République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique
Université Larbi Tébéssi – Tébéssa
Faculté des Sciences Exactes et des Sciences de la Nature et de la Vie
Département : ***Sciences De La Matière***

Mémoire de fin d'étude
Pour l'obtention du diplôme *de* **MASTER**
Domaine : ***Sciences De La Matière***
Filière : **Physique**
Option : **physique des matériaux**

Thème :

Etude des propriétés structurales et microstructurales des couches minces NiFe

Présentés Par :

Meddour Touta **Zaoui Nourelhouda**

Devant le jury :

Mouna BOUHLALE	Prof	Université de Tébessa	Président
Amel KAIBI	MAA	Université de Tébessa	Encadreur
Hanna BELGHIT	MAA	Université de Tébessa	Examinateur

Date de soutenance : 26/06/2019

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 soussignions

Nom, prénom: Meddour Toufik & Zaoui Nourelhoudaa

N° de carte d'étudiant: (1) 13/34054704/2013 (2) 13/34022080/2013

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

Année universitaire: **2018/2019**

Domaine: **Sciences de la matière**

Filière: **Physique**

Spécialité: Physique des matériaux

Intitulé du mémoire: Etude des propriétés structurales et microstructurales des couches minces $Ni_{7}-Fe_{21}$

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.

03 جويلية 2019

عن/ رئيس المجلس الشعبي البلدي
إمضاء السيد نائب الرئيس منيبة
كاتب والمسن إقليمي
عرفة نجات

Fait à Tébessa, le:

Signature des étudiants (es):

(1):

(2):

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique

Université Larbi Tébéssi – Tébéssa

Faculté des Sciences Exactes et des Sciences de la Nature et de la Vie

Département : ***Sciences De La Matière***

Mémoire de fin d'étude

Pour l'obtention du diplôme *de* **MASTER**

Domaine : ***Sciences De La Matière***

Filière : **Physique**

Option : **physique des matériaux**

Thème :

Etude des propriétés structurales et microstructurales des couches minces NiFe

Présentés Par :

Meddour Touta **Zaoui Nourelhouda**

Devant le jury :

Mouna BOUHLALE	Prof	Université de Tébessa	Président
Amel KAIBI	MAA	Université de Tébessa	Encadreur
Hanna BELGHIT	MAA	Université de Tébessa	Examinateur

Date de soutenance : 26/06/2019


بسم الله الرحمن الرحيم



آية الكرسي سورة البقرة آية ٢٥٥

ملخص

قمنا بدراسة تأثير سُمْك الشرائح الرقيقة NiFe التي تم تحضيرها بواسطة تقنية التبخير الحراري (تأثير جول)، على الخصائص البنيوية والميكرو بنيوية للشرائح الموضوعة على ركائز من السليسيوم ذات سُمك مختلف. من خلال منحنيات الاشعة السينية المتحصل عليها لهذه العينات المدروسة، قمنا بحساب نسبة شدة القمم لأعلى شدة ((I(111)/I(200)) بالنسبة للسمك الصغير، تبين لنا ان للشريحة وجهة مفضلة في الاتجاه <111>، وعندما يزيد السُمك يتوضح لنا بيان متعدد البلورات. حيث تمت ملاحظة عدة خصائص بلورية مميزة، منها ان ثابت الشبكة يتناقص مع زيادة سُمك الشريحة الرقيقة ومن مسح العينة بواسطة المجهر الالكتروني (MEB) تبين لنا ان السطح يبدو كثيفا للغاية مع العديد من الحبيبات النانوية كما كشف تحليل الاطياف ان مكونات الشريحة قريبة جدا من المسحوق الاولي $Ni_{75}Fe_{25}$.

ولملاحظة أكثر دقة قمنا باستخدام مجهر القوة الذرية (AFM) وتوضح لنا وجود حبيبات نانوية الحجم موزعة بشكل موحد حيث يزيد حجم الحبيبات مع زيادة سُمك الشريحة.

كلمات مفتاحية: طبقة رقيقة $Ni_{75}Fe_{25}$، تأثير جول، الركيزة Si، الخواص الفيزيائية والبنية الدقيقة، المجهر الإلكتروني، مجهر القوة الذرية.

Abstract

We have studied the effect of thickness on the structural and microstructural properties of thin films $Ni_{75}Fe_{25}$, elaborated by thermal evaporation. The thin films were deposited on silicon substrates with different thicknesses. From X-ray diffraction spectra analysis we have computed the ratios of peak intensities to the most intense peak (I (200) / I (111)). We show that the thinner films present a <111> preferred orientation. However for higher thicknesses, the film has a polycrystalline structure. The lattice parameter decreases with increasing thickness. The average grain diameter increases as the thickness increases. From observations by scanning electron microscopy (SEM), we have shown that the surface appeared very dense with many fine grains. Analysis of the EDX spectra revealed that the composition of the sample is close to the $Ni_{75}Fe_{25}$ starting powder. A more accurate study of morphology was performed with atomic force microscopy (AFM). We have shown the existence of grains of nanometric size with uniform distribution.

Keywords: thin film $Ni_{75}Fe_{25}$, Evaporation prosses, Si substrate, structural and microstructural properties,.

Résumé

Nous avons étudié l'effet de l'épaisseur des couches minces $Ni_{75}Fe_{25}$ élaborés par évaporation thermique (effet joule), sur les propriétés structurales et microstructurales des couches déposées sur substrats de Silicium Si. À partir de diagrammes de diffraction des rayons X en incidence rasante, nous avons calculé les rapports des intensités des pics par rapport au pic le plus intense (I(200) /I (111). Pour faible épaisseur, le film présente une orientation préférentielle selon la direction <111>. Lorsque l'épaisseur augmente, une structure polycristalline est présentée. Le paramètre de maille diminue avec l'augmentation de l'épaisseur du film. À partir des observations par microscopie électronique à balayage (MEB), nous avons montré que la surface semble très dense avec de nombreux grains fins. L'analyse des spectres a révélé que la composition de l'échantillon est proche de la poudre de départ de $Ni_{75}Fe_{25}$. Une étude plus précise de la morphologie a été réalisée avec la microscopie de force atomique (AFM). Nous avons montré l'existence de grains de taille nanométrique à distribution uniforme. Le diamètre moyen des grains augmente lorsque l'épaisseur augmente.

Mots clés: la couche mince $Ni_{75}Fe_{25}$, effet joule, substrat de Si, propriétés structurales et microstructurales, DRX, MEB, EDX, AFM.

Dédicace

Je tiens à exprimer ma plus profonde reconnaissance à :

A Dieu : Pour m'avoir donné la force d'éditer ce mémoire

A mes parentes : Ma mère **Yamina** par son amour, son soutien, tous les sacrifices consentis et ses précieux conseils, et sa présence dans ma vie, Mon père **Azouz**, qui peut être fier et trouver ici le résultat de longues années de sacrifices et de privations pour m'aider à avancer dans la vie.

A mes très chères sœurs et frères : En témoignage de l'attachement, de l'amour et de l'affection que je porte pour vous **Louiza** et son marie Ahmed et leurs fils : « Nessrine, Aymen, Nada, Breka et Yamina » **Hayette** , **Mohamed** , **Aicha**, **Souhaila** , **Abdelhalim** et sa femme Chourouk, **Alia**, **Akila** et son marie Abdelkarim Et leur fille « Lodjain » et ma chére **Rabia**, **Salaheddin** et **keltoum**

A Tout ma grande famille surtout Oncles''Abdelrahman, Elhadi, Sliman, Ali ''et toutes mes Tante ''Fatiha, Salima, Ezohra, Fatima, Tounes, Saaida, Mabrouka'', et leures fils :Keltoum, Halima, Hanen, Hanaa, Iman, Fawzia, Sara, Rayen, et Saleh, Ibrahim, Ayoub, Mohamed, Nadhir, Bannani,

A tous mes chers amis surtout : ma chérie : **M. Touta**, mon cœur : **C. Hanen,** ma belle : **G. Salwa,** et mes chers amis : '' B.Donia, G. Samia, O. Fatima, L. Zahra, M. Khawla, B.Souhaila, E.Mahniya, E.Ahd, H.Chaima, D.Fatma,

A toutes mes camarades de master II Physique des matériaux.

Zaoui Nourelhouda

Dédicace

Avec l'aide de Dieu, j'ai pu réaliser ce modeste travail que je dédie A :

Me chères parents, Mon amour papa M'hammed ET ma mère Saida qui m'ont beaucoup soutenu ET encouragé jusqu' au bout et que Dieu vous Donne la santé et longue vie.

A mon chère frère AbdELhamid

A Mes très chères sœurs : siham, Waffa, Madjda, ET ma chére Saousane

Tout ma grande famille surtout mes grands parents

A mes chères amies : Chaima, Nourelhouda, Henane, Salwa

Et surtout

Ma chère adorable amie Mouna.

A toutes mes camarades de master II Physique.

A toutes mes professeures dans tous les cycles de ma scolarité qui mon Éclairé la voit du savoir.

Enfin à toutes les personnes qui comptent pour moi, intervenues dans Ma vie à un moment ou à un autre et qui m'ont accompagné et soutenu.

Et tous ceux qui, par un mot, m'ont donné la force de continuer…

Meddour Touta

Remerciements

Avant tout, nous remercions Dieu le tout puissant, le Miséricordieux, de nous avoir donné le courage, la force, la santé et la persistance et de nous avoir permis de Finaliser ce travail dans de meilleures conditions.

Nous tenons à remercier notre encadreur 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.

Nous voudrons également exprimer notre remerciements Mme **Bouhlal Mouna,** Professeur à l'université de Larbi Tbessi, d'avoir accepté de présider le jury de soutenance et nous tenons également à remercier Mme **Belghit Hanna**, Docteur à l'université de Larbi Tbessi, que nous a fait l'honneur de juger notre travail.

Nous adressons aussi nos vifs remerciements aussi tous les enseignants du département de science de la matière qui nous avons initié aux valeurs authentiques qui ont contribué à notre formation tout au long de ces cinques ans.

Nous remercions très chaleureusement nous frères et nos sœurs car ils ont toujours nous poussé vers l'avant, nous amis et toute la section de deuxième année master physique des matériaux

Nos sentiments de reconnaissance et nos remerciements vont également à toute personne qui a participé de près ou de loin, à la réalisation de ce modeste mémoire

Enfin, on adresse notre plus sincères remerciement à tous notre proches et amis qui nous ont toujours soutenue et encouragée au cours de la réalisation de ce mémoire.

