille des domaines. Ces parois portent le nom de parois de Bloch et représentent des régions où l'orientation d'aimantation varie rapidement (Figure I. 6).

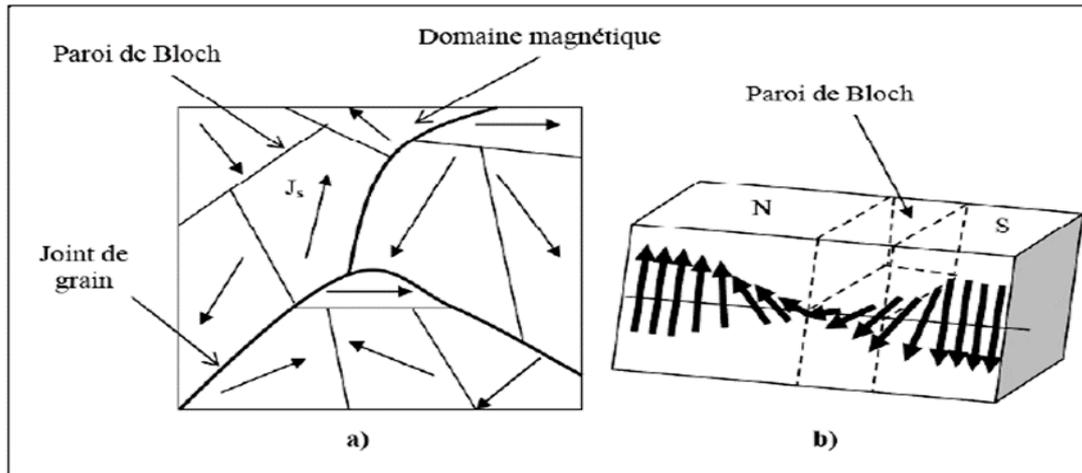


Figure I. 6. Les domaines magnétiques.

Une paroi de Bloch est une zone de transition entre deux domaines de Weiss dans un matériau, sur lesquelles l'aimantation des changements par rapport à sa valeur dans un domaine à celui de l'autre, du nom du physicien Felix Bloch. L'aimantation tourne hors du plan de paroi de domaine.

I. 2. Cycle d'hystérésis des matériaux magnétiques :

Un cycle d'hystérésis décrit le comportement d'un matériau ferromagnétique soumis à un champ magnétique extérieur [9]. 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 est suffisamment intense (H_s), tous les moments magnétiques sont alignés dans la direction du champ appliqué, 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, l'aimantation du matériau ne suit pas le même chemin qu'à la montée du champ. Le matériau garde une certaine aimantation dite aimantation rémanente (M_r) lorsque H est nul. Ce dernier est dû au fait que le déplacement des domaines magnétiques ne suive pas un comportement réversible. Le champ nécessaire pour ramener à zéro l'aimantation s'appelle le champ coercitif (H_c). La courbe obtenue est étroite ou large et caractéristique de chaque famille des matériaux magnétiques. Les paramètres nécessaires dans le cycle d'hystérésis sont : l'aimantation à saturation (M_s), l'aimantation rémanente (M_r) et le champ coercitif (H_c).

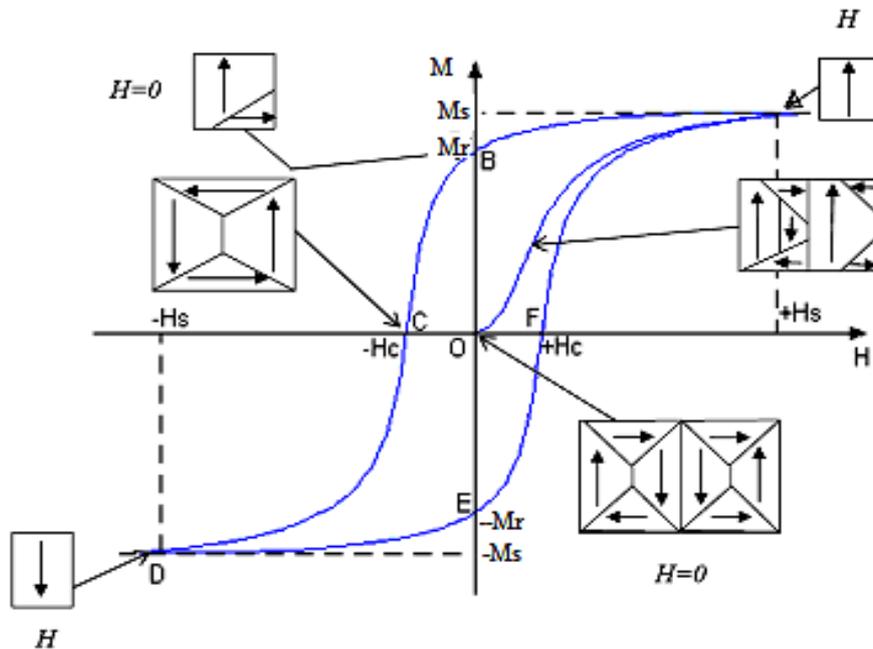


Figure 1. 7. Cycle d'hystérésis d'un matériau ferromagnétique.

- **Matériaux durs :** Ces matériaux sont fréquemment utilisés pour la fabrication d'aimants, on souhaite un champ coercitif élevé (100 à 200 KA/m) pour une bonne stabilité de l'aimant et un champ rémanent élevé et le cycle d'hystérésis très large, idéalement de forme rectangulaire. Il existe une grande diversité d'application de l'hystérésis dans les Ferro-aimants, ces applications utilisent leurs capacités pour conserver une mémoire comme les bandes magnétiques, les disques durs... etc. Les aimants durs (haute coercivité) comme (Fe) sont souhaitable pour que la mémoire ne soit pas facilement effacée.
- **Matériaux doux :** Ces matériaux constituent les noyaux et les matériaux transition et électrotechniques, ils possèdent une perméabilité élevée, un champ coercitif H_c faible et un cycle d'hystérésis haute et étroite. Les aimants mous (faible coercivité) sont utilisés comme cœur dans les électro-aimants comme le Fer pur, les alliages Fe-Ni (permalloy), les alliages Fe-Si et les alliages Fe-Al...etc. [10]

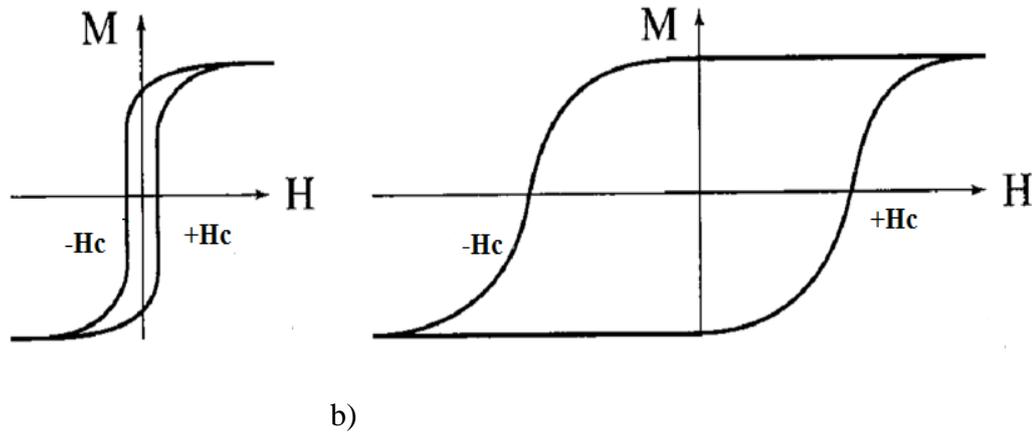


Figure I. 8. a) Cycle d'hystérésis des matériaux durs. b) Cycle d'hystérésis des matériaux doux.

I. 3. Le champ coercitif :

La coercivité est une propriété extrinsèque, elle définit comme le champ magnétique nécessaire pour annuler l'aimantation ou, en d'autres termes, c'est le champ qui réduit l'aimantation de la rémanence vers zéro. Tous les modèles confirment l'existence d'une relation entre les paramètres ferromagnétiques (H_c , M_s ...) et les paramètres structuraux (D , a...). D'autre part, une étude de l'influence de la microstructure sur le champ coercitif dans les couches minces est très importante. Le champ coercitif est fortement influencé par les propriétés microstructurales de la couche telles que la taille moyenne et la forme des grains, le modèle expliqué ce phénomène décrit par Herzer qui établit le « Random Anisotropy Model » [11]. Il s'applique aux matériaux doux isotropes. Il considère un polycristal parfait constitué d'un assemblage spatialement désordonné de volumes unitaires V_{ex} eux même constitués d'un nombre fini de cristallites parfaitement couplées, il peut donc être utilisé pour expliquer ce phénomène. L'évolution du champ coercitif en fonction de la taille moyenne D des grains et ce pour différents types de matériaux magnétiquement doux [12], sont représentés par le modèle de Herzer.

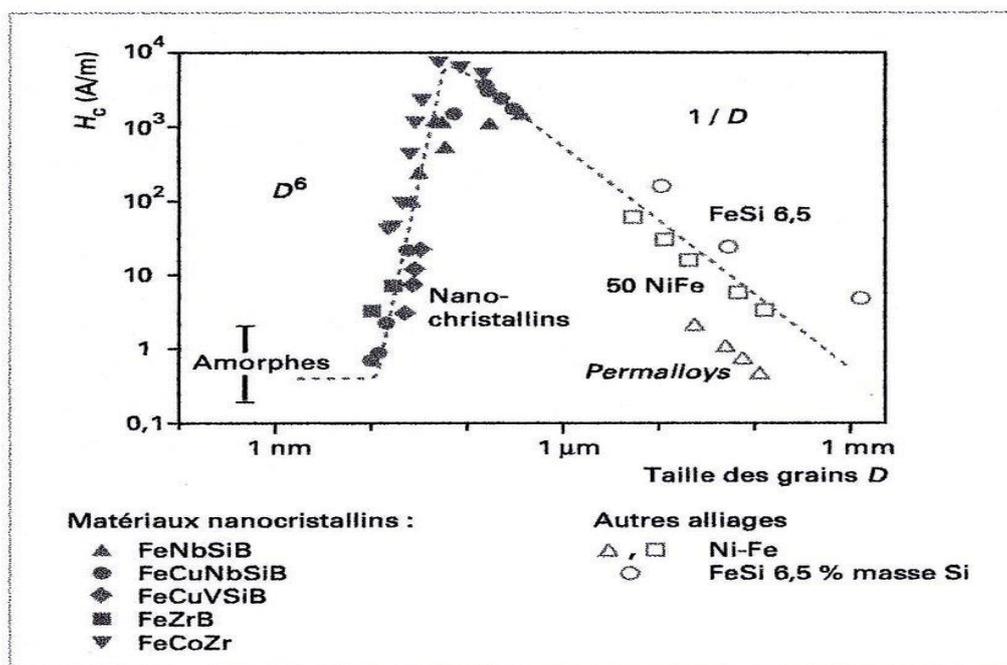


Figure I. 9. Champ coercitif H_c en fonction de la taille des grains D pour divers alliages métalliques présentant un magnétisme doux [13].

D^{-1} du champ coercitif, observée pour des tailles de grains supérieures à 100 nm, reflète la règle classique qui stipule que l'obtention de bonnes propriétés magnétiques douces exige de très gros grains. De faibles valeurs du champ coercitif sont également observées pour les alliages amorphes (taille des grains de l'ordre des distances interatomiques) et aussi dans le cas des alliages nanocristallins possédant une taille de grains inférieure à 20 nm. Dans cette région (Figure I. 9), la dépendance du champ coercitif en fonction de la taille des grains est approximativement en D^6 . L'explication repose sur le concept d'anisotropie aléatoire évanescence. Dans le cas des films minces, l'effet de la topographie de surface sur les propriétés magnétiques est un facteur important [14,15]. Ce facteur attire la curiosité des scientifiques. 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 [16,17]. Nous avons trois facteurs importants qui peuvent influencer sur le comportement magnétique des couches minces ferromagnétique :

Le premier facteur est la rugosité de la surface, le deuxième facteur est la distribution et la taille des grains [18], le troisième facteur est la forme et la taille des grains [19].

Nous montrons, dans le Tableau I.2, les différentes variations de H_c avec la taille moyenne des grains D et la largeur des parois de Bloch δB pour le cas des matériaux massifs et des couches minces d'épaisseur t . A partir du Tableau I.2, on remarque que H_c varie en $1/D$ et D^6 pour le cas des matériaux massifs et en D^2 et $D^{3/2}$ pour le cas des couches minces.

Matériaux massifs		Couches minces	
$\delta B \ll D$	$\delta B \gg D$	$\delta B \sim D$	
$H_c \propto \frac{1}{D}$	$H_c \propto D^6$	$D < t$	$D = t$
		$H_c \propto \frac{D^2}{\sqrt{t}}$	$H_c \propto D$

Tableau. I. 1. Résumé des tendances entre le champ coercitif H_c et la taille des grains D [20].

Si $\delta B \ll D$, les parois sont beaucoup plus fines que la microstructure. Elles s'alignent donc spontanément à l'intérieur de chaque grain selon la direction imposée.

A l'opposé, si $\delta B \gg D$, on est dans l'image moins classique de parois nettement plus larges que les cristallites.

I. 4. Les Matériaux nanostructures magnétiques :

Nanomatériaux se rapportent à un matériau composé ou constitué des nano-objets (1 à 100 nm) qui contient une fraction nécessaire des atomes situés aux limites des grains pour donner des propriétés spécifiques. Les nano-objets peuvent se présenter sous forme de particules, fibres ou tubes, des couches. Les nanomatériaux peuvent-être classés, selon la dimension de leur nanostructure en quatre familles [1, 21] :

- Matériaux à zéro dimension : Le matériau est nanométrique dans les trois directions de l'espace, les nanoparticules peuvent être isolées ou s'associent entre elles pour former des agglomérats nanostructures, elles peuvent se trouver en suspension dans un gaz ou un liquide ou en état poudre.
- Matériaux à une dimension : Il convient de considérer les nano fils et les nanotubes.
- Matériaux à deux dimensions : Comme les couches minces, dans le dépôt d'agrégats ou de revêtement.
- Matériaux à trois dimensions : Des matériaux sous forme compacte (nano composites) comme dans les céramiques et les métaux nanostructures.

I. 4. 1. Méthodes de synthèse des matériaux nanostructurés :

Les nanomatériaux peuvent se présenter sous forme des particules, fibres ou tubes (on parle des charges ou des renforts), des couches minces ou des 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...etc.), 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 [22].