T. Meddour & N. Zaoui

Sommaire

Sommaire

ملخص I

Abstract II

Résumé III

Dédicace IV

Dédicace V

Sommaire I

Liste des tableaux VII

Liste des figures VIII

Introduction générale 1

Chapitre I : Notions sur les matériaux nanostructurés et synthèse bibliographique 3

I.1. Matériau cristallin et amorphe 3

I.2. Les matériaux nanostructurés 4

I.3. Classification des nanostructures 5

I.4. Présentation de quelque type de comportement magnétique 6

I.4.1. Classification des matériaux magnétiques 6

I.4.1.1. Matériaux Ferromagnétiques 7

I .5. Cycle d'hystérésis des matériaux magnétiques 7

I.5.1. Classification des matériaux ferromagnétiques (cycle d'hystérésis) 8

I.5.2. Champ coercitif Hc 9

I.6. Méthode de synthèse des matériaux nanostructures 11

I.6.1. Elaboration par voie chimique 11

I.6.2. Elaboration par voie physique 11

I.6.3. Mécanisme de formation d'une couche mince 12

I.6.3.1.Nucléation……..12

I.6.3.2.La coalescence……12

I.6.3.3. Croissance..... 13

I.6.4. Dépôts chimiques en phase vapeur des couches minces 13

I.6.5. Dépôts physiques en phase vapeur des couches minces 14

I.7. Système binaires NiFe 18

I .7.1. Les propriétés physiques et chimiques dans les deux éléments Fe et Ni 18

I.8. Etat de l'art des couches minces NiFe..... 19

Chapitre II : Méthodes d'élaboration et de caractérisations 21

II.1. Techniques d'élaboration 21

II.1.1. Préparation des échantillons..... 21

II.2. Méthode d'élaboration 21

II.3. Méthodes de caractérisation 22

II.3.1. Diffraction des rayons X en incidence rasante (GIXD) 22

II.3.1.1.Dispositif expérimental et paramètres de mesure……24

II.3.2. Microscopie électronique à balayage 24

II.3.3. La Microscopie à Force Atomique (AFM) 26

Chapitre III : Résultats expérimentaux et Discussion**.....28**

III.1. Propriétés structurales..... 28

III.1.1. Les spectres de diffraction des rayons X 28

III.2. Evolution des paramètres structuraux et microstructurale..... 31

III.2.1. Le paramètre de maille 31

III. 2.2. Evolution de la taille des grains..... 33

III.2.3. Evolution de la micro déformation……..34

III. 3. Propriétés microstructurales 35

III.3.1. Microscopie électronique à balayage (MEB) et EDX 36

III.3.2. Microscopie à force atomique AFM 38

Conclusion générale 41

Référence 39

Liste des tableaux

Tableau.I.1. Les éléments purs de Fe, de Ni et leurs propriétés..... 19

Tableau.III.1. Paramètre de maille, la taille du grain et microdéformation dans les systèmes $Ni_{75}Fe_{25}$/Si. 31

Liste des figures

Figure.I.1. Schéma de l'arrangement atomique dans la structure cristalline..... 3

Figure.I.2. Schéma de l'arrangement atomique dans la structure amorphe 3

Figure.I.3. Représentation schématique des grains et joints de grains d'un nanomatériau.. 4

Figure.I.4. Evolution du pourcentage d'atomes situés au joint de grains d'un solide nanocristallin en fonction de la taille des grains..... 5

Figure.I.5. Classification des nanomatériaux selon la forme géométrique : (a) nanomatériaux à 0-D, (b) nanomatériaux à 1-D, (c) nanomatériaux à 2-D, (d)

Figure.I.6. Classification des matériaux magnétiques..... 6

Figure.I.7. Effet de l'interaction d'échange à courte portée sur l'ordre magnétique macroscopique et la variation des grandeurs magnétiques (évolution de l'aimantation)..... 7

Figure.I.8. Cycle d'hystérésis d'un matériau ferromagnétique en fonction d'un champ magnétique extérieur qui varie de +Hs à –Hs. 8

Figure.I.9. Cycles d'hystérésis des matériaux magnétiques dur et doux..... 9

Figure.I.10. Illustration des tendances entre le champ coercitif Hc et la taille des grains..10

Figure.I.11. Méthodes générales de dépôt des couches minces. 12

Figure.I.12. Les trois modes de croissance d'une couche mince, I) Frank-van der Merwe, II) Volmer-Weber, III) Stranski-Krastanov..... 13

Figure.I.13. Représentation schématique d'appareillages de dépôt par dip- et spin-coating 14

Figure.I.14. Exemple d'une fenêtre électrochromique avec les différentes couches la composant..... 14

Figure.I.15. Schéma de principe de la pulvérisation cathodique diode..... 15

Figure.I.16. Principe de la pulvérisation radio fréquence 15

Figure.I.17. Schéma conventionnel d'un système d'ablation laser..... 16

Figure.I.18. Schéma de principe de l'évaporation par faisceau d'électrons..... 17

Figure.I.19. Schéma de principe de l'évaporation thermique sous vide 18

Figure.II.1. Appareillage utilisé pour l'élaboration des couches minces de $Ni_{75}Fe_{25}$ par voie physique..... 22

Figure.II.2. Principe de diffraction d'un faisceau de rayon X par les plans cristallins de distance inter réticulaire d_{hkl} et de l'ensemble source, détecteur et porte échantillon. 23

Figure.II.3. Diffractomètre du type Bruker 4-cercle D8 Discover en géométrie Bragg Brentano (θ-2θ). 24

Figure.II.4. Différents types de particules émises par l'interaction entre les électrons incidents et l'échantillon 25

Figure.II.5. Microscope a force atomique : a) Principe, b) Modèle instrument 26

Figure.III.1. Spectre de GIXRD de couche mince $Ni_{75}Fe_{25}$ déposé sur substrat de silicium avec d'épaisseur 50nm 28

Figure.III.2. Spectre de GIXRD de couche mince $Ni_{75}Fe_{25}$ déposé sur substrat de silicium avec d'épaisseur 120 nm 29

Figure.III.3. Spectre de GIXRD de couche mince $Ni_{75}Fe_{25}$déposé sur substrat de silicium avec d'épaisseur 250nm 30

Figure.III.4. Evolution du paramètre de maille des couches minces $Ni_{75}Fe_{25}$en fonction de l'épaisseur t, sur substrat de silicium. 32

Figure.III.5. Evolution de la taille des grains des couches minces $Ni_{75}Fe_{25}$ déposés sur substrat de silicium en fonction de l'épaisseur. 33

Figure.III.6. Evolution de la micro déformation des couches minces $Ni_{75}Fe_{25}$ en fonction de l'épaisseur sur substrat de silicium. 35

Figure.III.7. Les micrographies de MEB des surfaces des couches minces de $Ni_{75}Fe_{25}$ déposé sur substrat de silicium : (a)50nm et (b) 250nm. 36

Figure.III.8. Exemples de spectres EDAX pour $Ni_{75}Fe_{25}$films avec des épaisseurs de : (a) 52 nm et (b) 250 nm. 37

Figure.III.9. Image AFM de 2 dimensions pour les films de $Ni_{75}Fe_{25}$ avec d'épaisseur 250nm. 38

Liste des symboles

χ: Susceptibilité

D: la taille des grains

δB: Parois de Bloch

d_{hkl}: Distance qui sépare les plans atomiques d'indice (hkl)

Θ: Angle d'incidence des rayons X sur l'échantillon à caractériser

λ: Longueur d'onde du faisceau des rayons X

n: Ordre de la réfraction

I: Intensité

a: Paramètre de maille

Ɛ: Microdéformation

t: L'épaisseur

ß: Largeur à mi-hauteur du pic de diffraction

Abréviations

Hs : Champ de saturation.

Mr : Aimantation rémanente.

Hc : Champ coercitif.

CVD : Dépôt chimique en phase vapeur (en anglais : Chemical Vapor Deposition).

PVD : Dépôt physique en phase vapeur (en anglais : Physical Vapor Deposition).

DC : diode cathodique.

RF : Radio Fréquence.

MBE : Epitaxie par jet moléculaire.

PLD : Dépôt par ablation laser (en anglais :Pulse Laser Déposition).

MEB : Microscopie électronique à balayage.

AFM : Microscope à Force Atomique.

GIXRD : Diffraction des rayons X en incidence rasante

XRR : Réflectométrie des rayons (en anglais : X-Ray Reflectometry).

ASTM : Société Américaine pour Les matériaux D'essai (en anglais :American Society for Testing Materials).

CFC : Cubique à Faces Centrées.

EDX : Analyse des rayons X par Dispersion d'Energie.

Introduction Générale

Introduction générale

Les matériaux nanostructurés ont été largement étudiés au cours de cette dernière décennie en raison des applications potentielles extrêmement variée, Les nanomatériaux sont des matériaux mono ou polyphasés à grains nanométriques allant jusqu'à 100 nm. Les matériaux nanostructurés ainsi obtenu pourrait trouver des applications dans de nombreux domaines en raison de leurs propriétés physiques souvent plus intéressantes que celles des matériaux massifs de même composition. Ces spécificités sont dues à la taille nanométrique des cristallites et du volume important d'interfaces (jusqu'à 50 %), qui confèrent au matériau des propriétés physico-chimiques particulières et ouvrent des champs d'applications nouvelles [1].

Les matériaux ferromagnétiques doux bien connu et utilisé dans beaucoup d'applications en raison de sa faible coercivité, sa haute perméabilité et sa faible anisotropie magnétique. Les films de NiFe sont largement utilisés pour les capteurs magnéto résistifs, capteurs, mémoires magnétiques à accès aléatoire, inducteurs [2]. Les couches minces de NiFe ont étudié par de nombreux chercheurs, par différentes méthodes dc déposition, et sur différents substrats. Il existe dc nombreuses méthodes dc synthèse des couches minces NiFe tels que la méthode de dépôt chimique et physique en phase vapeur, l'électrodéposition, la pulvérisation cathodique et l'évaporation thermique.

Pour la fabrication de l'alliage sous forme de couche mince, le silicium s'avère être intéressant comme substrat car il permet l'intégration d'une méthode pratique pour fabriquer des couches minces magnétiques avec la technologie du silicium. Le but est en effet d'obtenir des films de haute qualité en contrôlant l'épaisseur et la stœchiométrie des alliages [3].

Ce travail de manuscrit a pour objectif de contribuer à une meilleure compréhension du film nanostructuré NiFe et en particulier de ces propriétés structurales et microstructurales dans le but de l'application dans le domaine magnétique. Les différentes caractérisations qui ont été réalisées ont eu pour but de mieux appréhender les différents phénomènes physiques à l'œuvre dans le matériau principalement pour mieux comprendre. L'étude effectuée dans le cadre de ce mémoire est structurée en trois chapitres :

Le premier chapitre nous avons présenté un aperçu sur quelques notions généralités sur les matériaux nanostructure et sa classification, puis présentation de quelque type de comportement magnétiques en suit nous présentons classification des matériaux

magnétiques suivi de cycle d'hystérésis et champ coercitif en plus différentes techniques du dépôt des couches minces et système binaires NiFe à la fin de ce chapitre, nous avons présenté recherche bibliographique des couches minces.

Le deuxième chapitre a consacré une description des méthodes d'élaborations utilisées et préparation des échantillons, et nous avons décrit l'appareillage de l'évaporation sous vide utilisé pour l'élaboration de nos échantillons. Par la suite, nous avons présenté les techniques de caractérisation utilisées pour déterminer les propriétés structurales, morphologiques et de nos couches minces, où nous avons utilisé : La diffraction de rayon X, la technique de Microscopie électronique à balayage (MEB) et microscope à force atomique (AFM).

Le dernier chapitre présente les résultats relatifs à l'étude de l'effet de l'épaisseur sur les propriétés physiques des couches minces de $Ni_{75}Fe_{25}$ déposées par évaporation sous vide. Nous avons étudié pour différentes épaisseurs, les propriétés structurales, microstructurales des couches minces $Ni_{75}Fe_{25}$.

Ces chapitres, en plus de l'introduction et de la conclusion générale, constituent le corps de cette mémoire dans laquelle nous espérons apporter une contribution, aussi modeste soit-elle, à l'étude des systèmes $Ni_{75}Fe_{25}$ /Si

Chapitre I :

Notions sur les matériaux nanostructurés et synthèse bibliographique

Nous commençons dans ce chapitre par une généralité sur les matériaux nanostructurés puis présentation de quelque type de comportement magnétique en suit nous présentons classification des matériaux magnétiques suivi de cycle d'hystérésis et de champ coercitif en plus une généralité sur leur méthode d'élaboration de couche mince, et système binaires NiFe enfin, nous terminerons ce chapitre par une recherche bibliographique sur les couches minces NiFe.

I.1. Matériau cristallin et amorphe

Les solides dans leur structure atomique sont classés dans deux groupes ; cristallin et amorphe [4], pour quel un matériau cristallin un solide se compose d'un réseau tridimensionnel d'atomes reliés ensemble par des liaisons, ces dernières sont formées quand deux atomes ou plusieurs partagent leurs électrons de valence pour compléter la couche externe de chaque atome adjacent. On peut dire que les fonctions d'onde de ces électrons ne sont plus localisées dans un atome simple, mais sont maintenant étendues dans tout le solide [4].

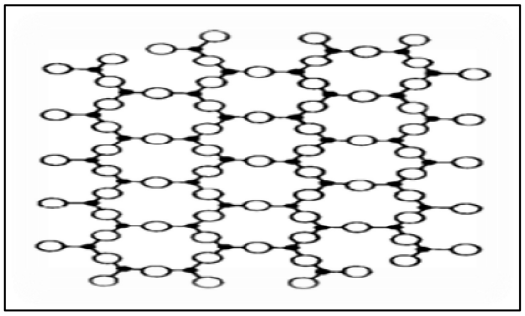


Figure.I.1. Schéma de l'arrangement atomique dans la structure cristalline [5].

Par contre les matériaux amorphes sont ceux où les atomes constitutifs perdent une telle périodicité, ce qui signifie simplement qu'il y a un ordre atomique à courte portée dans le réseau. La structure du réseau dans ces matériaux représente quelques déviations de l'arrangement périodique parfait qui sert à détruire la périodicité globale du solide [4].

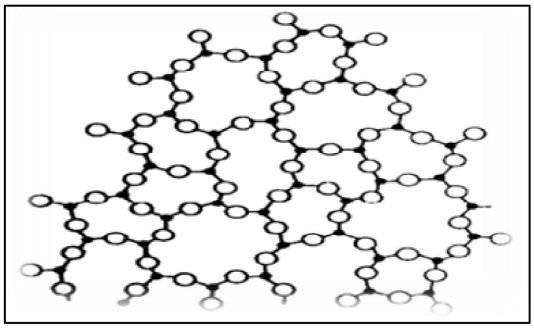


Figure.I.2. Schéma de l'arrangement atomique dans la structure amorphe [5].

I.2. Les matériaux nanostructurés

Les matériaux nanostructures sont définis comme des matériaux constitués de poly cristaux qui peuvent être monophasés ou polyphasés, ayant la dimension de cristallites inférieure à 100 nm ou même dans une seule dimension [6,7]. Où la structure des nanomatériaux peut être considérée comme formée de deux parties : un noyau cristallin (avec structure, paramètre de maille, etc.) et une partie extérieure formée par l'interface (une zone avec lacunes, défauts, peut-être des impuretés) [8 ,9], et selon le matériau et la technique d'élaboration, les joints de grains présentent des épaisseurs variables pouvant aller d'une à plusieurs couches atomiques [10].

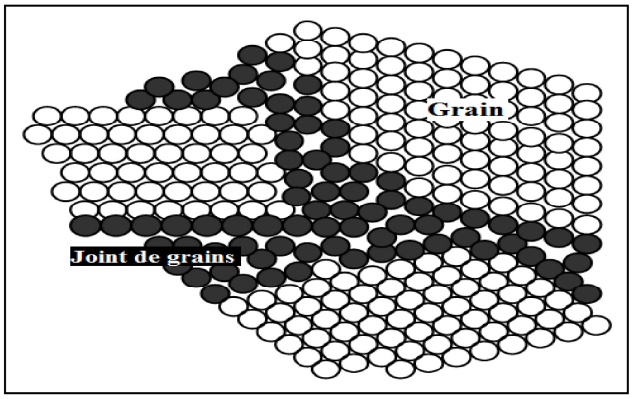


Figure.I.3. Représentation schématique des grains et joints de grains d'un nanomatériau [10].

Le rapport surface/volume apparaît ainsi d'autant plus important que la taille des grains est petite, prenant comme épaisseur du joint de grains 1nm environ [10,11]. Ces matériaux contiennent une fraction importante des atomes situés aux limites des grains, fraction qui peut leur donner des propriétés intéressantes qui ne se retrouvent pas dans l'équivalent massif [12]. La figure I.4 donne un exemple de l'évolution du pourcentage d'atomes situés au joint de grains d'un solide nanocristallin en fonction de la taille des grains.

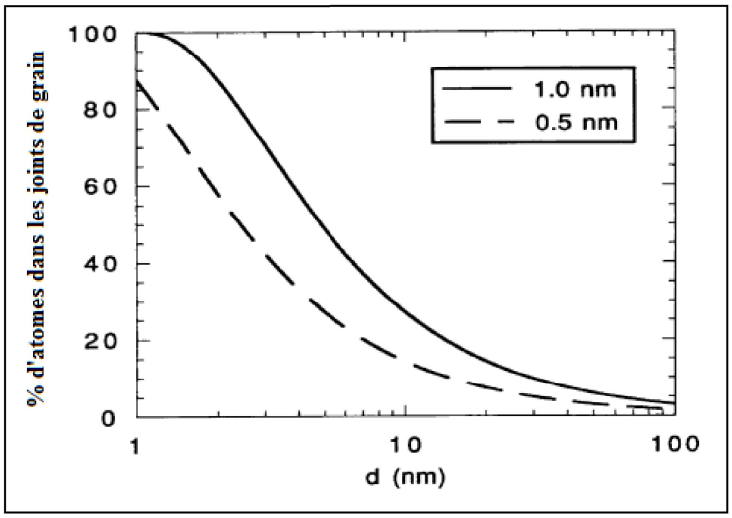


Figure. I. 4. Evolution du pourcentage d'atomes situés au joint de grains d'un solide nanocristallin en fonction de la taille des grains [13].

Un nanomatériau est un matériau composé ou constitué de nano-objets, ou les nano-objets peuvent se présenter sous forme de particules, fibres ou tub, de couches minces ou de constituants structurels. Ils sont utilisés soit en tant que tels (comme catalyseur, pour transporter des médicaments, pour le polissage de wafers et disques durs en microélectronique…), soit en vue d'élaborer de nouveaux matériaux. Ils peuvent être incorporés dans une matrice pour apporter une nouvelle fonctionnalité ou modifier les propriétés mécaniques, optiques, magnétiques ou thermiques [14].

I.3. Classification des nanostructures

Selon leur dimension, il est possible de reprendre la classification suivante des matériaux nanocristallins (Figure. I.5) [6,12] :

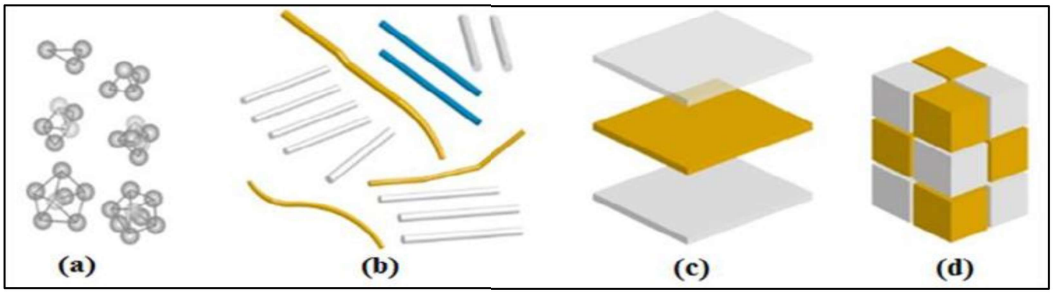


Figure.I.5. Classification des nanomatériaux selon la forme géométrique : (a) nanomatériaux à 0-D, (b) nanomatériaux à 1-D, (c) nanomatériaux à 2-D, (d) nanomatériaux à 3-D [15].

a) Matériaux de dimension 0 : matériaux sous forme dispersée, aléatoire ou organisée, comme dans les cristaux colloïdaux pour l'optique ou les fluides magnétiques.

b) Matériaux de dimension 1 : matériaux sous forme de nano fils ou de nanotubes.

c) Matériaux de dimension 2 : matériaux sous forme de couche mince, comme dans les dépôts d'agrégats ou de revêtements épais obtenus par projection plasma ou voie électrochimique.

d) Matériaux de dimension 3 : matériaux sous forme compacte comme dans les céramiques et les métaux nanostructures, et couche mince [6 ,12], elle est (CM) d'un matériau donné est un élément de ce matériau dont l'une des dimensions qu'on appelle l'épaisseur, a été fortement réduite, de telle sorte qu'elle varie de quelques nanomètres "nm" à quelques micromètres "µm" (typiquement ce sont des couches de 10 à 100 nanomètres d'épaisseur) [16].

I.4. Présentation de quelque type de comportement magnétique

Le magnétisme d'un matériau à l'échelle macroscopique est régi par le comportement des moments magnétiques des atomes à l'échelle microscopique. L'origine du moment magnétique est liée 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 de l'électron dans son orbite [2]. Chaque matériau a donc 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 [2].

I.4.1. Classification des matériaux magnétiques

Du point de vue du magnétisme coopératif, les matériaux magnétiques se partagent en deux grandes familles : les matériaux magnétiques non ordonnés et les matériaux magnétiques ordonnés [14].

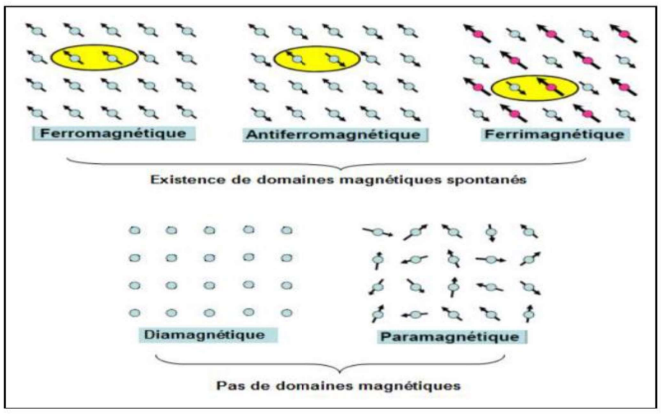


Figure.I.6. Classification des matériaux magnétiques [14].