I. 4. 1. 1. Techniques de dépôt des couches minces nanostructurés :

Les matériaux sont élaborés sous la forme des couches minces nanostructurés, présentent des propriétés physiques et chimiques différentes de celles des matériaux massifs. Parmi les paramètres qui liés aux conditions d'élaborations sont la structure cristallographie et le magnétisme des couches minces nanostructures. Dans un premier temps, nous rappellerons les différentes techniques d'élaboration des couches minces nanostructures.

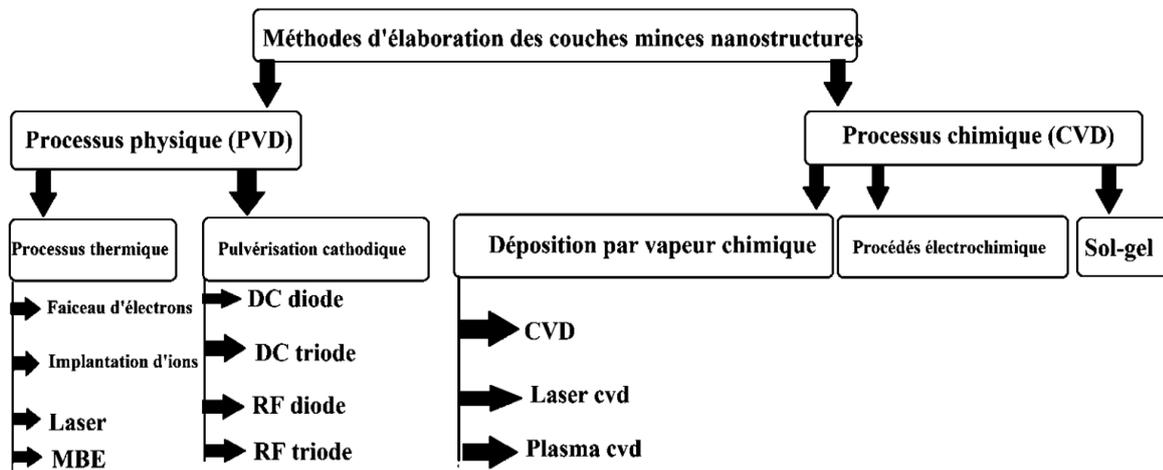


Figure I. 10. Méthodes d'élaboration des nanostructures.

I. 4. 1. 1. 1. Les méthodes chimiques :

Les nanomatériaux sont obtenus à partir d'une phase vapeur ou liquide dans les réactions en phase vapeur citées la CVD ou 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 d'obtenir des matériaux nanostructurés [23].

- **Sol-gel** : Sol-gel est une méthode d'élaboration des matériaux métalliques et oxydés dans cette technique on prépare une solution avec des principales conditions telle que masse moléculaire par exemple, en phase de liquide que se transforme en solide par plusieurs étapes (réactions chimiques dans des petites moments) (Figure I. 11) à température ambiante les utilisés sont de revêtement rotatif et revêtement par trempage.

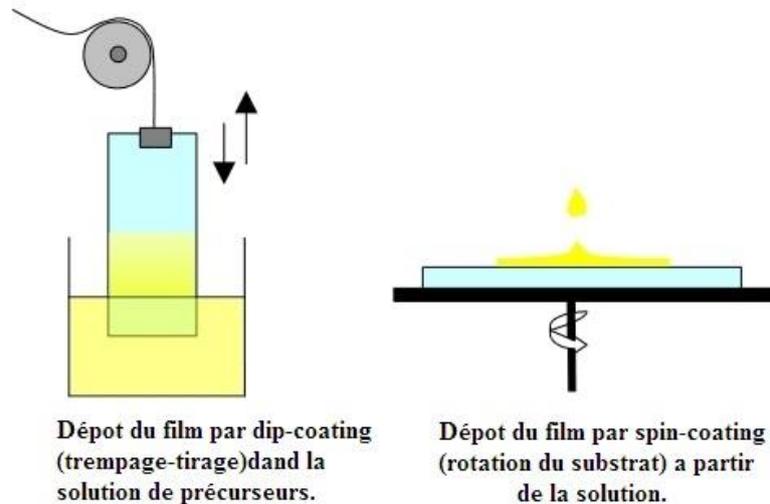


Figure I. 11. Méthode de sol-gel.

- **Electrodéposition** : 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.

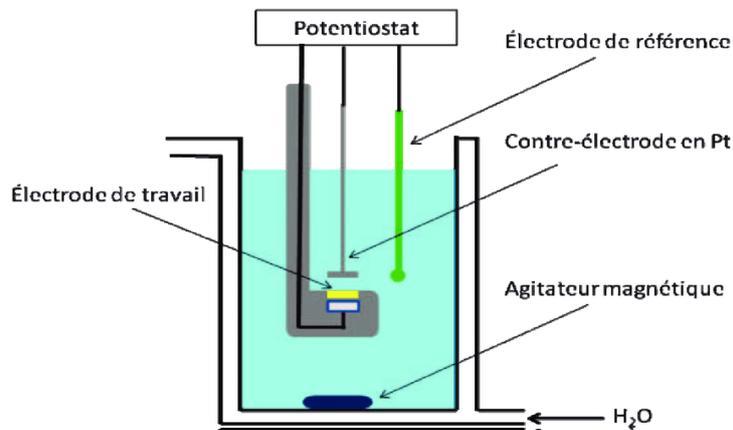


Figure I. 12. Mécanisme de l'électrodéposition.

- **Déposition par vapeur chimique CVD** : Déposition par vapeur chimique (chemical vapor deposition en anglais), consiste à provoquer des réactions chimiques entre plusieurs gaz ou vapeurs pour former une déposition d'une matière sur un substrat chauffé; elle s'effectue en général dans un four dans lequel on introduit les espèces réactants composés volatils du matériau à déposer sont éventuellement dilués dans un gaz porteur et introduit dans une enceinte ou sont placés les substrats chauffés (Figure I. 13), l'avantage de cette technique est la rapidité de mise en œuvre.

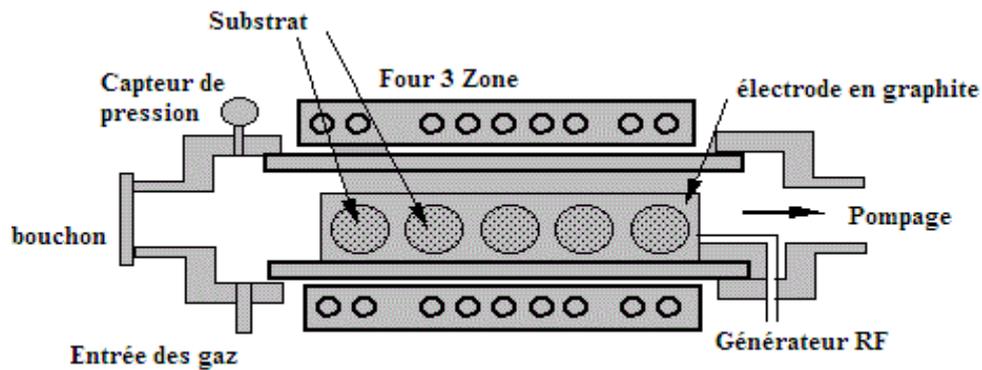


Figure I. 13. Méthode de CVD.

I. 4. 1. 1. 2. Les méthodes physiques :

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 de laser...). Dans la plupart des cas, le vapeur du solide que l'on souhaite former a refroidi par collisions avec un gaz neutre et le matériau est collecté sur une paroi froide. Une autre voie physique d'obtenir des nanoparticules consiste à utiliser l'action de micro-ondes sur des poudres de tailles millimétrique. Des couches minces d'épaisseur nanométrique peuvent également être réalisées par la voie PVD (physical vapor deposition en anglais), ou par croissance épitaxiale. Les nanotubes de carbone, peuvent être obtenus par élaboration laser, décharge plasma ou décomposition catalytique [23-24].

- **Pulvérisation cathodique** : La pulvérisation cathodique correspond au processus d'éjection de certains atomes provenant des premières couches atomiques d'un matériau appelé cible soumis à un bombardement par des atomes ou ions (particules lourdes). Le mécanisme de pulvérisation est un processus purement mécanique de transfert de quantité de mouvement des particules incidentes aux atomes de la cible. Le principe de cette méthode décrite en trois temps, la première c'est l'injection de gaz (généralement de l'argon) aux milieux de plasma, deuxième l'ionisation et nuage d'argon Ar^+ et Ar^- et alors le bombardement (Figure I. 14). Il existe différents types de systèmes de pulvérisation cathodique, suivant le mode de création du plasma ou la nature de la cible (conductrice ou isolante) : diode à courant continu DC, triode à courant continu, ou haute fréquence RF, ses avantages est la stœchiométriques.

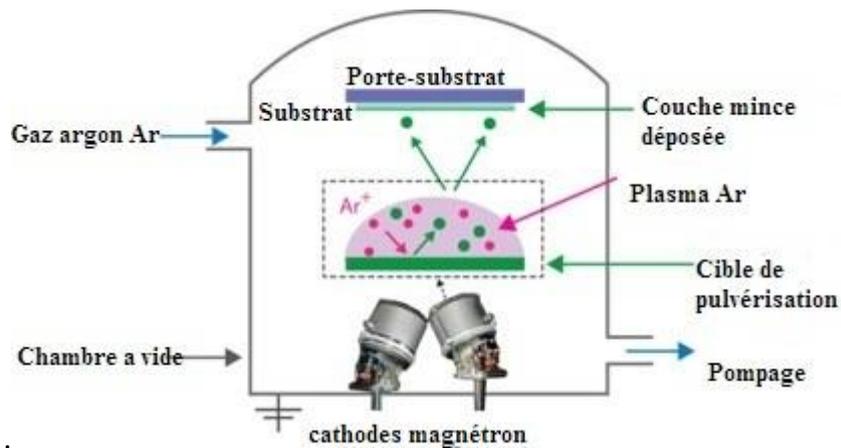


Figure I. 14. Mécanisme de la pulvérisation cathodique.

- **Ablation laser** : Ablation laser est une technique d'entrepôt utilisée faisceau laser à impulsions. Le faisceau ne concentre pas sur une cible placée dans un conteneur, sous super vide les impulsions laser permettent la vaporisation des matériaux sous forme de plasma. Les colonnes du matériau sont ainsi centrifugées verticalement sur la cible (Figure I. 15). Se condense sur le substrat contre la formation d'une couche, parmi ses avantages est un faible cout de mise en œuvre.

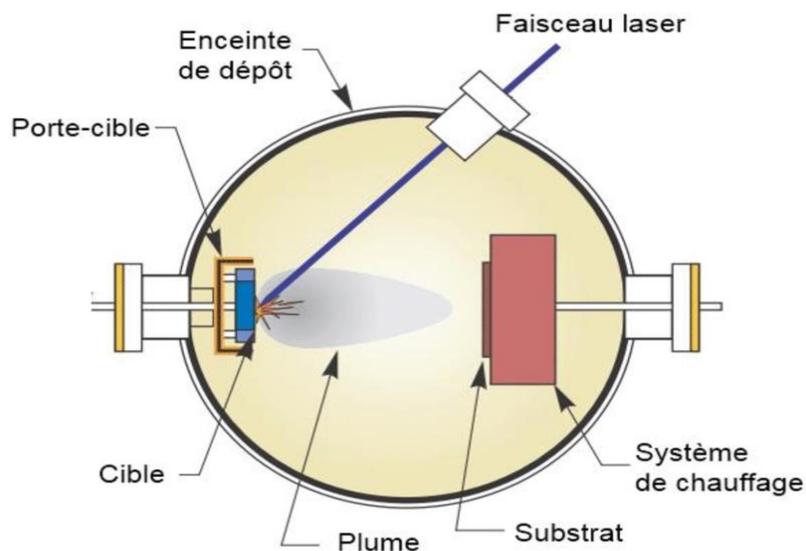


Figure I. 15. Schémas de technique ablation laser.

- **L'évaporation thermique** : L'évaporation thermique est une technique de dépôt des couches minces nanostructures (généralement métallique), utilisée notamment dans la fabrication micro-électronique. Le matériau à déposer est évaporé sous vide dans une enceinte hermétique, le vide permettant aux particules d'atteindre directement le support où elles se décondensent à l'état solide. L'évaporation sous vide 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. Cela ressemble quelque peu au procédé qui voit l'eau liquide apparaître sur le couvercle d'une casserole d'eau bouillante : l'eau liquide est évaporée et se décondense sur le couvercle qui est l'équivalent de la cible du dépôt (Figure I. 16).

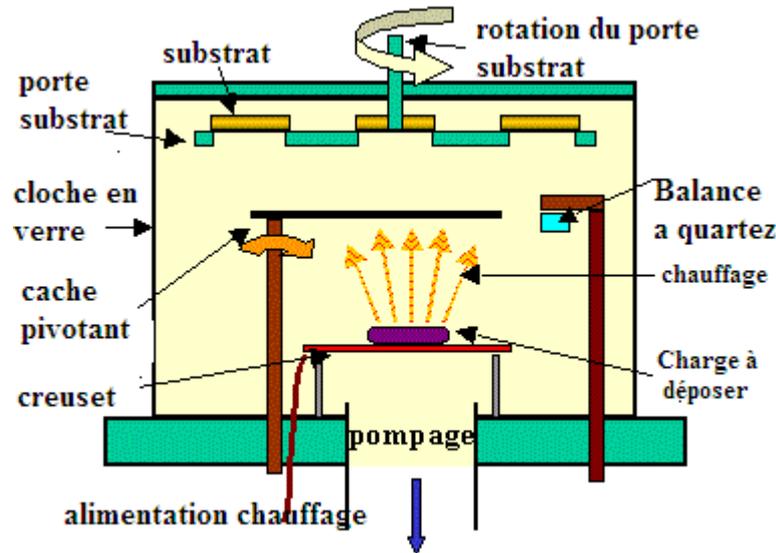


Figure I. 16. Schémas montrant le processus d'évaporation thermique.