En fait, les matériaux magnétiques peuvent être classés selon le signe de la susceptibilité χ [17]. Si χ est négative la matière est dite diamagnétique. L'atome d'un matériau diamagnétique est caractérisé par un moment magnétique nul. Dans le cas ou χ est supérieure à zéro la matière possède un moment magnétique non nul par atome et peut être classifiée de la manière suivante : Paramagnétique, Ferromagnétique, Antiferromagnétique ou Ferrimagnétiques [18].

I.4.1.1. Matériaux Ferromagnétiques

Un corps ferromagnétique possède un moment magnétique spontané (même en absence de champ extérieur). Sous l'effet du champ magnétique, ces matériaux s'aimantent fortement et peuvent garder une certaine aimantation même en champ nul. L'existence de cette aimantation, peut s'expliquer par la mise en ordre des moments magnétiques permanents d'atomes voisins qui interagissent entre eux [2].

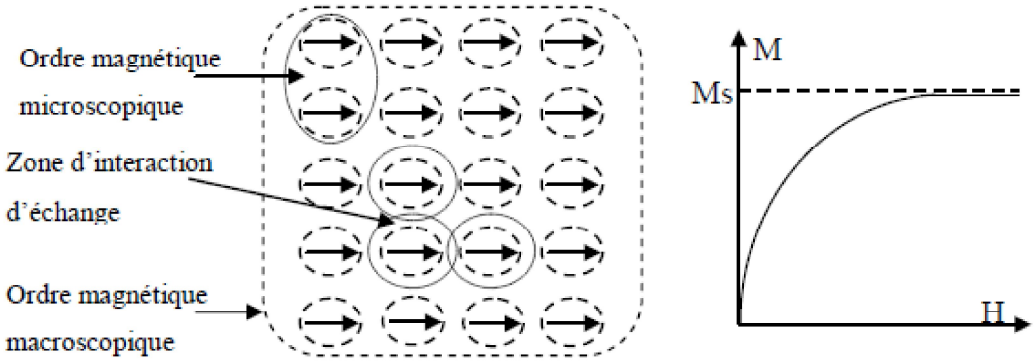


Figure.I.7. Effet de l'interaction d'échange à courte portée sur l'ordre magnétique macroscopique et la variation des grandeurs magnétiques (évolution de l'aimantation) [19].

I .5. Cycle d'hystérésis des matériaux magnétiques

La courbe d'hystérésis est la courbe donnant la valeur de l'aimantation M suivant la direction du champ appliqué en fonction de la valeur de ce champ [20]. Un cycle d'hystérésis décrit le comportement d'un matériau ferromagnétique soumis à un champ magnétique extérieur (Figure.I.8). La saturation est atteinte lorsque tous les moments magnétiques sont alignés et nommée l'aimantation à saturation (Ms). Dans la direction du champ appliqué et on a alors un seul domaine magnétique, et le champ de saturation (Hs) le champ nécessaire pour saturer l'échantillon dans le cas des couches minces, la saturation est atteinte plus rapidement que dans les matériaux massifs [21, 22]. Lorsqu'on annule le champ appliqué, 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 (Mr). L'aimantation rémanente est due au fait que le déplacement des domaines magnétiques ne suive pas un comportement réversible. Pour revenir à l'état initial (aimantation globale nulle), il faut appliquer un champ magnétique dans la direction inverse au premier champ. La valeur pour laquelle l'aimantation de l'échantillon s'annule et nommée champ coercitif (Hc). La saturation est atteinte de nouveau dans la direction du champ négatif. Pour obtenir un cycle fermé (cycle d'hystérésis, on doit remonter vers les champs positifs) [2].

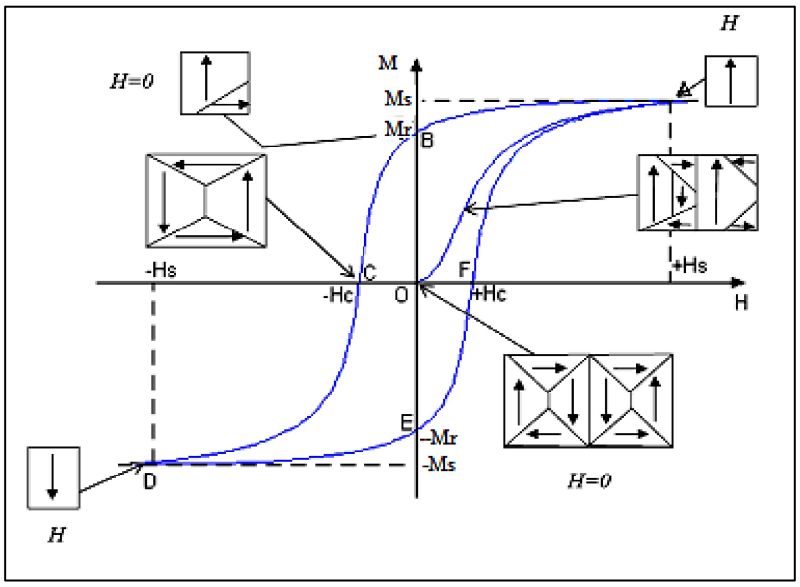


Figure. I. 8. Cycle d'hystérésis d'un matériau ferromagnétique en fonction d'un champ magnétique extérieur qui varie de +Hs à –Hs [23].

I.5.1. Classification des matériaux ferromagnétiques (cycle d'hystérésis)

Selon la forme du cycle d'hystérésis et la valeur de champ coercitif, les matériaux magnétiques (ferromagnétiques et ferrimagnétiques) peuvent être groupés en deux grands types : matériaux magnétique doux et matériaux magnétiques durs [14]. Dans la figure.I.9, les cycles d'hystérésis typiques pour les matériaux magnétiques durs et doux sont montrés.

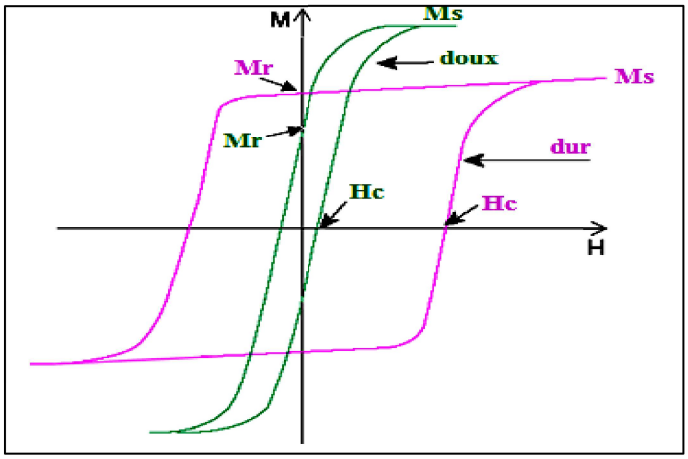


Figure.I.9. Cycles d'hystérésis des matériaux magnétiques dur et doux [14].

Les matériaux ferromagnétiques durs sont des matériaux qui présentent un large cycle d'hystérésis (Figure. I.9). Ainsi, un champ coercitif élevé et une induction rémanente élevée. Une autre caractéristique des matériaux durs est la faible perméabilité (sont difficiles à aimanter et désaimanter) [24]. Matériau ferromagnétique doux est caractérisé par une perméabilité relative élevée et un champ coercitif faible et il présente un cycle étroit. On l'utilise notamment comme conducteur de flux pour transmettre une information ou convertir de l'énergie. Matériaux (ex. : Fer) qui possèdent une aimantation rémanente facile à annuler (Hc est petit) leur aimantation peut donc être facilement modifiée ce qui diminue d'autant les pertes par hystérésis [25].

I.5.2. Champ coercitif Hc

Le champ coercitif défini 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. La coercivité est une propriété extrinsèque. Elle est fortement influencée par les propriétés microstructurales de la couche telles que la taille et la forme des grains, la composition et la texture. Ces propriétés sont directement liées aux conditions de préparation [26], l'évolution du champ coercitif en fonction de la taille moyenne D des grains et ce pour différents types de matériaux magnétiquement doux [24], sont représenter par le model de Herzer dans la figure 10 suivante :

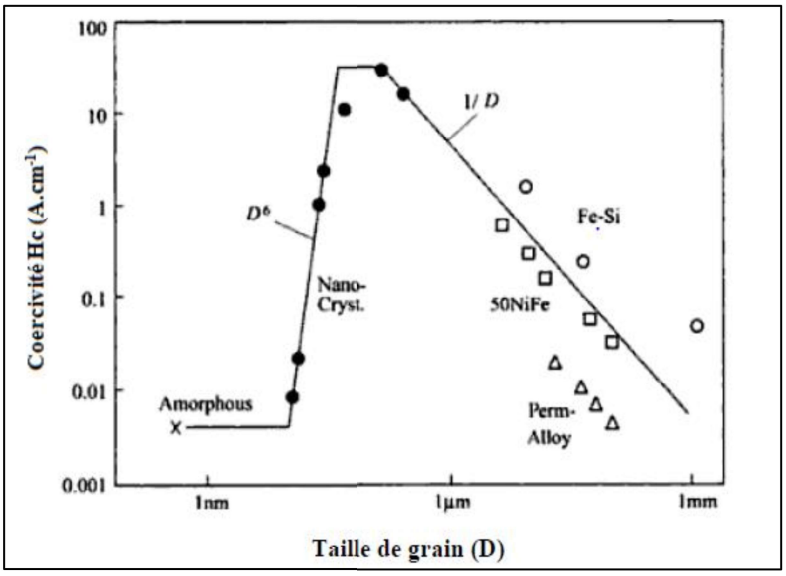


Figure.I.10. Illustration des tendances entre le champ coercitif Hc et la taille des grains D [27].

Pour des tailles de grains supérieures à 100 nm, la dépendance en 1/D du champ coercitif, observée reflète la règle classique qui stipule que l'obtention de bonnes propriétés magnétiques douces exige de très gros grains [28]. Dans cette région la dépendance du champ coercitif en fonction de la taille des grains est approximativement en D^6. De faibles valeurs du champ coercitif sont également observées pour les alliages amorphes (taille des grains de l'ordre des nanométriques) (voir figure I.9) et aussi dans le cas des alliages nanocristallins possédant une taille de grains de l'ordre nanométrique inférieure à 20 nm [24, 29].

Dans le cas des films minces, l'effet de la topographie de surface sur les propriétés magnétiques est un facteur important [30,31]. Ce facteur attire la curiosité des scientifiques. Certains travaux montrent une corrélation claire entre la topographie et le comportement des paramètres magnétiques (Hc, Ms et Hs) des couches minces et en donnent une approche qualitative [32,33]. Nous avons trois facteurs importants qui peuvent influer 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 [34], le troisième facteur est la forme et la taille des grains [35].

I.6. Méthode de synthèse des matériaux nanostructures

Plusieurs méthodes sont utilisées pour la production des matériaux nanostructures. Ils peuvent être obtenus par voie chimique et physique.

I.6.1. Elaboration par voie chimique

Le dépôt de vapeur par voie chimique CVD est une méthode très utilisée, ceci revient à la bonne qualité structurale des films élaborés [36, 37]. Les différents constituants de la phase gazeuse de ce dépôt sont transportés par un courant gazeux. Les constituants réagissent chimiquement entre eux au voisinage de la surface ou sur le substrat sous l'effet de la chaleur, d'un rayonnement. Les matériaux qui peuvent être déposés par cette technique sont les alliages, siliciures, couches minces isolantes, diélectriques ou semi-conductrices. Les épaisseurs des couches minces obtenues par CVD peuvent être de l'ordre de fraction de micromètre à plus d'un centimètre [38].

I .6.2. Elaboration par voie physique

Par voie physique, l'élaboration des couches minces peut être réalisée à partir d'une phase vapeur extraite d'un matériau source par chauffage (fusion en creuset) ou par bombardement (faisceau d'électrons, pyrolyse, laser). Dans la plupart des cas, la vapeur du solide que l'on souhaite former est refroidie par collisions avec un gaz neutre et le matériau est collecté sur un substrat. Des couches minces d'épaisseur nanométrique peuvent également être réalisées par la voie PVD (Physical Vapor Deposition) ou par croissance épitaxiale. Les nanotubes de carbone, peuvent être obtenus par ablation laser, décharge plasma ou décomposition catalytique [39, 40].

Sur la figure.I.11, nous avons regroupé les différentes méthodes d'élaboration des couches minces (méthodes physiques et chimiques) :

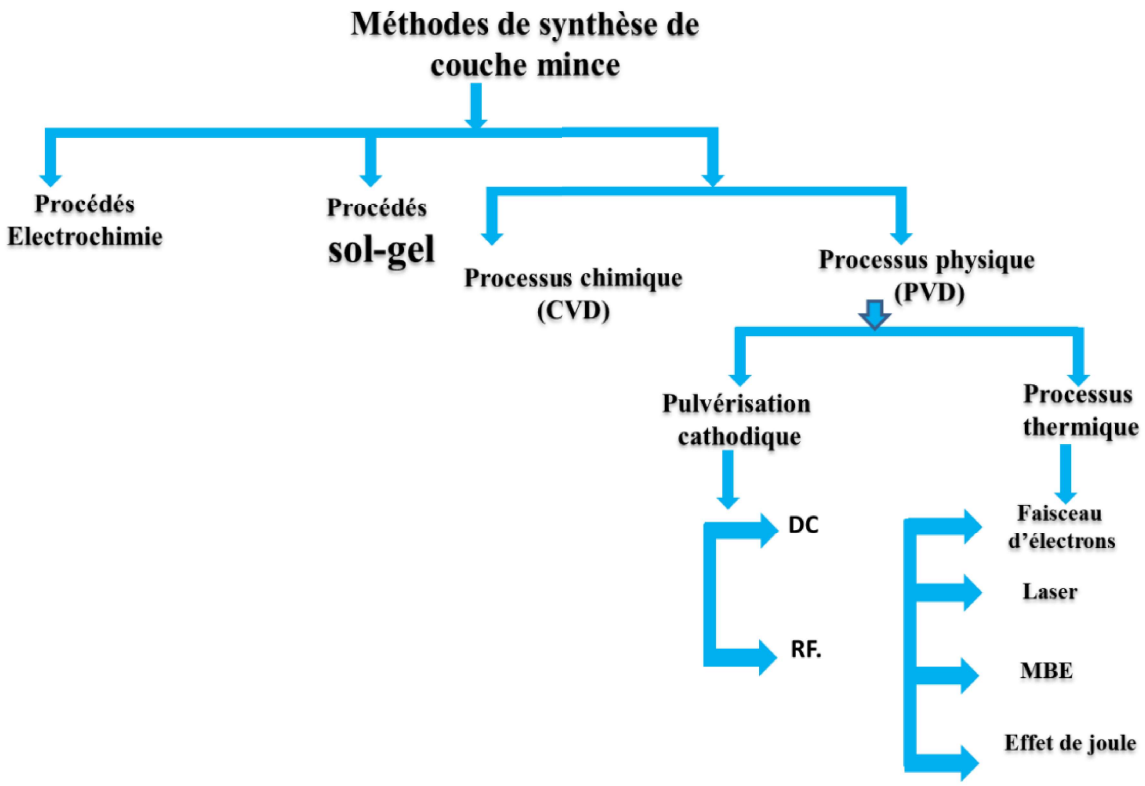


Figure. I.11. Méthodes générales de dépôt des couches minces [19].

I.6.3. Mécanisme de formation d'une couche mince

Quelle que soit la technique de dépôt utilisée, la formation de la couche au niveau de la surface du substrat passe par les étapes suivantes :

I.6.3.1. Nucléation

Quand les espèces (atomes, molécules ou ions) d'un précurseur, arrivent à la surface du substrat, elles peuvent s'y adsorber. Au départ, ces espèces ne sont pas en équilibre thermique avec le substrat. De ce fait, elles vont diffuser et interagir avec d'autres pour former des amas (clusters). Par la suite, ces amas s'associent entre eux pour créer des îlots qui s'agglomèrent les uns aux autres en recouvrant toute la surface. Cette étape de coalescence continue jusqu'à ce que la phase de nucléation atteigne la saturation [41].

I.6.3.2. La coalescence

La croissance des îlots stables par absorption des plus petits par les plus gros est représenté une première étape de coalescence. Cette étape se distingue d'une deuxième étape plus rapide de coalescences à grande échelle ou les ilots, ayant atteint une densité critique, s'aplatissent pour augmenter leur surface de couverture et se joindre les uns aux autres. Lorsque la probabilité pour que tous les ilots sur le substrat sont de même

orientation est faible, la coalescence peut former un dépôt poly-cristallin. Dans le cas contraire, il se produit un développement d'une fine couche monocristalline [42].

I.6.3.3. Croissance

Dans une approche simple, on classe la croissance de films minces sur un substrat en trois catégories [43], schématiquement illustrées sur la figure I.6 :

I. Du type couche (appelé Frank-van der Merwe).

II. Du type îles (appelé Volmer-Weber).

III. Du type mixte (appelé Stranski-Krastanov).

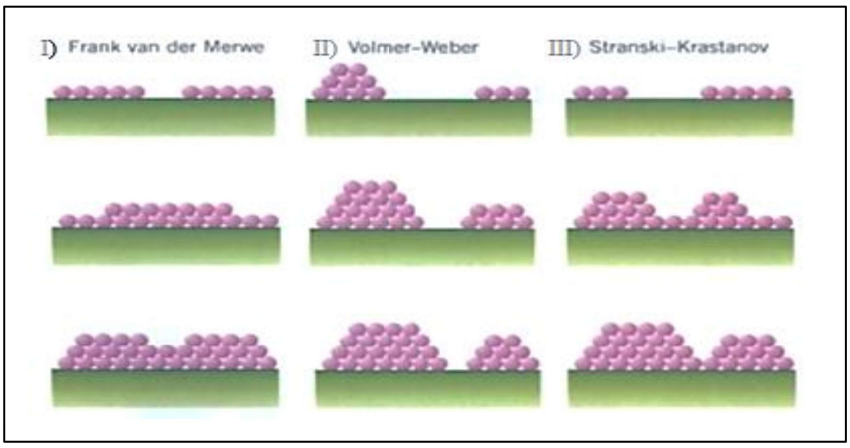


Figure.I.12. Les trois modes de croissance d'une couche mince, I) Frank-van der Merwe, II) Volmer-Weber, III) Stranski-Krastanov [44].

I.6.4. Dépôts chimiques en phase vapeur des couches minces

I.6.4.1. Les procédés sol-gel

Le procédé sol-gel est une méthode idéale pour la fabrication des matériaux céramiques, des poudres, des fibres et des films minces [45]. Le concept de base du procédé sol-gel est : un mélange de précurseurs liquides se transforme en un solide par une réaction chimique de type polymérisation à basse température. Le sol est une solution colloïdale d'entités moléculaires plus ou moins grosses et ramifiée. Le passage du sol au gel se fait à basse température. Les couches minces sont élaborées soit par trempage d'un substrat dans une solution moléculaire (dip–coating) et soit par centrifugation d'un filet de solution s'écoulant au centre d'un support en rotation (spin–coating) [19].

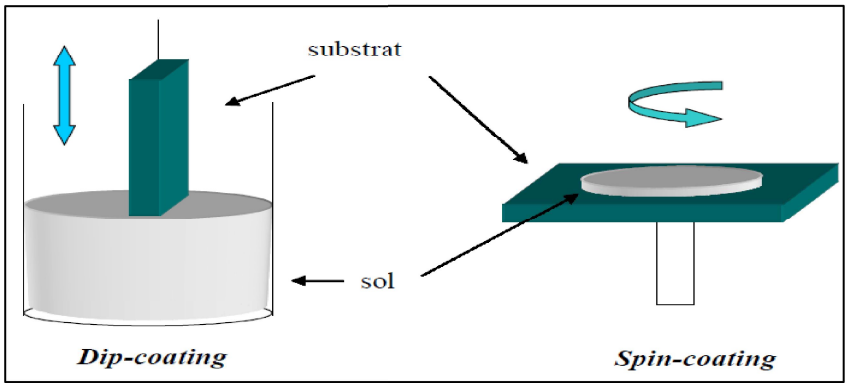


Figure.I.13. Représentation schématique d'appareillages de dépôt par dip- et spin-coating [46].

I.6.4.2. Les procédés électrochimiques

Le procédé électrochimique est l'une des méthodes de dépôt les plus utilisées pour la fabrication des couches minces inorganiques à partir d'une phase liquide. Le procédé électrochimique se basent sur un transfert de charge électronique qui s'accompagne par la modification des états d'oxydation et/ou de réduction des matériaux et donc de leur nature physico-chimique [19].

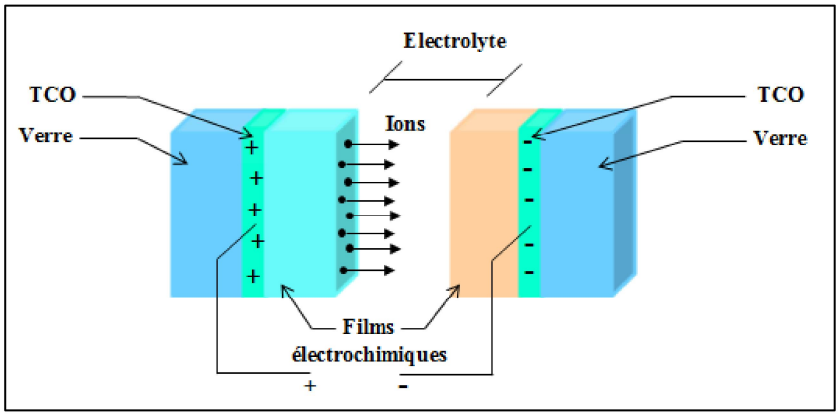


Figure.I.14. Exemple d'une fenêtre électrochromique avec les différentes couches la composant [47].