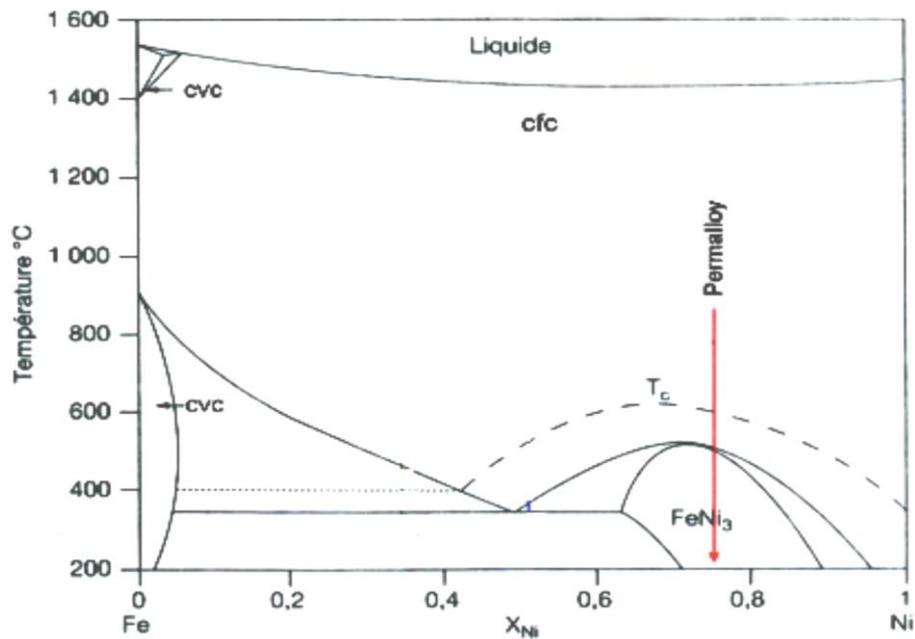
L'évaporation a lieu sous vide, c'est-à-dire dans un environnement gazeux, vapeur de dépôt exclue, contenant extrêmement peu des particules. Dans ces conditions les particules de matière peuvent se propager jusqu'à la cible sans collision avec d'autres particules. Par exemple dans un vide de 10^{-4} Pa, une particule de 0,4 nm de diamètre à 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 [23,24]. Les objets chauffés (c'est-à-dire le filament chauffant), produisent des vapeurs parasites qui limitent la qualité du vide dans la chambre de dépôt. La collision de différents atomes durant l'évaporation peut provoquer des réactions susceptibles de modifier la nature du dépôt souhaité. Par exemple en présence d'oxygène, l'aluminium formera de l'oxyde d'aluminium. Ce phénomène peut aussi diminuer la quantité de vapeur déposée. Le matériau évaporé ne se dépose pas de manière uniforme sur une surface irrégulière, comme l'est généralement celle d'un circuit intégré. Aussi, lors d'un dépôt sur une surface microstructure complexe, il peut arriver des effets d'ombrage lorsqu'une surface du support est cachée du rayonnement unidirectionnel de la source. Tous les systèmes d'évaporation sont équipés d'une chambre dans laquelle sont placées la source et la cible du dépôt, d'une pompe pour faire le vide et d'une source d'énergie pour l'évaporation.

Il existe différentes sources d'énergie : dans la méthode thermique, le matériel à déposer est placé dans un creuset qui est chauffé radialement par un filament électrique :

- Il est possible aussi que le filament lui-même soit la source.
- Dans la méthode par faisceau d'électrons, la source est chauffée par un faisceau d'électrons d'une énergie allant jusqu'à 15 Kev.
- Par évaporation flash, la matière à déposer est sous forme d'un fil qui est continuellement dévidé et évaporé par contact avec une barre de céramique très chaude.
- Dans certains systèmes, le support est monté sur un plateau qui tourne pendant le dépôt afin d'améliorer la régularité du dépôt et de limiter l'effet d'ombrage.

I. 5. Système binaire Ni-Fe :

Le diagramme de phase des alliages NiFe (Figure. I.17) présente deux régions avec des solutions solides, une eutectoïde et un composé intermétallique (le Ni_3Fe) à température ambiante (l'ordre L_{12} au voisinage de la composition Ni_3Fe). Les alliages avec une teneur en nickel en dessous de 27 % en masse se présentent sous une structure cubique centrée CFC, pour des teneurs en nickel plus élevées (l'ordre L_{10} au voisinage de NiFe) [25].



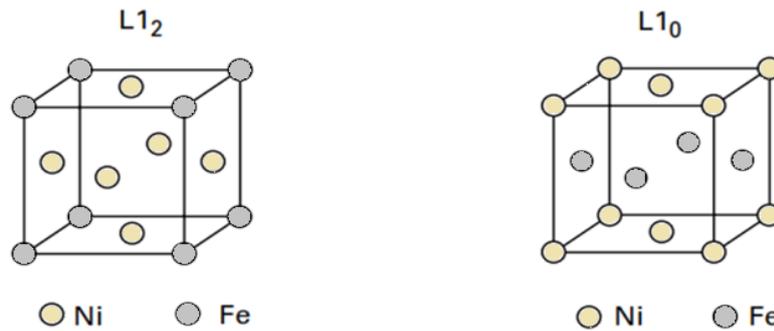


Figure I. 17. a) Diagramme de phase des alliages Fe-Ni. b) Les types d'ordres de système NiFe de structure cubique à face centrée.

I. 5. 1. Comportement magnétique et électronique :

La plupart des applications des alliages Ni-Fe sont dans le domaine des matériaux magnétiques doux. Les plus importantes caractéristiques d'un alliage magnétique doux sont : la perméabilité magnétique, l'induction à saturation, le champ coercitif et la température de Curie. Les principaux objectifs lors du développement d'un matériau magnétique doux pour obtenir une faible valeur de coercivité ; le traitement thermique double conduit à une diminution de coercivité des alliages avec un teneur en nickel compris entre 40 et 80 % [26]. Par chauffage en champ magnétique en dessous de la température de Curie, la courbe d'hystérésis des alliages Fe-Ni peut être modifiée à cause de l'anisotropie magnétique induite (Figure I. 18. (b)). L'apparition de l'ordre à longue distance entraîne en effet une distribution des paires d'atomes présentant de façon beaucoup plus marquées la symétrie cubique. Cet effet très important à 71% de nickel est bien que, très atténué, encore sensible dans l'alliage à 52% [27-28-29]. En effet, la perméabilité magnétique est influencée par un traitement thermique double dans les alliages riches en Ni ; si le refroidissement se fait lentement et sous champ magnétique après un traitement thermique (Figure I. 18. (a)), la perméabilité maximale augmente considérablement, son maximum étant à une composition de 67% Ni, là où les constantes d'anisotropie et magnétostriction sont les plus basses (La constante d'anisotropie magnéto-cristalline et la magnétostriction sont deux paramètres qui peuvent influencer d'une manière décisive les propriétés magnétiques d'un matériau magnétique). Cet effet est appelé texture magnétique et la cause de ce comportement est la déformation des domaines magnétiques dont l'axe de facile aimantation est parallèle à la direction du champ magnétique appliqué.

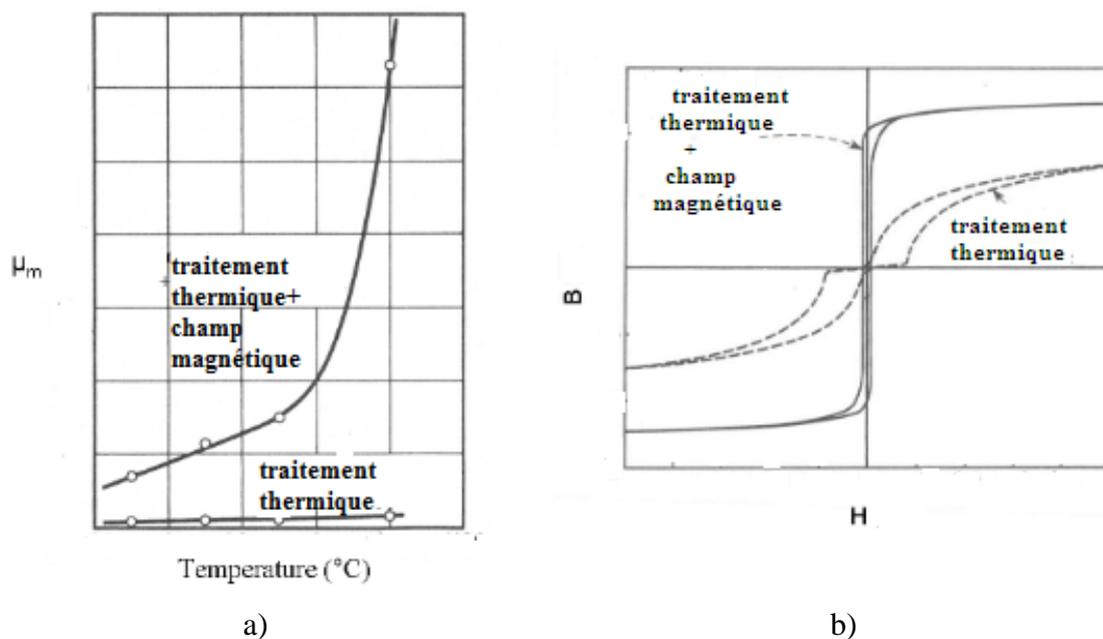


Figure I. 18. a) Effet des recuits sous champ magnétique sur la perméabilité maximale μ_m des alliages Ni-Fe. b) Effet des recuits sous champ magnétique sur la forme de courbe d'hystérésis d'alliage 65 permalloy.

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

Tableau I. 2. Propriétés physiques de Fe-Ni.

I. 6. Etat de l'art des matériaux nanostructures Ni₇₅Fe₂₅ :

Nous allons citer certains des travaux récents qui traitent des couches minces permalloy Ni₇₅Fe₂₅ lors de cette recherche bibliographique. On peut citer le travail de A. Guittoum [30] ont étudié les couches minces NiFe évaporé sur Si (111) déposées par évaporation thermique les films ont été caractérisés par de Diffraction des rayons X (DRX), Microscopie Electronique

à Balayage (MEB), analyse de rayons X par Dispersion d'énergie (EDX), Spectroscopie Mössbauer et Magnétomètre à Echantillon Vibrant (VSM). L'analyse des spectres de diffraction des rayons x montre une forte orientation préférentielle suivant la direction (111) et une structure polycristalline pour la couche mince NiFe.

D. Nikolay et al. [31] ont déposé des couches minces Ni₈₀Fe₂₀ sur des substrats de Si par pulvérisation magnétron à courant continu pour des températures allant de 270 à 390 C°, les films ont été caractérisés par Diffraction des rayons X (DRX) l'analyse de diagramme de DRXa trouvé que l'orientation préférentielle dans le plan (111). Les auteurs ont obtenu que lacoercivité augmente avec l'augmentation de la température, aussi l'anisotropie varié indépendamment de l'épaisseur de film.

R. Apparao et al. [32] ont trouvé une forte orientation préférentielle suivant la direction (311) dans les couches minces de ferrite de nickel déposé sur des substrats de verre déposé par la technique de pyrolyse par pulvérisation chimique, ces films ont été caractérisés par microscopie à balayage (FE SEM). Les résultats de micrographies ont montré que la taille des grains augmente avec l'augmentation de la température de recuit.

O. Boudhrifa [33] ont utilisé la méthode évaporation thermique pour préparer des couches minces de NiFe sur un substrat de silicium (111). Elle a préparé aussi des couches minces de nickel (Ni) sur silicium monocristallin, elle a trouvé une forte orientation préférentielle suivant la direction (111). On peut citer aussi les travaux de N. Guechi et al. [34] ont élaborés la série Fe_xNi_{100-x} ($2 \leq X \leq 100$) avec des épaisseurs entre 110 et 150 nm déposés sur substrat de Si (100) par évaporation sous vide. Les auteurs ont trouvé que le film est polycristallin et croît avec une texture (111) et (110) dans la région riche en nickel respectivement. J. Singh et al.

[35] ont déposé des couches minces de Ni₇₆Fe₂₄ 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>.

G. Fortas et al. [36] ont utilisé la méthode de l'électrodéposition pour élaborer une couche mince Ni₈₀Fe₂₀. Ils ont trouvé que les films présentent une structure CFC avec une orientation cristalline de (111) et (200) dans le sens de la croissance du film.

A. Kaibi et al. [37] ont élaboré les films de permalloy sur substrat de Si avec différentes épaisseurs varient de 16 nm à 250 nm. Les auteurs ont observé la présence d'une forte texture (200) pour la plus faible épaisseur (16 nm) et pour les échantillons de 52 nm et 84 nm une forte orientation préférentielle est développée selon la direction (111), pour des épaisseurs plus élevée une structure polycristalline est présentée.

M. A. P. Yazdi et al. [38] ont étudié l'effet de l'épaisseur sur les couches minces de Py élaborées par pulvérisation DC magnétron sur des substrats de verre et Al_2O_3 . Les auteurs ont rapporté l'existence d'une anisotropie perpendiculaire pour les faibles épaisseurs. Ils ont aussi noté que la coercivité diminue et que le moment magnétique augmente lorsque l'épaisseur du film augmente.

Références Bibliographies

- [1] B. Ghebouli, A. Layadi, L. Kerkach, the European physical journal-applied physics, 201, (1998) 35-39.
- [2] Z. Ye, L-O Pennander, Transactions IEEE sur la conversion d'énergie, (2012), 515
- [3] Livres de première STI Génie électronique ou électrotechnique.
- [5] K. Makihara, S. Maruyama, Y. Zota, M. Hachimoto, J. Shi. Thin Solid Films 520(2012) 6831-6835.
- [6] J. Kacher, I. M. Robertson, M. Nowell, J. Knapp, K. Hattar .Mater. Scie.Engin, . (2011) 1628-1635.
- [7] Z. B. Guo, W.B. Me, Q. Zhang, B. Zhang, R. O. Aboljadayel, X.X.Zhang, oncologie médicale, (2012) 220-224.
- [8] P. P. Freitas, R. Ferriera, S. Cardoso, F. Cardoso,,J. Phys: Condense.Matter, (2007).
- [9] I. Djouada, étude de propriétés structurales et magnétiques des couches minces ferromagnétiques à base de métaux de transition, thèse de doctorat, Univ Ferhat Abbas, 2011-2012.
- [10] pierre Gravereau, <Introduction à la pratique de la diffraction des rayons X par les poudres>, ICMC-CNRS, Université Bordeaux 1, 2012.
- [11] G. Herzer, "Nanocrystalline soft magnetic alloys", Handbook of Magnetic Materials, Vol. 10, 415-462, Edited by K. Buschow 1997 Elsevier Science.
- [12] G. Herzer. IEEE Trans. Mag., Vol. 26 No. 5, (1990) 1397-1402.
- [13] F. Pfiefer, C. Radloff, Soft Magnetic Fe-Ni and Fe-Co Alloys-Some physical and metallurgical aspects, J. Magn. Mater 19 (1980) 190-207.
- [14] M. E. McHenry, M. A. Willard and D. E. Laughlin, Amorphous and nanocrystalline materials for applications as soft magnets, Progress in Materials Science 44 (1999) 291-433.
- [15] G. T. Stauf, D. C. Driscoll, P. A. Dowben. Thin Solid Films 153 (1987) 421.
- [16] T. Kada, M. Ishikawa, H. Machida, A. Ogura, Y. Ohshita, K. Soai. J. Cryst. Growth 275 (2005) 1115– e1119.
- [17] A. Richardt, A. M Durand, Le vide- les couches minces-les couches dures, Edition INFINE Paris, 1994.
- [18] AFSSET (Agence Française de Sécurité Sanitaire de l'Environnement et du Travail), « les nanomatériaux », France, 2006.
- [19] Y. Clavel, « Nanomatériaux : un potentiel énorme pour les produits industriels », revue de salon international des microtechniques, France, (2006).