I.6.5. Dépôts physiques en phase vapeur des couches minces

I.6.5.1. Dépôt par pulvérisation cathodique

Dans cette méthode, le substrat est mis dans une enceinte contenant un gaz (en général de l'Argon) à basse pression, dans lequel on provoque une décharge électrique. Cette décharge a pour rôle d'ioniser les atomes de gaz. Les ions ainsi obtenus sont accélérés par une différence de potentiel et viennent bombarder une cathode constituée du matériau à déposer (cible) [48,49].

I.6.5.1.1. La pulvérisation cathodique DC

La cible fixée sur une électrique (de 0.1 à 10 KV) est appliquée entre les deux électrodes. Les ions positifs du plasma, attirés par la tension négative de la cathode, Viennent bombarder la cible, les électrons se déplacent vers l'anode (potentiel positif) et entretiennent le plasma. Si les ions positifs ont assez d'énergie, ils vont éjecter des atomes de la cible qui viennent de déposer sur le substrat, formant ainsi une couche mince [50 ,51].

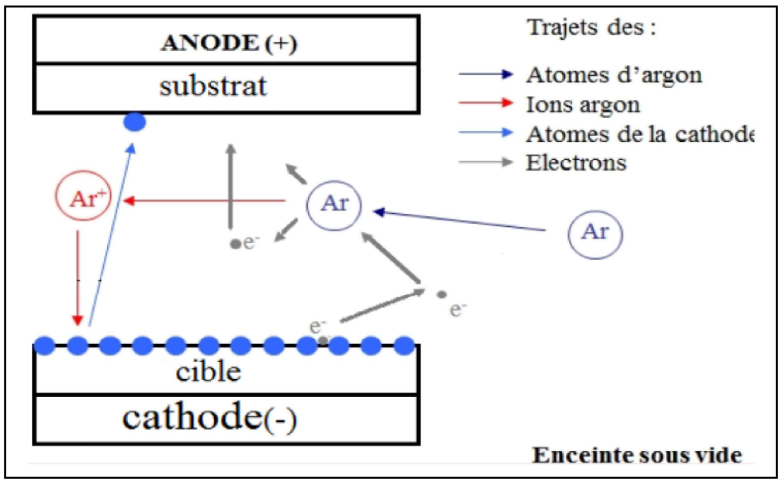


Figure.I.15. Schéma de principe de la pulvérisation cathodique diode [54].

I.6.5.1.2. La pulvérisation cathodique RF

Plus de cette technique est utilisé dans le cas des matériaux isolants. Il est nécessaire d'utiliser une tension radiofréquence (13,56 MHZ) [50 ,51]. Un grand nombre d'électrons apparait à la cathode au cours de la première alternance positive alors que pendant la seconde alternance, seul un faible nombre d'ions.

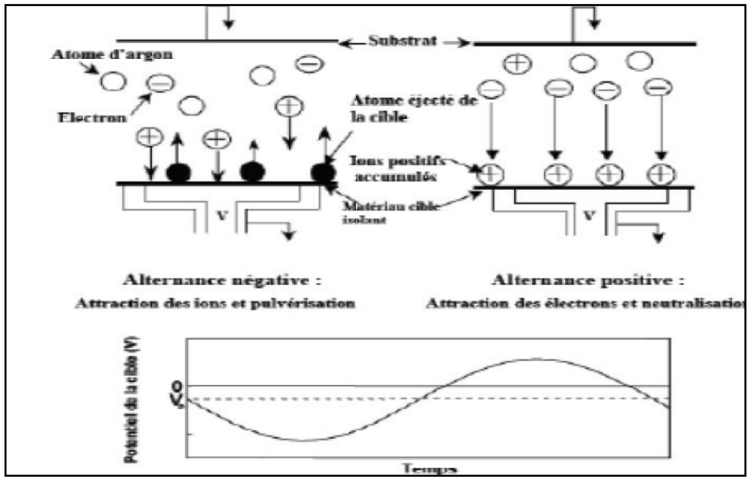


Figure.I.16. Principe de la pulvérisation radio fréquence [55].

I.6.5.2. Dépôt par évaporation

Le dépôt par évaporation basé sur trois espèces, les molécules, les atomes et les ions, selon la source d'évaporation utilisée. Ils sont transportés vers un substrat à travers un milieu passif (vide ou basse pression) ou actif (plasma, gaz réactif, liquide…). Cette méthode de dépôt permet de créer des vapeurs à partir du matériau de départ qui se condensent sur le substrat et produisent une couche mince. En effet, cette méthode de dépôt permet d'évaporer une longue gamme de matériaux, quand ils sont chauffés à des températures suffisamment élevées. Le mode du chauffage de l'évaporation change avec la variation de la méthode de dépôt utilisée ; chauffage résistif (évaporation par effet Joule) [54,55], chauffage par faisceau d'électrons (bombardement électronique) et chauffage par faisceau laser (évaporation par ablation laser, PLD) [55,56].

I.6.5.2.1. Dépôt par ablation laser (PLD : Pulse Laser Déposition)

Pour éviter les problèmes de contamination par le creuset, en utilisant un laser pulsé de haute énergie comme moyen de chauffage. L'ablation laser consiste à focaliser un faisceau laser sur un matériau dans le but de le vaporiser puis de condenser les particules ionisées sur un substrat chauffé ou non. Il est noté que les particules ionisées ont une haute énergie cinétique plus les enceints [57].

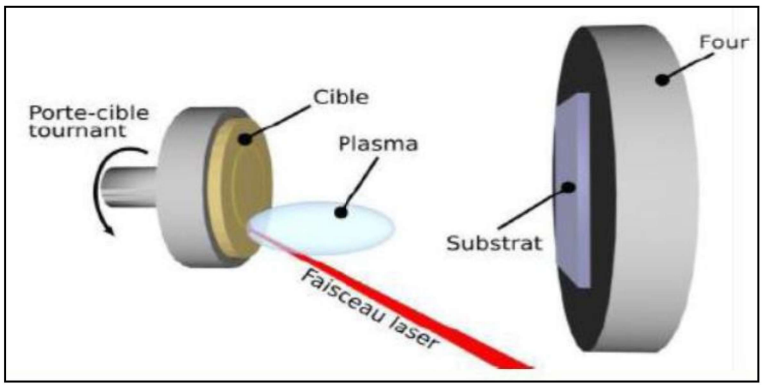


Figure.I.17. Schéma conventionnel d'un système d'ablation laser [3].

I.6.5.2.2. Chauffage par faisceau d'électrons

La technique du canon à électron consiste à apporter suffisamment d'énergie sur un matériau à l'aide d'un faisceau d'électrons. Ces électrons sont créés par effet thermo électrons (chauffage d'un filament) sous l'action conjuguée d'une différence de potentiel électrique, la trajectoire du faisceau est focalisée sur la cible [53,58].

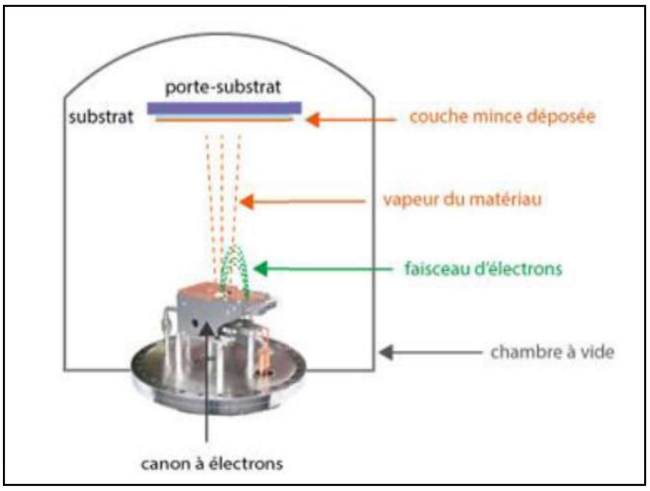


Figure.I.18. Schéma de principe de l'évaporation par faisceau d'électrons [52].

I.6.5.2.3. Évaporation thermique (effet de joule)

C'est la technique que nous avons utilisée pour élaborer les échantillons étudiés dans ce travail de thèse. L'effet porte le nom du physicien anglais James Prescott Joule qui l'étudié vers 1860 donc 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. Ce type d'évaporation consiste à déposer le matériau désiré par évaporation par un creuset, filament, ou nacelle généralement fabriquée à basse des métaux réfractaire (tungstène, tantale, molybdène ou en alumine) dans une chambre sous vide de l'ordre 10^{-6} à 10^{-7} torr [59]. La nacelle est ensuite portée à haute température par effet Joule. Les grains fondent puis le métal s'évapore. La vitesse de dépôt dépend de la température de la source, de la distance entre le creuset et le substrat mais aussi du coefficient de collage des espèces évaporées sur le substrat. Elle varie classiquement de 1 nanomètre par minute à 10 micromètres par minute. Parmi les avantages de cette technique, on cite :

- Vitesse de dépôt élevée (de 1 nm/min à 10µm/min).
- Méthode simple d'utilisation.
- Haute pureté des matériaux.
- Adapté aux applications électriques et optiques.
- Bon pouvoir de recouvrement [60].

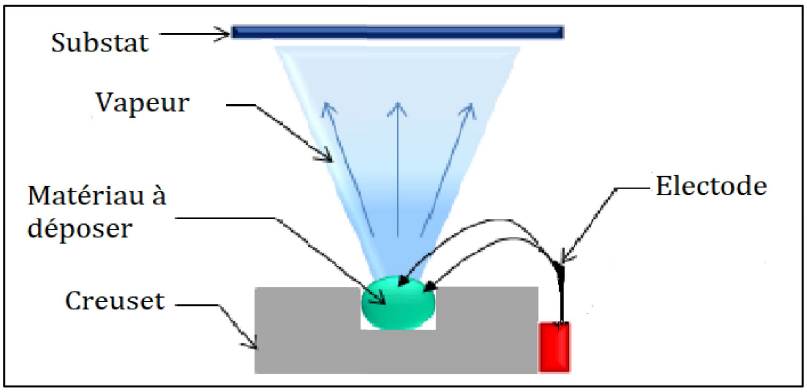


Figure I.19. Schéma de principe de l'évaporation thermique sous vide [61].

I.7. Système binaires NiFe

L'étude des matériaux magnétique à l'état massif ou sous différentes géométries n'a cessé de croitre. L'arrivée de nouveaux procédés de fabrication a permis l'apparition des couches minces, des couches ultra minces et des nanostructures. Le permalloy est l'un des rares matériaux ou il y a eu une continuité entre état de l'art historique des matériaux ferromagnétiques doux massifs et celui des couches minces. De plus, cet alliage bénéficie en couche mince de techniques d'élaboration doubles : par voie chimique (électrolyse) et par voie physique (dépôt en phase vapeur). Ce matériau est caractérisé par une haute perméabilité, une faible coercivité (< 1Oe) et une anisotropie magnéto cristalline quasi nulle. Le permalloy cristallise dans une structure cubique face centré en dessous de 600 °C. ce qui en fait la couche mince ferromagnétique loin la plus utilisée aujourd'hui dans les laboratoires et dans l'industrie [62].