- [20] A. Kaibi, Elaboration et étude des propriétés Structurales Microstructurales, Hyperfines et Magnétiques des nanomatériaux NiFe, thèse de doctorat, Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene (USTHB) - Alger, Algérie, (2019).
- [21] L. Luterotti, R. DAL Mashio , E. Pagani, EPDIC V, (1997).
- [22] N. Boukherroub, effet des conditions de broyage sur les propriétés structurales et magnétiques des nanomatériaux FeAl élaborés par mécanosynthèse, thèse de doctorat, Univ Mohamed Bougera, 2014-2015.
- [23] AFSSET (agence française de Sécurité sanitaire de l'environnement et du travail), les nanomatériaux, Univ France, 2006-2007.
- [24] Y. Clavel, un potentiel énorme pour les produits industriels, Univ France, 2006-2007.
- [25] A. Bouremana, Etude des Propriétés Structurales, Microstructurales et Magnétiques des nanostructures de Nickel et de Nickel-Fer Elaborées par voie Hydrothermale, thèse de doctorat, Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene USTHB.
- [26] Matériaux compacts magnétiques doux obtenus à l'état nanocristallin à partir de poudres d'alliages Ni-Fe issues de mécanosynthèse.
- [27] M. Bozorth, D. Van Nostrand, Univ New York, London, (1951-1952).
- [28] G. Beranger, F. Duffaut, J. Morlet, J. F, (1996-1997).
- [29] R. M. Bozorth, J. F. Dillinger, Physics, 6, (1935) 285-291.
- [30] A. Guittoum, étude des propriétés structurales, microstructurales et magnétiques des nanoparticules FeNi, Thèse de doctorat, Univ Farhat Abbas, 2008-2009.
- [31] D. Nikolay, A. Iurov, N. Mazurkin, M. Chinenkov, A. Trivonof, M. Pushkina, université de recherche nationale de la technologie d'électronique 124460, (2018).
- [32] R. Aparao, R. Chilwar, B. Kharat, K. Jadhav, Journal de supercondnovmagn 31, (2018) 2949- 2958.
- [33] B. Ouassila, mecanisme de formation des couches minces de fer-nickel obtenues par PVD, Univ Farhat Abbas, 2010-2011.
- [34] N. Guechi, A. Bourzami, A. Kharmouche, N. Meni, S. Colis, A. Guittom ,Physica B, Condensed Matter, 441, (2014) 47–53.
- [35] J. Singh, S. K. Gupta, A. K. Singh, P. Kothari, R. K. Kotnala, J. Akhtar, J. Magn. Magn. Mater. 324 (2012) 999–1005.
- [36] S. Ouir, G. Fortas, S. Sam, H. Aliouat, A. Manseri, Y. Belaroussi, N. Gabouze, A. Y. Khereddine, J. Phys, Chem. Solids 73, (2012) 162-167.
- [37] A. Kaibi, A. Guittoum, R. M. Öksüzoglu , A.M. Yagci, M. Boudissa, M. Kechouane , Algiers, Algeria, 8, (2015).

[38] M.A.P. Yazdi, N. Fenineche, E. Aubry, A. Kaibi, A. Billard, J. Alloys Compd. 550 (2013) 252–257.

Chapitre II

**Techniques expérimentales :
Elaboration et caractérisation.**

Dans ce chapitre, nous présentons les méthodes d'élaboration utilisée pour la préparation des couches minces nanocristallines ($\text{Ni}_{75}\text{Fe}_{25}$), l'évaporation sous vide. Par la suite nous traitons les divers dispositifs de caractérisation structurales et magnétiques utilisés durant ce travail : la diffraction des rayons X en incidence rasante (GIXRD) magnétomètre à échantillon (VSM) : le système de MicroSence (EV7).

II. 1. Méthodes d'élaboration des couches minces $\text{Ni}_{75}\text{Fe}_{25}$:

II. 1. 1. Evaporation thermique :

L'évaporation thermique est la technique la plus courante 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. Enfin, l'évaporation et le dépôt d'alliages pourront être perturbés si les différents composés ont des températures de fusion et/ou des pressions de vapeur saturantes très différentes. Industriellement, la technique d'évaporation est très utilisée en optique (filtres, paraboles de phares,...etc.) en décoration, pour le revêtement de substrats en feuilles (emballages, condensateurs,...etc.) [1]. La chambre de l'évaporateur est un cylindre ou cloche démontable, en verre ou en acier, qui repose sur une platine munie d'un joint de caoutchouc circulaire et graissé (par de la graisse à vide) assurant l'étanchéité. Dans cette chambre on trouve le creuset, l'élément qui porte le matériau à évaporer. Il est souhaitable que le matériau à évaporer mouille la surface du creuset pour avoir un bon contact thermique. Il faut noter aussi que le matériau du creuset ne doit pas avoir une température de fusion plus basse que celle du matériau à évaporer, il doit aussi avoir une bonne conductivité électrique. Les creusets les plus courants sont à base de tungstène (W), de molybdène (Mo) et d'aluminium (Al) [2].

II. 1. 2. Evaporation par effet Joule :

L'effet Joule est un effet de production de chaleur qui se produit lors du passage du courant électrique dans un conducteur présentant une résistance. Il se manifeste par une augmentation de l'énergie thermique du conducteur et de sa température. L'effet porte le nom du physicien anglais James Prescott Joule qui l'a étudié vers 1860. Ce type d'évaporation consiste à déposer le matériau désiré par évaporation par un filament, nacelle ou creuset, généralement fabriqué à base de métaux réfractaires. (Tungstène, tantale, molybdène ou en alumine) dans une chambre sous vide de l'ordre 10^{-6} à 10^{-7} torr [3,4]. 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 [1]. Parmi les avantages de cette technique, on cite :

- Adapté aux applications électriques et optiques.
- Bon pouvoir de recouvrement.
- Vitesse de dépôt élevée (1nm/min à 10 μ m/min).
- Méthode simple d'utilisation.
- Haute pureté des matériaux.

et les inconvénients liés à cette technique sont :

- La contamination potentielle par la nacelle elle-même.
- L'impossibilité d'évaporer des métaux à haute température de fusion.
- La limite sur l'épaisseur de la couche déposée étant donnée la faible quantité de métal peut être déposée dans la nacelle.

II. 1. 3. Nettoyage des substrats et élaboration des échantillons :

Les processus de nettoyage jouent un rôle préalable sur la morphologie de surface et la précision des résultats obtenus. Le nettoyage des substrats de silicium se fait par une procédure purement chimique. Dans ce travail, les substrats utilisés sont le silicium monocristallin commercialisé (Si (100)) d'épaisseur 1mm, et des morceaux d'alumine (Al_2O_3) d'épaisseur 2mm. Ces substrats ont des faces parallèles et ont été découpés sous forme de carrés de dimensions 1cm \times 1cm.

Les échantillons ont ensuite été nettoyés dans un bain à ultrasons par les produits suivants : le méthanol, l'acide fluorhydrique, l'acétone et l'eau distillée. En suivant ces étapes :

- On prolonge les substrats de Si dans un bêcher plein de méthanol pendant 10min.

- On rince à l'eau distillé et on refait ce travail pour assurer un bon nettoyage.
- On les prolonge une autre fois mais maniement dans un bêcher d'acétone pour les dégraisser et les sécher.
- Finalement on les plonge dans un bêcher d'acide fluorhydrique durant 10 s pour le décapage de la couche d'oxyde natif SiO₂.

Le nettoyage des substrats ne passe pas une seule fois par ces étapes, mais plusieurs fois jusqu'à l'obtention de surface propre. Après on les conserve dans des boites propres. Après le nettoyage on aborde l'étape d'élaboration des échantillons. Une bonne qualité des films nécessite un bon nettoyage de tout l'environnement du dépôt. Pour cela, l'enceinte et tout ce qu'elle contient (le porte –substrat, le cache, le creuset...etc.) ont été nettoyés par le papier de laboratoire, puis nettoyage chimique à l'éthanol.

II. 1. 4. Technique d'élaboration des couches minces :

Pour l'élaboration des couches minces de Ni₇₅Fe₂₅ sur deux types de substrats, nous avons utilisé un évaporateur de marque MECA 2000 disponible au laboratoire ENMC à l'université de Ferhat Abbas de Sétif (Figure II. 1). L'évaporateur est principalement constitué d'une chambre de dépôt et d'un système de vide. Il est équipé des éléments suivants :

a) L'enceinte de l'évaporateur MECA 2000 est constituée d'une chambre cylindrique en acier, de 29 cm de diamètre interne, de 31 cm de diamètre externe et de 36 cm de hauteur.

A l'intérieur de l'enceinte, on peut créer un vide inférieur à 3.10^{-7} mbar (Figure II. 1. (a)). On trouve à l'intérieur de l'enceinte :

- Un porte substrat en acier, démontable, monté sur une tige en acier.
- Trois électrodes en cuivre sont fixées au bas de l'enceinte. Les creusets sont fixés sur ces électrodes.
- Un cache mobile, qui est une tôle métallique, est placé entre le porte substrat et le creuset. Il est fixé à un bras mobile de l'extérieur. Ce cache est utilisé pour masquer le substrat lors du décapage ionique et lors de la pré-évaporation.
- Un autre cache monté sur le trou d'évacuation reliant l'enceinte au groupe de pompage pour éviter l'intrusion de corps étrangers dans ce dernier.
- Une microbalance à quartz de marque MAXTECH-TM 350-ASF140 qui permet de mesurer l'épaisseur des couches déposées et leurs vitesses d'évaporation, ceci après avoir injecté l'impédance acoustique et la densité du matériau que l'on désire évaporer et sa fréquence de résonance donnée par la relation :

$$f_0=N/dq \quad \text{(II. 1)}$$

Où :

N : Constante donné par la relation $N=1.6710 \text{ Hz mm}$

dq : Epaisseur de quartz (mm) $e=0.33\text{mm}$.

La lecture de la vitesse d'évaporation et de l'épaisseur de la couche déposée et de la fréquence du pastis de quartz se fait directement sur le moniteur.

b) Grace à un sélectionneur (Figure II. 1. (a)) on choisit les électrodes souhaitées pour les relier à l'alimentation. L'alimentation en courant est capable de délivrer un courant de 200A sous une tension de 20V.

c) La lecture des différents paramètres mesurés (vitesse d'évaporation, épaisseur ...etc.) se fait directement sur le moniteur.

d) Une jauge à vide Piranie est utilisée pour mesurer la variation de la pression. Cette jauge est de marque ALCATEL, type ACC 1009. Elle est fixée sur la pompe turbo-moléculaire et reliée avec un contrôleur simple voie de marque ALCATEL, type ACS1000. L'ensemble (jauge +contrôleur) mesure la pression totale de l'enceinte à vide.

Le groupe de pompage de l'évaporateur de marque ALCATEL contient :

- Une pompe primaire ALCATEL model Pascal 2015SD.
- Une pompe turbo-moléculaire de marque ALCATEL mode ATP (150).
- Un contrôleur de vide : la jauge de Pirani de marque ALCATEL model 600 T, permet de mesurer la pression totale de l'enceinte à vide.

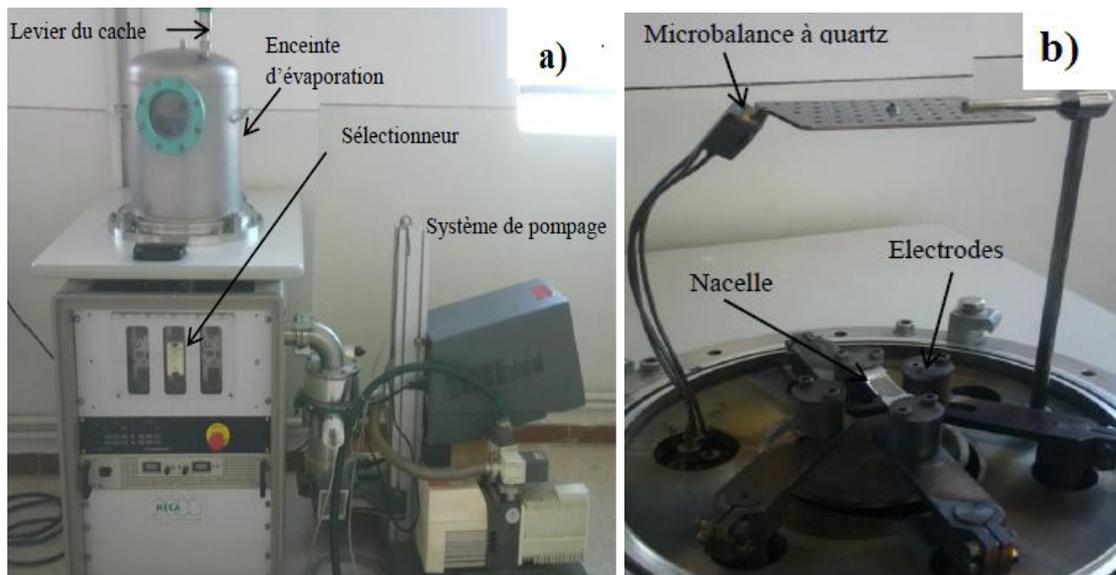


Figure II. 1. Appareillage utilisé pour l'élaboration des couches minces permalloy : Evaporateur MECA 2000. b) La chambre de dépôt.

II. 1. 4. 1. Mesure des épaisseurs par oscillateur à quartz :

Une mesure préliminaire des épaisseurs de nos couches minces à l'aide d'un oscillateur à quartz piézoélectrique durant le dépôt a été faite. Cet oscillateur à quartz permet aussi de contrôler la vitesse de dépôt de chaque évaporation. Ce type d'oscillateur contient un monocristal de quartz sous forme de plaquette de diamètre 10 mm et d'épaisseur 1 mm. Il présente dans chacune de ces faces une électrode conductrice. La mesure de la fréquence (f) propre aux oscillations du cristal nécessite l'utilisation d'un fréquencesmètre. Le carré de la fréquence du quartz est inversement proportionnel à sa masse (m) [5].

$$f^2 = \frac{1}{4\pi^2} \cdot \frac{c}{m} \quad (\text{II. 2})$$

Avec c est la force de rappel.

Lorsqu'une couche mince est déposée sur la plaquette de quartz, la fréquence f du quartz change de Δf et la masse augmente de Δm telle que :

$$2 \frac{\Delta f}{\Delta m} = \frac{\Delta m}{m} \quad (\text{II. 3})$$

Cette variation de la fréquence propre du quartz présente une dépendance linéaire avec la masse déposée. Cette propriété est conservée uniquement dans le domaine où la force de rappel est constante.

$$f = f_0 \left(1 - \frac{\Delta m}{2m} \right) \quad (\text{II. 4})$$

f_0 : La fréquence propre du quartz sans dépôt.

f : La fréquence du quartz chargé d'une masse Δm .

Pour un tel quartz, toute variation de f_0 entraîne une variation de f telle que :

$$\Delta f = \left(1 - \frac{\Delta m}{2m} \right) \Delta f_0 \quad (\text{II. 5})$$

Les valeurs des épaisseurs de nos échantillons mesurés par l'oscillation du quartz ne sont pas fiables à 100%. Donc, il est bien de confirmer ces épaisseurs par d'autres méthodes de mesure d'épaisseur comme XRR (X- Ray Reflectivity en anglais) et aussi la RBS (Rutherford Backscattering Spectroscopy en anglais) comme une technique de caractérisation structurale permettant la détermination des épaisseurs, la vitesse de chaque dépôt et l'état de la surface et de l'interface.

II. 2. Technique de caractérisations structurales :

La caractérisation des couches minces a été entreprise par différents moyens complémentaires. La structure des films a été étudiée par diffraction des rayons X rasante (GIXRD). La technique permet d'identifier les phases cristallines en présence ainsi que la texture.

II. 2. 1. Diffraction des rayons X :

La diffraction des rayons X est la plus ancienne et la puissante méthode d'analyse de la structure des matériaux, avec une profondeur de pénétration supérieure de 10 μm et une résolution en profondeur de 200\AA [6]. Les rayons X sont des radiations électromagnétiques avec des énergies de photons dans l'intervalle 100 eV-100 KeV. Dans les applications de la diffraction de rayons X, seules les courtes longueurs d'onde (rayons X durs) de quelques angströms à 0.1 angströms (1 KeV – 100 KeV) sont utilisées. Du fait que la longueur d'onde des rayons X est comparable à la dimension atomique, et qu'ils peuvent pénétrer profondément dans la matière, alors on les utilise pour fournir des informations sur la structure cristalline, particulièrement la taille et l'orientation des cristallites.

II. 2. 1. 1. Principe de la technique :

La méthode la plus simple d'obtention d'un faisceau intense de rayons X est de bombarder dans le vide une anticathode métallique par un faisceau d'électrons accélérés par une tension continue de quelques dizaines de kilovolt. Le rendement énergétique en rayonnement X est de l'ordre de 0.5% à 2% (lié à la probabilité de l'interaction favorable électron – matière); la plus grande partie de l'énergie du faisceau d'électrons incidents est transformée aux ions métalliques sous forme de vibrations thermiques, ce qui exige un refroidissement important de l'anticathode. Si l'énergie des électrons est suffisante pour exciter les niveaux de cœur (K, L, M...etc.) des atomes de l'anticathode, leur désexcitation produit l'émission de photons X. Les cibles les plus communes utilisées dans les tubes à rayons X sont en cuivre et en molybdène, émettant des énergies d'onde d'environ 8.04\AA et 17.44\AA , ce qui correspond à des longueurs d'onde d'environ 1.54\AA et 0.71\AA respectivement.

Les photons X diffractés par les plans du matériau sont détectés par le détecteur, lorsque l'échantillon tourne d'un angle θ , le détecteur tourne à son tour d'un angle 2θ et ne collecte que les rayons diffractés par les plans cristallins (hkl) sous un angle θ vérifiant la loi de Bragg (Figure II. 2) :

$$2 d_{(hkl)} \sin\theta = n \lambda_{(hkl)} \quad \text{(II. 6)}$$

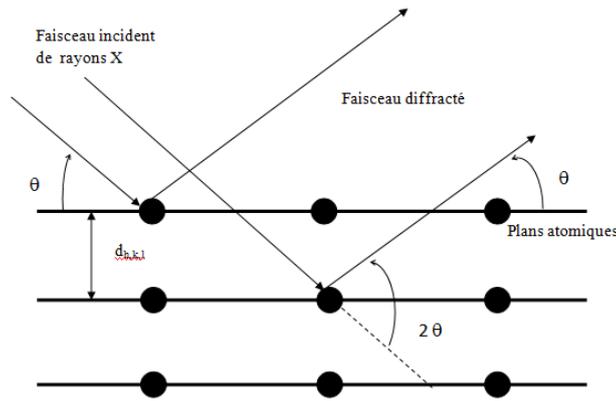


Figure II. 2. Schéma présente diffraction des rayons X (la loi de Bragg).

II. 2. 1. 2. Diffraction des rayons X en incidence rasante (GIXD) :

La diffraction des rayons X en incidence rasante (Grazing Incidence X-Ray Diffraction en anglais) est une technique qui permet de déterminer la distribution 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. Aussi, l'échantillon et le tube des RX, un faible angle θ variant de 1° à 10° (selon l'épaisseur du film analysé), sont laissés fixes et on réalise le balayage 2θ par le mouvement du détecteur et l'échantillon. Cette configuration permet l'analyse de couches très minces car la profondeur analysée est beaucoup plus mince que dans la configuration symétrique ($\theta - 2\theta$ ou $\theta - \theta$) [7]. Cette technique non destructive a ouvert de nouvelles perspectives dans l'étude des modifications de la structure cristalline de surface d'acier, mais bien que soumise à de fortes limitations, l'utilisation en laboratoire est possible, particulièrement dans le cas d'échantillons polycristallins obtenus par traitement de surface ou par dépôt.

II. 2. 2. Dispositif expérimental et paramètres de mesure :

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 (θ - 2θ). 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 scellée 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 $0,5^\circ$.

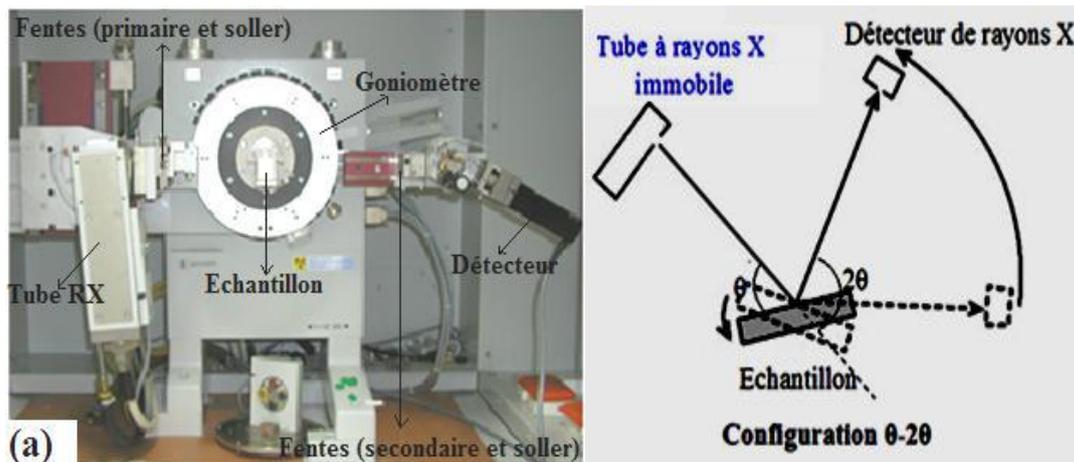


Figure II.3. Diffractomètre du type Bruker 4-cercle D8 Discover en géométrie Bragg Brentano (θ - 2θ).

II. 3. Caractérisations magnétiques :

Il existe plusieurs techniques de caractérisations magnétiques pour l'étude des propriétés magnétiques d'un matériau ferromagnétique (cycle d'hystérésis, champ coercitive, squarness température de Curie...etc.). Dans ce travail, pour les couches minces de $Ni_{75}Fe_{25}$, nous avons utilisé le magnétomètre à échantillon vibrant (VSM) modèle MicroSense EV7.

II. 3. 1. Le magnétomètre à échantillon vibrant (VSM) :

Le magnétomètre à échantillon vibrant (VSM) est une technique de caractérisation magnétique. Il permet de déterminer les propriétés magnétiques de couches minces, bicouches, multicouches et de petits cristaux de nature diverse (ferromagnétiques, oxydes magnétiques ...etc.); tels que boucle d'hystérésis boucle des matériaux, la courbe de magnétisation, la courbe de réchauffement, la courbe de réchauffement/refroidissement, la courbe de refroidissement et les variations de la température que le temps s'en va en fonction du champ magnétique extérieur appliqué (on peut appliquer le champ magnétique extérieur dans le plan du film ou perpendiculaire au film) et de la température (pour le cas des mesures des cycles d'hystérésis à base et haute température). Le principe de fonctionnement du VSM repose sur la mesurer du flux (F) induit dans un bobinage par déplacement périodique de l'échantillon. On utilise dans cette méthode de caractérisation, un système du bobinage de mesure avec une amplitude constante. On fait vibrer un échantillon placé au centre de ce bobinage, verticalement (axe z) avec une fréquence (Figure II. 4). L'un des intérêts de cette méthode de mesure est sa rapidité car les dérives parasites gênantes sont des signaux pseudo-continus éliminés par la détection synchrone [8].

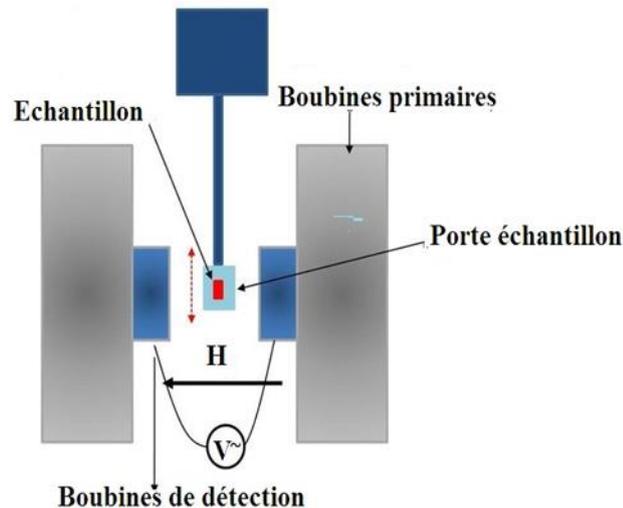


Figure II. 4. Schéma du système de vibration.

II. 3. 2. Le système de MicroSense EV7 (Vibrating Sample Magnetometer en anglais) :

VSM modèle EV7 est un appareil qui mesure les propriétés magnétiques des échantillons synthétisés (Figure II. 5). Le champ magnétique fourni peut arriver jusqu'à 2,1 Tesla et la plage de température des mesures est entre 100 K et 1000 K. Nous avons caractérisés tous les échantillons à un champ magnétique de 1,5 Tesla à température ambiante



Figure II. 5. Vue d'ensemble du VSM (ADE, Pittsburgh, PA).

Les mesures magnétiques effectuées sont [9] :

- Les mesures peuvent être faites selon une configuration possible, avec le champ magnétique perpendiculaire, $\phi_H=90^\circ$ au plan des couches.

- Les courbes d'aimantation en fonction du champ magnétique $M(H)$ à un champ magnétique de 500 Oe.

Les avantages de l'utilisation du système de microsenec EV7 [9] :

- Bruit inférieur à $0,1 \mu\text{emu}$ dans un espace échantillon utilisable.
- Bruit de champ aussi faible que 5 mOe.
- Aucun changement matériel entre le refroidissement et le chauffage de 77K à 1000K.
- Four / cryostat monté sur glissière pour un changement rapide entre température ambiante et températures basses / hautes.
- Nouvelle option haute température 300K-1273K.
- Alimentation magnétique aimantée, sûre et fiable.

Références bibliographiques :

- [1] O. Boudrifa, mécanisme de formation de couches minces de Fer-Nickel obtenues par CVD, thèse de magistère, Univ Farhat Abbas, 2010-2011.
- [2] I. Djouada, étude de propriétés structurales et magnétiques des couches minces ferromagnétiques à base de métaux de transition, thèse de doctorat, Univ Ferhat Abbas, 2012.
- [3] S. P. Murarka, Mater letters 1, (1982) 26.
- [4] K. N. Tu, J. W. Mayer, Ed wileyinterscience, (1978) 359.
- [5] J. J. Bessot. Enseignement des techniques du vide. Tome I.
- [6] F. M. d'heurle, C. S. Petersson, L. Stolt et B. Strisker, journal of applied physics, 53, (1982) 5678- 5681.
- [7] A. Grine, élaboration et caractérisation par RX d'oxydes sou forme de couches minces, thèse de magistère, Univ des frères Mentouri, 2015.
- [8] M. Hemmous, étude des propriétés physiques des couches minces de Ni et des bicouches Ni/Cu préparées par évaporation sous vide, thèse de doctorat, Univ Ferhat Abbas, 2014-2015.
- [9] A. Kaibi, Elaboration et étude des propriétés Structurales Microstructurales, Hyperfines et Magnétiques des nanomatériaux NiFe, thèse de doctorat, Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene (USTHB) - Alger, Algérie, (2019).

Chapitre III :
Etude des propriétés structurales et
magnétiques des couches minces
Ni₇₅Fe₂₅.

Ce chapitre contient une présentation des résultats expérimentaux d'élaboration des couches minces de permalloy déposées par la méthode physique " évaporation thermique " sur différents substrats. Il traite l'effet de substrat et l'épaisseur sur les propriétés structurales et magnétiques des films de permalloy. Les propriétés structurales ont été étudiées par la diffraction des rayons X en incidence rasante (GIXRD) et les propriétés magnétiques par le magnétomètre à échantillon vibrant (VSM).