I .7.1. Les propriétés physiques et chimiques dans les deux éléments Fe et Ni

Le fer et le nickel sont deux éléments chimiques situés très proches l'un de l'autre dans le tableau de Mendeleïev ; cette situation fait que les propriétés physiques et chimiques sont similaires pour les deux éléments. Quelques propriétés physiques et chimiques du nickel et du fer sont présentées dans le tableau I.2 [63 ,64] :

	Fe	Ni
Structure électronique	$[Ar]3d^6 4s^2$	$[Ar]3d^8 4s^2$
Nombre atomique	26	28
Rayon atomique (A°)	1.27	1.25
Paramètre cristallin de la structure	α, β, δ-cc (A2) γ-cfc (A2)	γ-cfc (A1)
Paramètre de maille (A°) pour la phase γ-cfc	3.6468 (à 900 °C)	3.5243 (à 20 °C)
Coefficient de diffusion pour la phase γ-cfc (m2/s)	$2.19\ 10^{-15}$	$1.749\ 10^{-21}$
Point de fusion (°C, K)	1535.1808	1453.1726
Coefficient de dilatation thermique à 20 °C (10-6/°C) pour la phase γ- cfc	12	13
Etat magnétique	Ferromagnétique (α-Fe)	Ferromagnétique
	Antiferromagnétique (γ-Fe)	
Température du Curie (°C, K)	(cc α-Fe) 770.1043	350.623
Température de Néel (°C, K)	(cfc γ-Fe) -203.70	—

Tableau I.1. Les éléments purs de Fe, de Ni et leurs propriétés

I.8. Etat de l'art des couches minces NiFe

Dans ce qui suit nous allons citer certains des travaux récents qui traitent des couches minces $Ni_{75}Fe_{25}$, lors de cette recherche bibliographique. On peut citer les travaux de A. S. Dzhumaliev et al [65] ont déposé des couches minces NiFe sur un substrat par pulvérisation magnétron pour des épaisseurs allant de 30 à 340 nm. Ils ont démontré que les films déposés à la température ambiante du substrat présentés une texture (111) qui est raffinée sous une tension de polarisation négative. Le dépôt de films sur un substrat a chauffé à une température de 440 ~ 640 K entraîne la formation de NiFe révélé une texture préférentielle selon la direction (200).

J. Singh et al. [66] ont déposé des couches minces de $Ni_{76}Fe_{24}$ 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>.

Q.H. Lu et al. [67] qui ont étudié l'effet de recuit de et l'anisotropie magnétique des films minces de $Ni_{75}Fe_{25}$ déposées sur du Si (100) type n par pulvérisation. Les auteurs ont montré, à partir des micrographies MEB et AFM une surface aplatie et la rugosité de la surface RMS, diminue de 0,23 nm à 0,15nm après le recuit.

On peut également citer les travaux de A. R. Chavan et al [68] qui ont utilisé la technique de pyrolyse par pulvérisation chimique pour déposer des couches minces de ferrite de nickel (NiFe2O4) sur des substrats de verre. Les films recuits ont été caractérisés par diffraction des rayons X (XRD), le champ microscopie électronique à balayage (FE-SEM). L'analyse du diagramme DRX a révélé la formation d'une structure cubique monophasée et le NiFe2O4 est orienté dans le plan (311). Les micrographies FE-SEM montrent que la taille des grains augmente avec l'augmentation de la température de recuit et qui varie entre 19 et 28 nm, ce qui confirme la nature nanocristalline du produit préparé.

Aussi les travaux de Z. Bazhan et al [69] ont utilisé le verre comme substrat pour déposer la ferrite de nickel nanostructurée (NF) en utilisant la méthode sol-gel, les échantillons ont été étudiés à l'aide d'outils analytiques. Les échantillons sont caractérisés par le DRX et l'AFM.

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

Chapitre II

Méthodes d'élaboration et de caractérisations

Dans ce second chapitre, nous commençons par une présentation de la technique d'élaboration et la préparation des échantillons en suite nous expliquons la méthode d'élaboration en détail, et traite des divers dispositifs de caractérisation utilisés durant ce travail : présentons la diffraction des rayons X, la technique de Microscopie électronique à balayage (MEB) et microscope à force atomique (AFM).

II.1. Techniques d'élaboration

Nos échantillons ont été élaborés au niveau du laboratoire ENMC (Elaboration des nouveaux matériaux et caractérisation) à l'université Abbas de Sétif élaborés par évaporation sous vide, par effet Joule à l'aide d'un évaporateur de marque ALCATEL MECA 2000. Le substrat de silicium (Si) d'épaisseur 525µm et de 1cm^{2}d'aire polie sur une seule face sont placés sur le port substrat à une distance de 22 cm au-dessus des creusets en tungstène, qui porte le matériau que l'on désire à évaporer [70].

II.1.1. Préparation des échantillons

Dans ce travail de manuscrite, nous avons utilisés un type de substrats : le silicium. Pour les besoins du transfert de charges et de la morphologie des couches minces de silicium, nous avons choisi d'utiliser du silicium d'avec une orientation (111) et une résistivité 1Ω cm. Les échantillons ont été découpés sous forme de carrés de dimensions 1cm×1cm [2]. Le nettoyage de substrat de silicium (Si) se fait par une procédure purement chimique. On utilise les produits suivants : le méthanol, l'acide fluorhydrique, l'acétone et l'eau distillé.

A la fin de chaque étape, le substrat sont rincés à l'eau dé ionisée, séchés avec un jet d'azote et stockés sous vide jusqu'à leur utilisation.

II.2. Méthode d'élaboration

Nous avons utilisé un évaporateur de marque MECA 2000 (Fig. II.1), pour l'élaboration des couches minces de $Ni_{75}Fe_{25}$ sur substrat de Si. Cet évaporateur est principalement constitué d'une chambre de dépôt et d'un système de vide. L'enceinte d'évaporation contient trois électrodes en cuivre qui peuvent être reliées à une source de courant. Après de nettoyage de substrat et l'enceinte en dépose la couche mince $Ni_{75}Fe_{25}$. Un creuset de tungstène qui contient le matériau à évaporer est placé entre deux électrodes. Grace à un sélectionneur (Figure. II.1) 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. A l'intérieur de la chambre, à une distance de 22 cm en parallèle avec la nacelle est placé le porte substrat. Une microbalance à quartz est placée sur le même

niveau que la porte substrat pour le contrôle des épaisseurs et des vitesses de dépôts. Enfin entre la nacelle de dépôt et le porte échantillon, est placé un cache qui sert à délimiter la durée des dépôts. Le cache est mis en place grâce à un levier extérieur lors du moment voulu [2].

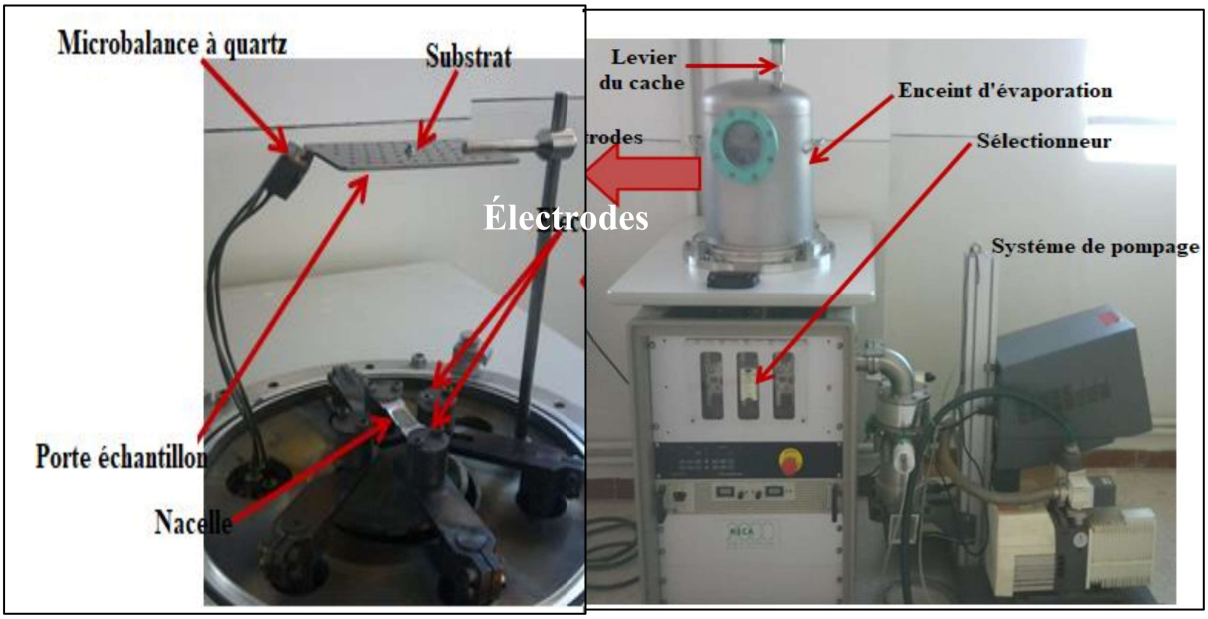


Figure. II.1. Appareillage utilisé pour l'élaboration des couches minces de $Ni_{75}Fe_{25}$ par voie physique [2].

II.3. Méthodes de caractérisation

Afin de mesurer les épaisseurs, t (nm), et de suivre l'évolution structurale des films $Ni_{75}Fe_{25}$, les techniques de réflectivité des rayons X (XRR) et diffraction des rayons X incidence rasante (XRD) ont été utilisés. La morphologie de surface et la composition chimique ont été réalisées au microscope électronique à balayage (MEB) couplée à une analyse aux rayons X à dispersion d'énergie (EDX). De plus, afin d'obtenir des informations plus précises sur la morphologie de surface, des expériences de microscopie à force atomique ont été menées avec un multi mode Veeco 5-AFM en utilisant un logiciel Nano scope 5 de l'analyseur.

II.3.1. Diffraction des rayons X en incidence rasante

L'intérêt grandissant pour l'analyse structurale de surface ou d'une certaine épaisseur proche de la surface d'un matériau a permis l'essor depuis quelques années de la diffraction des rayons X en incidence rasante (GIXD - Grazing Incidence X-Ray Diffraction) [71, 72]. Plus particulièrement, cette technique non destructive a ouvert de nouvelles perspectives

dans l'étude des modifications de l'organisation cristalline de surfaces [73]. La diffraction des rayons X en incidence rasante permet de déterminer la distribution en profondeur des différentes phases cristallines composant la surface d'un solide, et ceci en faisant varier la pénétration des rayons X avec l'angle d'incidence.