III. 1. Les propriétés structurales des films Ni₇₅Fe₂₅ élaborés :

Les couches minces Ni₇₅Fe₂₅ ont été déposés à partir des poudres de taille nanométrique par la méthode de l'évaporation thermique, sur deux types de substrats avec différentes épaisseurs (45nm, 127nm, 250nm) 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), le vide créée dans l'enceinte peut atteint jusqu'à 10⁻⁶ mbar. Les couches obtenues ont été caractérisé par la diffraction des rayons X en incidence rasante (GIXRD).

III. 1. 1. Analyse structurale par la diffraction des rayons X :

L'analyse des propriétés structurales des couches minces de NiFe avec différentes épaisseurs a été effectuée par DRX en incidence rasante (θ -2 θ) qui permet l'identification des phases en présence et la détermination de l'orientation des graines par assignation des indices de Miller (hkl) aux différents pics enregistrés en utilisant la condition de Bragg, pour ce faire nous avons utilisé un angle d'incidence de 0,5°. Nous avons balayé une gamme angulaire entre 20° et 70° avec un pas de 0,05° [1], cette gamme est pratiquement suffisante pour l'identification des principaux pics qu'ont été indexé par la fiche A.S.T.M (American Society for Testing and Materials en anglais). La courbe suivante présente le diffractogramme des couches minces Ni₇₅Fe₂₅ de différentes épaisseurs (45nm, 127nm et 250nm) déposée sur le silicium (figure III. 1), parmi les différentes informations sur la structure cristalline des échantillons qui nous avons calculé est le paramètre de maille a (Å) et la taille des graines.

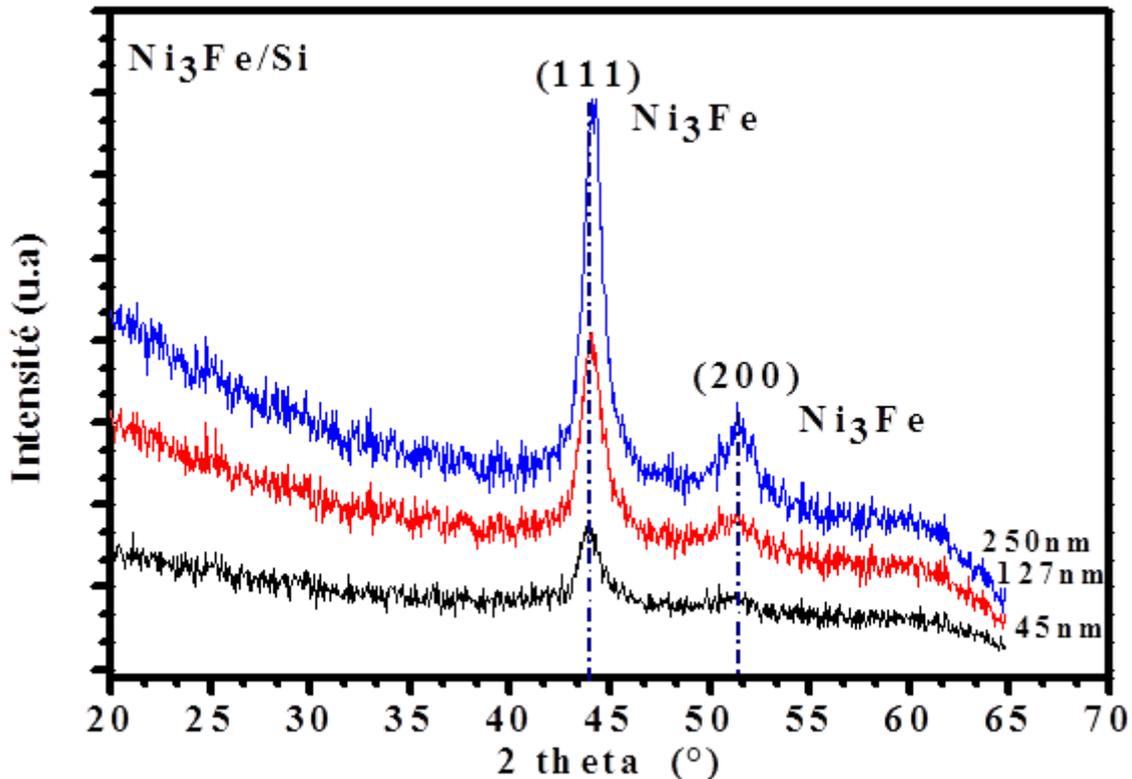


Figure III. 1 : Le spectre de la diffraction des rayons X des couches minces de Ni₇₅Fe₂₅ /Si en fonction des épaisseurs.

La figure III.1 représente un diffractogramme des couches minces Ni₇₅Fe₂₅ déposées sur un substrat de silicium pour différentes épaisseurs, Pour l'échantillon d'épaisseur 45nm nous avons observé la présence d'un seul pic situé à $2\theta = 43.96^\circ$ a été indexé comme étant le pic (111) de la structure cubique à faces centrées (CFC) d'alliage NiFe. Cette couche présente, une orientation préférentielle selon la direction $\langle 111 \rangle$. Pour les films de Py (Ni₇₅Fe₂₅) plus épais (127 nm et 250 nm), nous avons remarqué l'apparition de deux pics qui augmente en intensité avec l'augmentation de l'épaisseur situés à des positions de $2\theta = 44.24^\circ$ et $2\theta = 51.38^\circ$, ces pics ont été identifiés sur la fiche A.S.T.M qui correspondent respectivement aux plans de réflexions (111) et (200) de la phase de structure cubique a face centre (CFC) Ni₃Fe, a partir le calcul de rapport des intensités des pics par rapport au pic le plus intense : $I_{(200)}/I_{(111)}$ on considère que les films ont une structure polycristallines [1].

Cela a été également observé par d'autres chercheurs D. Nikolay et al. [2] ont observé une forte orientation préférentielle dans la direction $\langle 111 \rangle$ en utilisant un substrat de silicium. Aussi les travaux de A. Guittoum et al. [3] ont trouvé une forte orientation préférentielle suivant la direction (111) pour des films de NiFe évaporé sur Si (111). Ils ont observé aussi un changement dans la texture des films de Py en fonction des épaisseurs et du type de substrats.

III. 1. 2. Evolution du paramètre de maille :

Le paramètre de maille est un facteur important, il permet de renseigner 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, la couche mince Ni₇₅Fe₂₅ à une structure cubique à faces centrées, d'après les formules suivantes on peut calculer le paramètre de maille :

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

$$2d_{hkl} \sin \varnothing = n \lambda \quad (\text{III. 2})$$

Où :

d_{hkl} : distance inter réticulaire.

a (Å) : paramètre de maille.

λ_{cu} : la longueur d'onde des rayons X ($\lambda_{cu}=1.5406\text{Å}$).

h, k, l : indices de Miller.

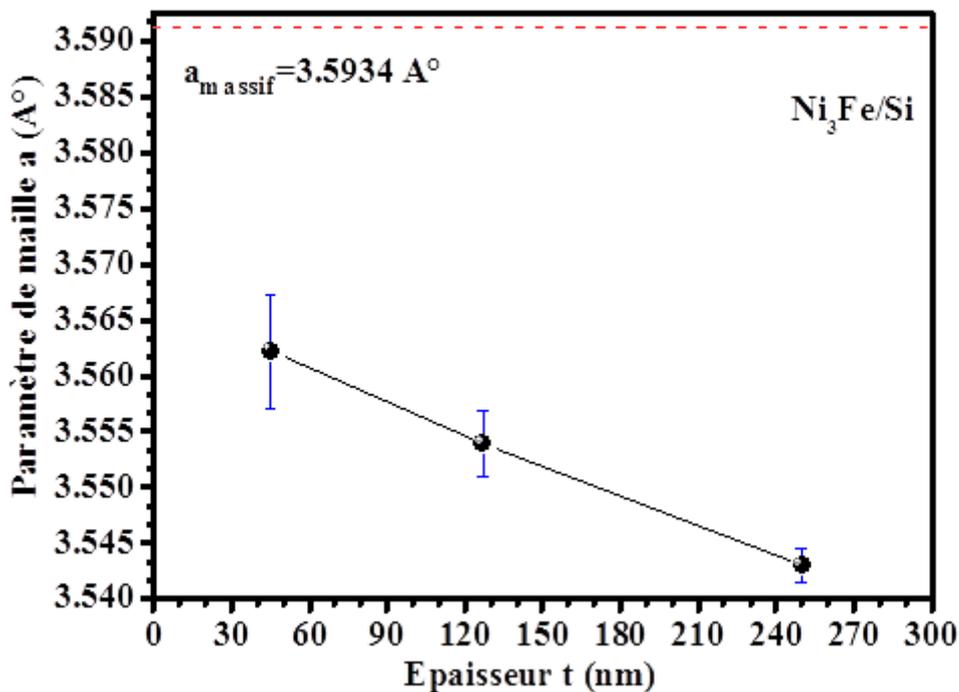


Figure III. 2. Evolution du paramètre des couches minces de Ni₇₅Fe₂₅ /Si de maille en fonction de l'épaisseur.

L'évolution du paramètre de maille en fonction de différentes épaisseurs représentées dans la figure III.2. Nous avons remarqué que le paramètre de maille diminue en fonction de l'épaisseur, En effet les valeurs du paramètre de maille passent de (3.5621 ± 0.0050) Å pour

45 nm, (3.5539 ± 0.0029) Å pour 127 nm à (3.5430 ± 0.0014) Å pour 250 nm [1]. La diminution du paramètre de maille indique que le réseau subit une contrainte de compression. Il est à noter que toutes les valeurs du paramètre de maille obtenues pour les couches minces Ni₇₅Fe₂₅ sont inférieures à celle du massif ($a_{\text{massif}} = 3.5900$ Å). Cette différence entre les valeurs expérimentales du paramètre de maille et la valeur du massif est probablement due aux contraintes homogènes et compressives [1].

Ces résultats sont d'accord avec les résultats des travaux de A. Kaibi et al. [4] qui ont élaboré les films de permalloy sur substrat de Si avec différentes épaisseurs variant de 16 nm à 250 nm. Les auteurs ont obtenu que le paramètre de maille diminue en fonction de l'épaisseur. S. Lamrani [1] qui a étudié le Py/Si par l'évaporation sous vide. Elle a trouvé que le paramètre de maille diminue en fonction de l'épaisseur, la valeur de paramètre de maille est égale à 3.5298 Å pour 16nm et 3.5109 Å pour 90 nm.

III. 1. 3. Evolution de la taille moyenne des grains :

L'analyse de diffraction des rayons X est un outil très important pour étudier la croissance cristalline d'une couche mince. Il nous permet de calculer la taille moyenne des grains qui peut jouer un rôle important dans les propriétés physiques (électriques, magnétiques ...des matériaux). La taille moyenne des grains est estimée à partir de la largeur à mi-hauteur d'un pic de diffraction selon la relation classique de Scherrer :

$$D_{(nm)} = \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta_{hkl}} \quad \text{(III. 3)}$$

Avec :

λ : La longueur d'onde de la raie $K_{\alpha 1}$ des rayons X ($\lambda_{\text{cu}} = 1.5406 \text{ \AA}$).

K : La constante de Scherrer pour ce cas $K=0.9$.

β : Largeur à mi-hauteur (FWHM : full width at half maximum en anglais) ont été déterminer pour tous les pics de diffraction pour chaque échantillon pour chaque échantillons, à l'aide de programme ORIGIN.

θ : Angle de diffraction.

La figure III. 3. présente l'évolution de la taille moyenne des grains en fonction de l'épaisseur, nous avons observé que la taille des grains augmente avec l'augmentation de l'épaisseur. Les valeurs de la taille des grains varient entre $(9,503 \pm 1)$ nm pour l'épaisseur 250nm à $(6,659 \pm 1)$ nm pour l'épaisseur 45 nm.

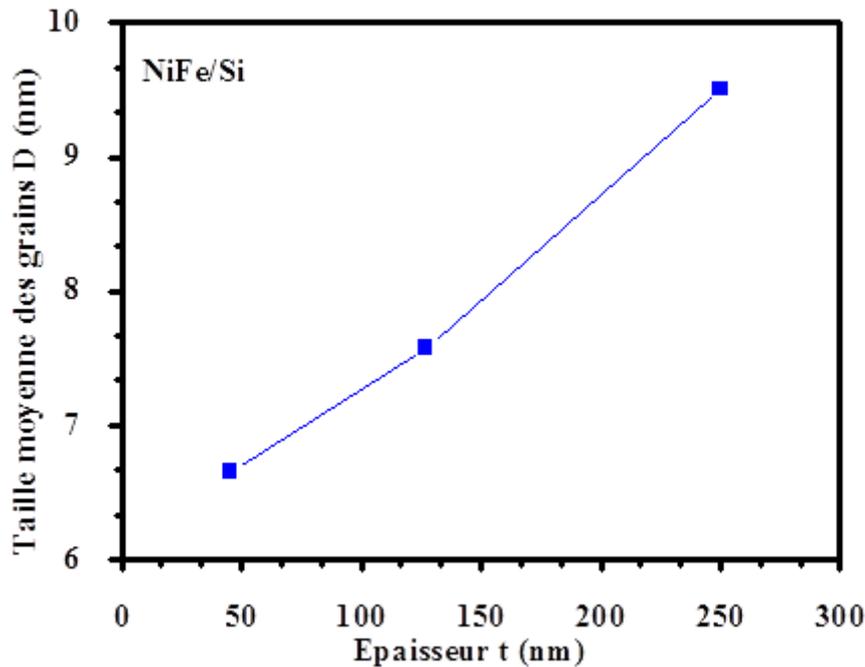


Figure III. 3. Evolution de la taille moyenne des grains des couches minces de Ni₇₅Fe₂₅ /Si en fonction de l'épaisseur.

Notons que le phénomène de soudage des grains est dû probablement à l'augmentation de l'épaisseur de la couche. L'évolution de la taille des grains s'explique par l'accumulation des grains et/ ou l'agglomération des cristallites lors de l'augmentation de l'épaisseur des couches minces. En outre, il serait bon de mentionner que A. kaibi [16] a trouvé que pour des films de Py évaporés sur des substrats de verre et de silicium, la taille des cristallites augmente avec l'augmentation des épaisseurs. C. Nacereddine et al. [5] ont préparé des films de Ni par évaporation sous vide sur des substrats de cuivre (Ni/Cu). Les auteurs ont observé par MEB des tailles moyennes des grains entre 50 nm et 73 nm pour une épaisseur de 54 nm. M. Hemmouss [6] a observé des gros grains de forme circulaire et de taille de 45 nm à 100 nm et d'autres grains de taille plus petite (sous grains) de l'ordre de 15 nm pour la série Ni/Cu.

III. 2. Les propriétés magnétiques des films Ni₇₅Fe₂₅ :

Les cycles d'hystérésis sont des courbes d'aimantation en fonction de champ appliqué, ont été obtenues en utilisant le magnétomètre à échantillon vibrant VSM.

Pour étudier l'effet de l'épaisseur et le type de substrat sur les paramètres magnétiques tels que l'aimantation à saturation M_s , le champ coercitif H_c et le squarness S des couches minces nanostructurés Ni₇₅Fe₂₅ nous avons effectué des mesures de cycles d'hystérésis avec différentes

épaisseurs sur deux types de substrats (Si et alumine). Les cycles d'hystérésis ont été enregistrés pour un champ magnétique appliqué dans la direction perpendiculaire de plan du film ($\varphi=90^\circ$) Les cycles d'hystérésis des échantillons de NiFe/Si(100) avec des épaisseurs 45nm, 127nm et 250nm sont illustrées sur la figure III.4. Les mesures magnétiques de couches Ni₇₅Fe₂₅ /Si sont faites dans la gamme du champ magnétique.

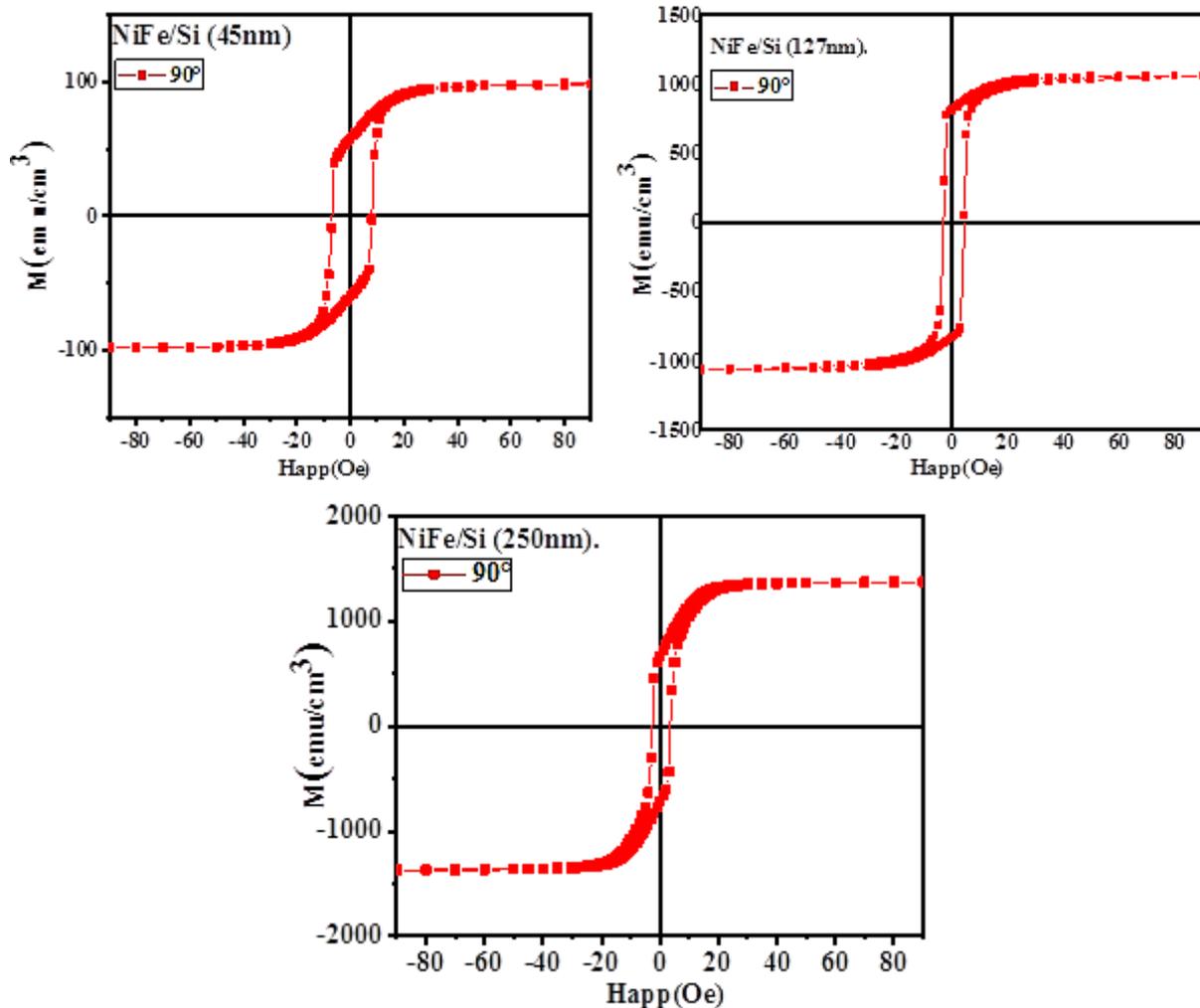


Figure III. 4. Cycles d'hystérésis montrent l'évolution de l'aimantation en fonction du champ appliqué dans la direction perpendiculaire ($\varphi_H = 90^\circ$) de plan des couches minces Ni₇₅Fe₂₅/Si avec des épaisseurs 45nm, 127nm et 250nm.

Pour les couches minces nanostructures déposées Ni₇₅Fe₂₅ sur Al₂O₃, les mesures magnétiques enregistrées pour deux épaisseurs 45nm et 127nm a champ magnétique appliqué dans la direction perpendiculaire de plan du film ($\varphi=90^\circ$) variant de -2 kOe à 2 kOe (voire Figure III. 5).

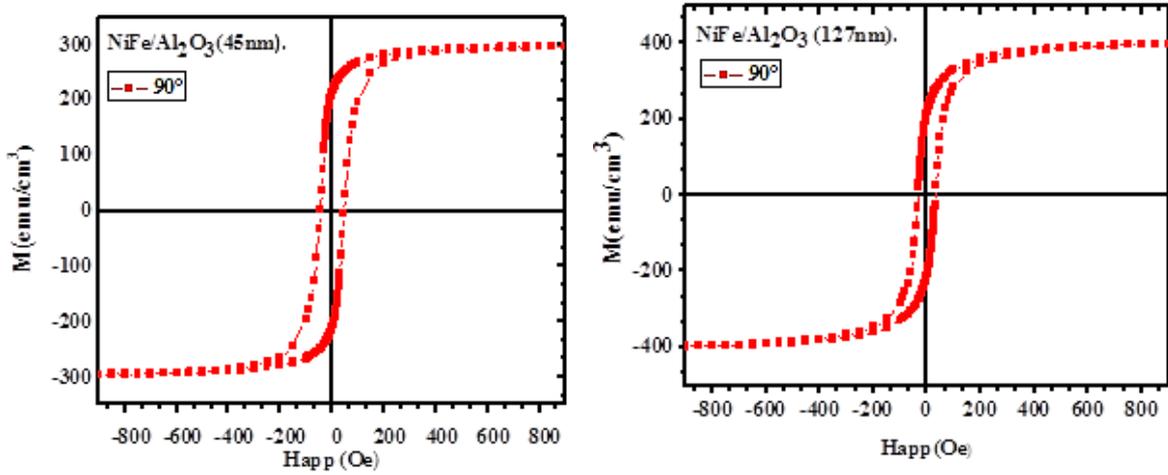


Figure III. 5. Cycles d’hystérésis montrent l’évolution de l’aimantation en fonction du champ appliqué dans la direction perpendiculaire ($\phi_H = 90^\circ$) de plan des couches minces Ni₇₅Fe₂₅/Al₂O₃ avec des épaisseurs 45nm, 127nm et 250nm.

Les courbes montrent que tous les échantillons sont clairement ferromagnétiques, qui révèlent un caractère magnétique doux. Lorsque le champ magnétique est appliqué dans la direction perpendiculaire de plan des films, les cycles d’hystérésis ont une forme carrée étroite ou l’aimantation à saturation relativement élevée et la coercivité d’une valeur plus faible. A partir de ces courbes nous avons déterminé les valeurs de l’aimantation à saturation M_s (emu/cm³), champ de coercivité (H_c) et le squarness S pour différentes épaisseurs.

III. 2. 1. Evolution de l’aimantation à saturation M_s :

L’aimantation à saturation est une propriété intrinsèque du matériau. Dans un corps ferromagnétique, elle est définie comme étant le moment magnétique par unité de volume. Les corps ferromagnétiques à l’équilibre sont caractérisés par une aimantation globale nulle, car pour diminuer son énergie, le corps ferromagnétique se subdivise en domaines magnétiques d’aimantations individuelles non nulles, mais avec des orientations différentes et dont la somme statistique est nulle [7]. Si on applique un champ magnétique H extérieur dans la direction perpendiculaire de plan du film une boucle d’hystérésis est observée, à partir de ces courbes on détermine les valeurs de l’aimantation à saturation M_s .

L’évolution de l’aimantation à saturation en fonction de l’épaisseur montrée sur la figure III. 6. (a) et (b) pour les deux séries des échantillons Ni₇₅Fe₂₅ déposées sur silicium et Al₂O₃. Nous avons observé le même comportement de l’évolution de l’aimantation à saturation M_s , avec l’augmentation de l’épaisseur dans les deux types de substrat et les valeurs de M_s augmente avec l’augmentation de l’épaisseur.

Les grandes valeurs de Ms enregistrées dans les échantillons de Ni₇₅Fe₂₅/Si de grande épaisseur qui atteint 1376 et 410 emu/cm³ pour les couches de Ni₇₅Fe₂₅/Si et Ni₇₅Fe₂₅ /Al₂O₃ respectivement. La comparaison des valeurs de l'aimantation à saturation, montre que l'aimantation à saturation est différente d'un substrat à un autre. 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 [8]. La Variation de l'aimantation à saturation pour les éléments alliés NiFe est aussi due à l'addition du fer au nickel. On conclut que l'aimantation à saturation dépend considérablement au type de substrat utilisé (silicium et alumine) [8].

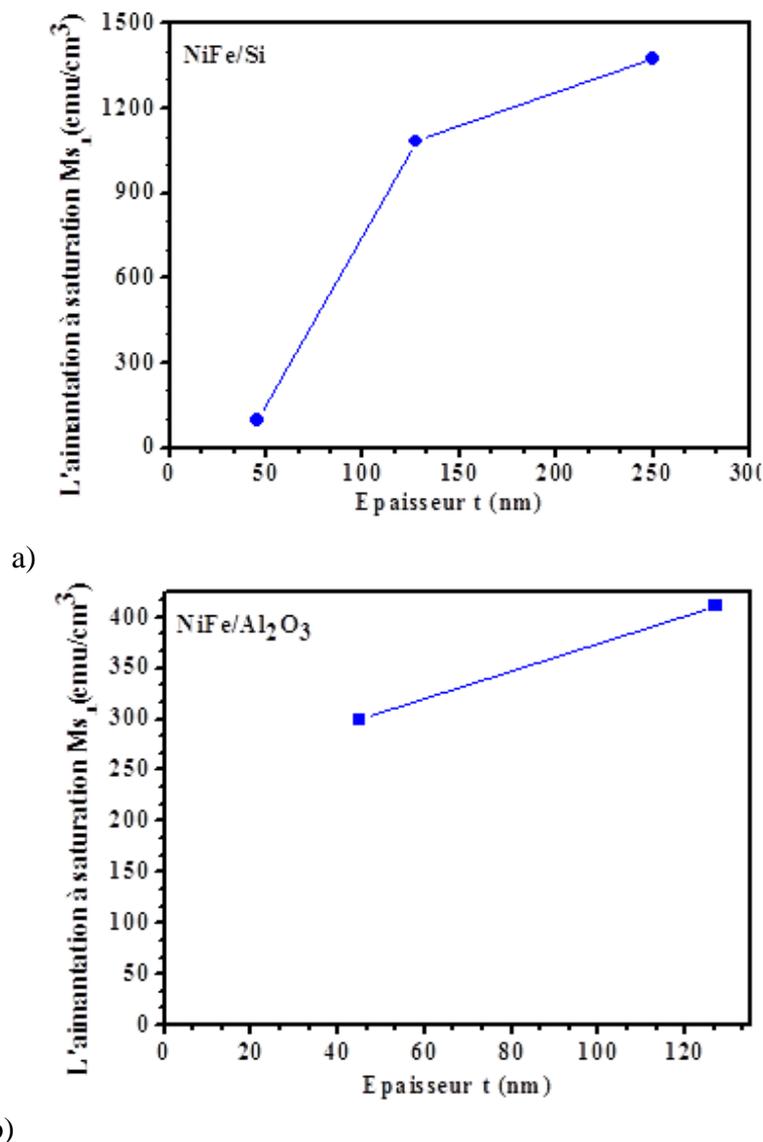


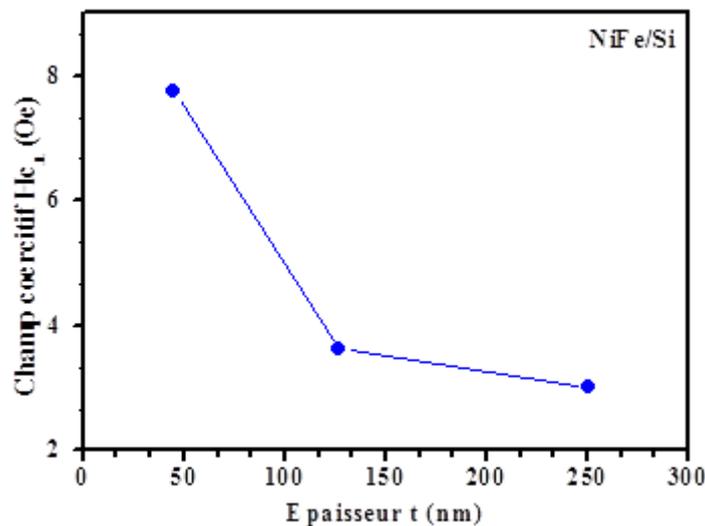
Figure III. 6. Evolution de l'aimantation à saturation en fonction de l'épaisseur des couches minces Ni₇₅Fe₂₅ : a) déposées sur substrat de silicium. b) déposées sur substrat de Al₂O₃.

L'augmentation de l'aimantation à saturation est dû à l'augmentation des nombres des moments magnétiques (nucléation facile) qui affectés par le volume des séries d'échantillons et leurs rotation cohérent qui se produit surtout à champ forte (0.5KOe dans ce cas) [8], aussi une faible anisotropie : l'énergie de paroi faible donc le déplacement des moments magnétiques est très facile, (même direction au champ appliqué).

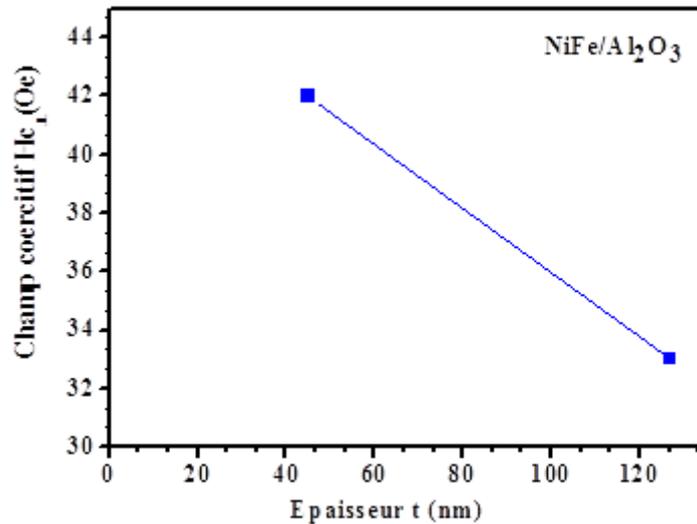
Ces résultats sont en bon d'accord avec ceux publiés par L. Phua et al. [9] qui ont élaboré des couches minces NiFe par l'effet de joule sur substrat de Si. Ils ont trouvé que l'aimantation à saturation du film tel que déposé à la température 350°C est égale à 68.29 emu/cm³, les valeurs sont comprises entre 11.34 et 205.51 emu/cm³. On peut citer aussi les travaux de R. Chavan et al. [10] qui ont utilisé la technique chimique de spray pyrolyse pour déposer les couches minces de ferrite de nickel. Ils ont trouvé l'aimantation à saturation augmente de 68.29 emu/cm³ à 205.24 emu/cm³ avec l'augmentation de la température (entre 400 C° et 550 C°).

III. 2. 2. Evolution du champ coercitif H_c :

Le champ coercitif est un paramètre extrinsèque très important dans les propriétés des couches minces ferromagnétiques. Une forte corrélation est trouvée entre le champ coercitif et les paramètres de dépôt, citons le temps de dépôt, ce dernier permet de régler le champ coercitif voulu pour une application donnée [11]. Les valeurs du champ coercitif sont toujours estimées à partir des cycles d'hystérésis en effectuant un zoom sur la région central des cycles pour relever la valeur du champ ou l'aimantation est nulle.



a)



b)

Figure III. 7. Evolution de champ coercitif en fonction de l'épaisseur des couches minces Ni₇₅Fe₂₅ : a) déposées sur substrat de silicium. b) déposées sur substrat de Al₂O₃.

La figure III. 7. (a) et (b) présente l'évolution de champ coercitif en fonction de l'épaisseur des couches minces Ni₇₅Fe₂₅ déposées sur les deux types de substrats (Si et Al₂O₃). Nous avons observé que le champ coercitif diminue avec l'augmentation de l'épaisseur pour les deux substrats. On remarque que la plus faible valeur de coercitivité enregistrée dans les couches minces Ni₇₅Fe₂₅/Si que ceux de la série Py/verre. Les valeurs de M_s diminuent jusqu'à la valeur minimale de 3,01 Oe pour les films Ni₇₅Fe₂₅/Si d'épaisseur 250nm (Figure III. 4. (a)). et 33 Oe pour Ni₇₅Fe₂₅/ Al₂O₃ d'épaisseur 127 nm (Figure III. 4. (b)). Cette diminution du champ coercitif peut donc être attribuée aux fluctuations de l'épaisseur de la couche magnétique, modèle approprié pour les parois de Bloch. Au-delà de la valeur de l'épaisseur critique, la diminution du champ coercitif peut être liée au nombre de joints de grains qui a augmenté du fait de la diminution de la taille des grains. Ces joints de grains à la surface des couches de NiFe peuvent accrocher les parois, le champ nécessaire pour les décrocher n'en sera que plus important d'où la diminution du champ coercitif. On généralement les valeurs du champ coercitif sont également tributaires des défauts, de la taille des grains, des joints de grains, des impuretés, de l'état de surface et d'interface [11]. Le comportement de H_c en fonction de l'épaisseur diffère d'un substrat à l'autre. Nous avons conclu à partir ces résultats que l'effet de type de substrat très important pour les propriétés magnétique ou structurales et la couche déposée sur silicium présente douce propriété magnétique.

A titre de comparaison on peut citer les travaux suivants : Kim et al [12] ont montré une diminution de champ coercitif avec l'augmentation de l'épaisseur.

M. A. P. Yazdi et al. [13] ont étudié l'effet de l'épaisseur sur les couches minces de Py élaborées par pulvérisation DC magnétron sur des substrats de verre et Al₂O₃. Les auteurs ont noté que la coercivité diminue et que le moment magnétique augmente lorsque l'épaisseur du film augmente. Pour les couches minces de Fe_{100-x}Ni_x, Herzer développe la dépendance du champ coercitif en fonction de la taille des grains est approximativement en D⁶. L'explication repose sur le concept d'anisotropie aléatoire évanescence. Il trouve qu'il existe une longueur spécifique d'échange à partir de laquelle le parallélisme des moments est imposé par le couplage d'échange entre spins dans les composés ferromagnétiques [14]. N. Guechi et al. [15] ont trouvé pour une très petite taille de grain, H_c ne devrait pas dépendre fortement de la taille de grain car la largeur de la paroi du domaine magnétique est probablement plus petite que la taille cristallite. Par conséquent, la variation du champ coercitif est liée à la variation de la rugosité à l'exception de la faible coercivité obtenue près de la composition de permalloy.

References bibliographies :

- [1] S. Lamrani, étude des propriétés structurales et magnétiques des couches minces de Permalloy élaborées par évaporation sous vide et électrodéposition, thèse de doctorat, Univ Mouloud Mammeri, 2015-2016.
- [2] Nikolay Djuzhev, Aleksey Iurov, Nikita Mazurkin, Maksim Chinenkov, Aleksay Trivonof, et Marina Pushkina, web of conferences 185 MISM 2017, 4, (2018) 2-4.
- [3] A. Guittoum, A. Bourzami, A. Layadi and G. Schmerber, Eur. Phys. J. Appl. Phys. 58 (2012)
- [4] A. Kaibi, A. Guittoum, R.M. Öksüzöğluc, A.M. Yağcic, M. Boudissad and M. Kechouane, Appl.Sur.Sci. 350 (2015) 50-56.
- [5] C. Nacereddine, A. Layadi, A. Guittoum, S.-M. Cherif, T. Chauveau, D. Billet, J. Ben Youssef, A. Bourzami, M.-H. Bourahli. Mater. Sci. Eng, 136, 197–202 (2007).
- [6] M. Hemmous, étude des propriétés physiques des couches minces de Ni et des bicouches Ni/Cu préparées par évaporation sous vide, thèse de doctorat, Univ Ferhat Abbas, 2014-2015.
- [7] I. Djouada, étude de propriétés structurales et magnétiques des couches minces ferromagnétiques à base de métaux de transition, thèse de doctorat, Univ Ferhat Abbas, 2011-2012.
- [8] G. Bertotti, Academic press, 543, (1998) 458-488.
- [9] Phua. L, Xu, F, Ma, y. Ong, C. Thin solid films 517, 20, (2019).
- [10] Aparao. R Chavan, Rahul R Chilwar, Prashant B Kharat, KM Jadhav. Journal of superconductivity and Novel Magnetism 31 (9) (2018) 2949-2958.
- [11] I. Bensehil, structure et magnétisme de couches minces, thèse de doctorat, Univ Ferhat Abbas, 2016-2017.
- [12] J. G. Kim, K. H. Han, S. H. Song, and A. Reilly, thin solid films, 440, (2003) 299-305.
- [13] M.A.P. Yazdi, N. Fenineche, E. Aubry, A. Kaibi, A. Billard, J. Alloys Compd. 550 (2013) 252–257.
- [14] R. Hamzaoui, O. Elkedim, N. Fenineche E. Gaffet, J. Craven, science et genie des matériaux, 360, (2003) 299-305.
- [15] N. Guechi, A. Bourzami, A. Kharmouche, N. Meni, S. Colis, A. Guittom, Physica B, Condensed Matter, 441, (2014) 47–53.
- [16] A. Kaibi, élaboration et étude des propriétés structurales microstructurales, hyperfines et Magnétiques des nanomatériaux NiFe, thèse de doctorat, Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene (USTHB) - Alger, 2019

Conclusion générale

Conclusion générale

L'objectif de l'étude présentée dans ce mémoire est l'investigation de l'effet de l'épaisseur et de type du substrat sur les propriétés structurales à savoir le paramètre de maille et la taille des grains ainsi que les propriétés magnétiques comme l'évolution de l'aimantation à saturation, M_s et la coercivité, H_c des couches minces de $Ni_{75}Fe_{25}$. Ces derniers ont été déposés par évaporation sous vide par effet Joule sur deux types de substrats de silicium, Si et d'alumine, Al_2O_3 avec différents épaisseurs (de 45 nm à 250 nm). Les propriétés structurales et magnétiques des films de $Ni_{75}Fe_{25}$ ont été étudiées en utilisant la diffraction des rayons X en incidence rasante (GIXD) et la magnétométrie à échantillons vibrants (VSM).

L'analyse des spectres DRX, nous a montré que, pour les faibles épaisseurs et indépendamment du substrat utilisé, l'orientation préférentielle est selon la direction $\langle 111 \rangle$. Alors que les couches minces de plus grandes épaisseurs, une structure polycristalline a été observée. Nous avons observé que le paramètre de maille diminue avec l'augmentation de l'épaisseur qui varie de 3.562 \AA à 3.543 \AA . La taille des grains est suivie entre 6 nm et 10 nm pour différentes épaisseurs. A partir des courbes d'hystérésis, nous avons calculé les valeurs de l'aimantation à saturation, M_s , et du champ coercitif, H_c . Nous avons montré que le champ coercitif, H_c , diminue avec l'augmentation de l'épaisseur pour les deux séries $Ni_{75}Fe_{25}/Si$ et de $Ni_{75}Fe_{25}/Al_2O_3$. Avec la valeur minimale de coercivité est de 3 Oe pour la plus grande épaisseur des films $Ni_{75}Fe_{25}$ déposées sur Si. Nous avons montré aussi que l'aimantation à saturation augmente avec l'augmentation de l'épaisseur avec des valeurs maximales de 1376 emu/cm^3 et 410 emu/cm^3 pour la plus grande épaisseur des deux séries des films $Ni_{75}Fe_{25}/Si$ et de $Ni_{75}Fe_{25}/Al_2O_3$ respectivement. L'analyse de cycle d'hystérésis, nous a permis de conclure que lorsque l'épaisseur augmente, les films $Ni_{75}Fe_{25}$ déposées sur Si et Al_2O_3 présentent une faible valeur de la coercivité et une grande valeur du moment magnétique à saturation.

Résumé :

Les couches minces Ni₇₅Fe₂₅ ont été élaborées par la méthode physique (évaporation sous vide par effet Joule). Les couches minces de Ni₇₅Fe₂₅ ont été déposées sur des substrats de silicium et d'alumine avec des épaisseurs variant entre 45 et 250 nm. Les propriétés structurales et magnétiques des films ont été étudiées en fonction de type de substrat et de l'épaisseurs. Les spectres de diffraction des rayons X en mode rasante (GIXRD) montrent une orientation préférentielle dans la direction <111> pour les films de faible épaisseur (45nm). Lorsque l'épaisseur augmente, une structure polycristalline a été observée. Le paramètre de maille diminue et la taille des grains augmente lorsque l'épaisseur augmente. Les courbes d'hystérésis montrent que le champ coercitif, H_c, diminue avec l'augmentation de l'épaisseur indépendamment du type de substrat utilisé. Lorsque l'épaisseur augmente, les films Ni₇₅Fe₂₅ déposées sur Si et Al₂O₃ présentent une faible valeur de la coercivité et une grande valeur du moment magnétique.

Mots clés : Couches minces Ni₇₅Fe₂₅, Évaporation sous vide, GIXRD, VSM, Propriétés structurales, Propriétés magnétiques.

المخلص:

الشريحة الرقيقة Ni₇₅Fe₂₅ حضرت بطريقة فيزيائية (التبخير الحراري تحت الفراغ لمفعول جول)، طبقت على ركائز السيليسيوم Si و Al₂O₃ سمك الشريحة الرقيقة يتراوح ما بين 45 و 250 نانومتر (nm)، لدراسة تأثير نوع الركيزة والسمك على الخصائص البنيوية والمغناطيسية.

منحنيات انعراج الأشعة السينية (GIXRD) تبين وجهة مفضلة في الاتجاه <111> للشرائح ذات السمك الصغير 45 نانومتر (nm)، أما بالنسبة للشرائح ذات السمك الأكبر 127 و 250 نانومتر (nm) فهي متعددة البنية البلورية، ثابت الشبكة a يتناقص وحجم الحبيبات يزداد مع تزايد السمك. منحنيات الهسترة المتحصل عليها بمقياس مغناطيسية اهتزاز العينة (VSM) بينت بالنسبة للشريحتين أن مغنطة التشبع تتزايد بزيادة السمك، بالنسبة للعينة Ni₇₅Fe₂₅ المطبقة على السيليسيوم القيمة الأعظمية لمغنطة التشبع تساوي 1073 emu/cm³ من أجل السمك 250 نانومتر، أما بالنسبة للعينة المطبقة على ركيزة Al₂O₃ القيمة الأعظمية لمغنطة التشبع تساوي 410 emu/cm³ من أجل السمك 127 نانومتر. نلاحظ أيضا تناقص في الحقل القصري الى غاية القيمة 3,01 اورشتد (Oe) للعينة المطبقة على الركيزة السيليسيوم والقيمة 33 اورشتد (Oe) للعينة المطبقة على Al₂O₃.

الكلمات المفتاحية: الشريحة الرقيقة، التبخير الحراري تحت الفراغ، مغنطة التشبع، الحقل القصري، VSM، GIXRD.