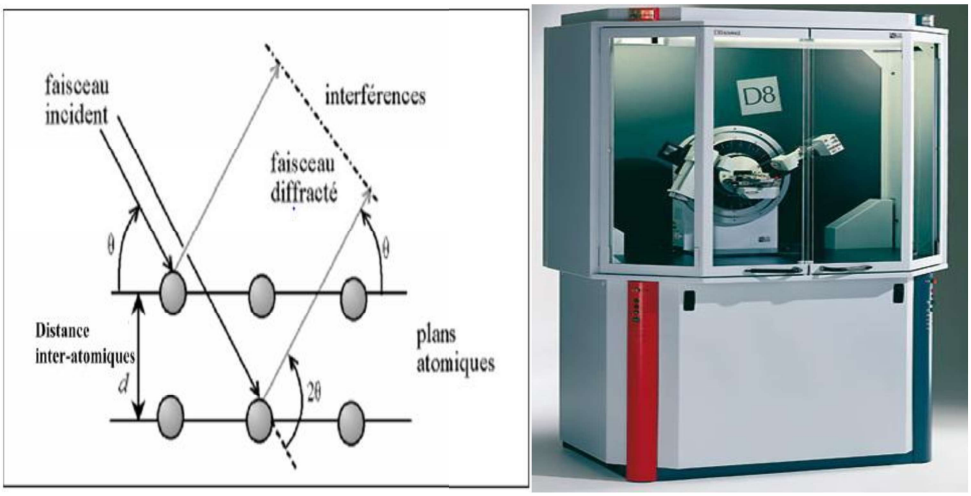


Figure II.2. Principe de diffraction d'un faisceau de rayon X par les plans cristallins de distance inter réticulaire d_{hkl} et de l'ensemble source, détecteur et porte échantillon. [70,74].

L'échantillon et le détecteur tournent à des vitesses uniformes et de géométrie (θ-2θ). Le dispositif expérimental contient :

- une source de rayons X qui envoie les rayons X sur l'échantillon ;
- un cercle Goniométrique à l'intérieur duquel se trouve l'échantillon ;
- un détecteur.

La diffraction des rayons X répond à la loi de Bragg qui sera satisfaite entre les plans atomiques du matériau.

$$2d_{hkl}\mathrm{Sin}\theta_{hkl} = n\lambda \qquad \text{(II.1)}$$

d_{hkl}: distance qui sépare les plans atomiques d'indice (hkl)

θ: angle d'incidence des rayons X sur l'échantillon à caractériser

λ: longueur d'onde du faisceau des rayons X

n : ordre de la réfraction

Cette relation montre que lorsqu'il y a diffraction des rayons X par l'échantillon à analyser, il est possible de déterminer les distances entre les plans atomiques d(hkl).

Le spectre enregistré lors de l'analyse de l'échantillon est lissé par le logiciel. Des pics apparaissent sur le spectre, ils correspondent à des familles de plan (hkl). Afin d'identifier chaque famille, il faut se référer aux fichiers ASTM (American Society for Testing Materials) [75].

II.3.1.1. Dispositif expérimental et paramètres de mesure

Pour les analyses plus poussées des films minces texturés un diffractomètre du type Bruker 4-cercle (D^8 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 scellé au cuivre et longueur d'onde λ = 0,15406 nm). Dans cet appareillage les rayons X sont émis par un tube au cuivre à 40 kV et 40 mA. Les mesures de DRX ont été réalisées à l'aide d'un balayage du détecteur sous l'angle d'incidence rasante de 0,5°.

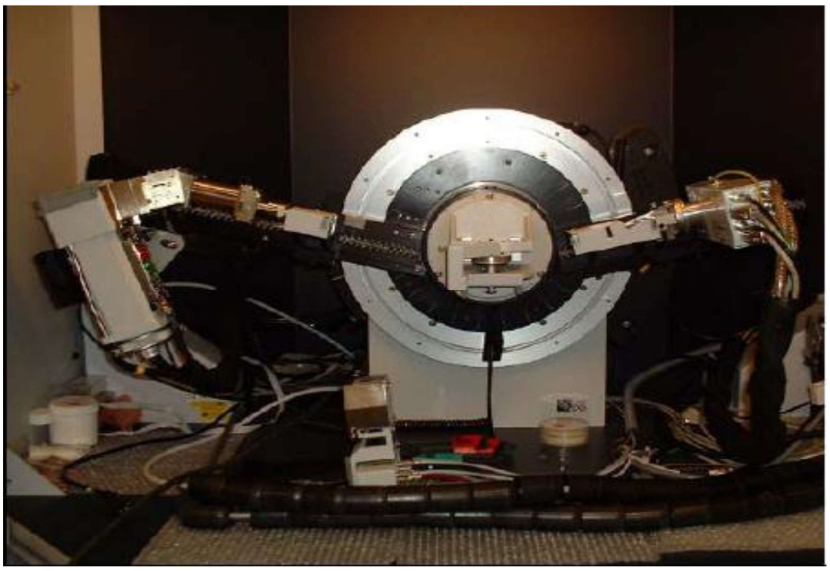


Figure.II.3. Diffractomètre du type Bruker 4-cercle D^8 Discover en géométrie Bragg Brentano (θ-2θ) [74].

II.3.2. Microscopie électronique à balayage

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique d'analyse qui permet de visualiser la morphologie de la surface des couches minces [76], elle est une technique de microscopie basée sur le principe des interactions électrons-matière. Un faisceau d'électrons, générés par une source, balaie la surface de l'échantillon à analyser qui, en

réponse, réémet certaines particules (rayonnements et électrons de différentes énergies, (figure II. 4). Différents détecteurs permettent de recueillir et d'analyser ces particules et de reconstruire une image de la surface.

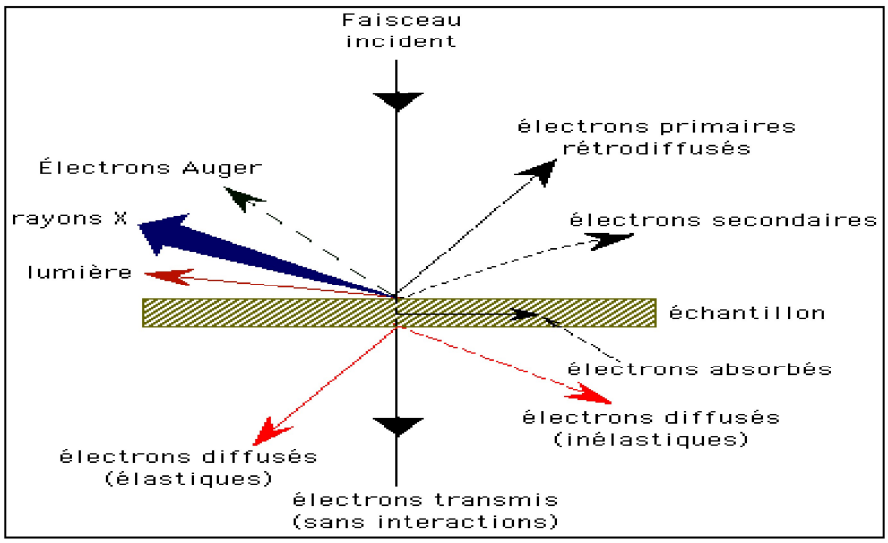


Figure. II. 4. Différents types de particules émises par l'interaction entre les électrons incidents et l'échantillon [77].

Dans le cadre de ce travail, pour les deux séries d'échantillons, nous avons utilisé le microscope ZESSI Supra 40 qui peut fonctionner avec trois différents modes : L'imagerie en électrons secondaires, l'imagerie en électrons rétrodiffusés et la micro-analyse X (EDX). Rappelons que les électrons secondaires (inélastiques) ont une faible énergie (< 50 eV), ils proviennent donc des couches proches de la surface (<10 nm) et permettent d'obtenir des images de bonne qualité et de haute résolution (la zone de réémission de ces électrons fait à peu près le même diamètre que le faisceau, soit environ 10 nm) [77]. Ces électrons permettent d'obtenir des renseignements sur la topographie de l'échantillon. En revanche, ils donnent peu d'information sur le contraste de phase.

II.3.3. La Microscopie à Force Atomique (AFM)

La microscopie à force atomique (AFM) est une méthode qui permet la caractérisation des propriétés physiques d'un matériau à l'échelle nanométrique, en faisant une cartographie tridimensionnelle. Son principe repose sur la détection des forces atomiques (celles de Van Der Waals et les forces électrostatiques) s'exerçant entre la surface de l'échantillon et une pointe à faible rayon de courbure. La pointe est placée au bout d'un levier flexible fixé sur un levier piézoélectrique, qui s'étend ou se rétracte dans le but de conserver le contact avec la surface de l'échantillon. Cette technique peut fonctionner à l'air ambiant, sous vide, ou bien dans les liquides (eau et solvants) [78].

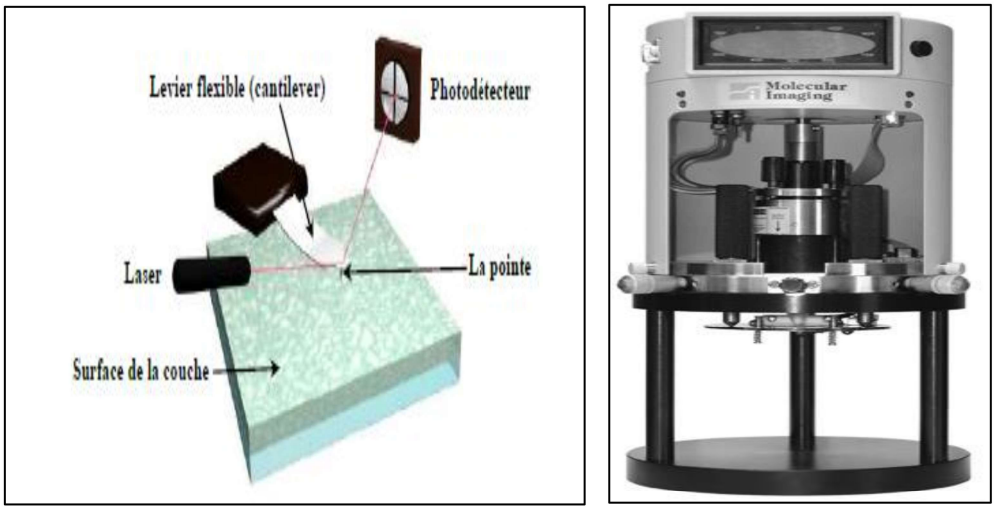


Figure. II.5. Microscope a force atomique : a) Principe, b) Modèle instrument [74,79].

Chapitre III

Résultats expérimentaux et Discussion

Dans ce chapitre, nous avons discutés les résultats expérimentaux à l'étude des couches minces déposées par évaporation sous vide sur substrat de silicium (Si). Il traite de l'influence de paramètre de l'épaisseur de la couche $Ni_{75}Fe_{25}$ déposé sur substrat de silicium (Si) sur les différentes propriétés physique des couches minces. Les propriétés structurales ont été étudiées par la diffraction des rayons X (DRX), la morphologie par le microscope électronique à balayage (MEB) et la microscopie à force atomique (AFM).

III.1. Propriétés structurales

III.1.1. Les spectres de diffraction des rayons X (DRX)

L'analyse des propriétés structurales des couches minces dépose sur substrat de silicium (Si) a été effectuée par diffraction des rayons X (DRX), en incidence rasante (θ, 2θ), pour ce faire nous avons utilisé un angle d'incidence de 0,3°. Nous avons balayé une gamme angulaire entre 30° et 70° avec un pas de 0,05°, où les courbes suivantes sont montrées les spectres de DRX de couche mince $Ni_{75}Fe_{25}$ déposé sur substrat de Si(111):

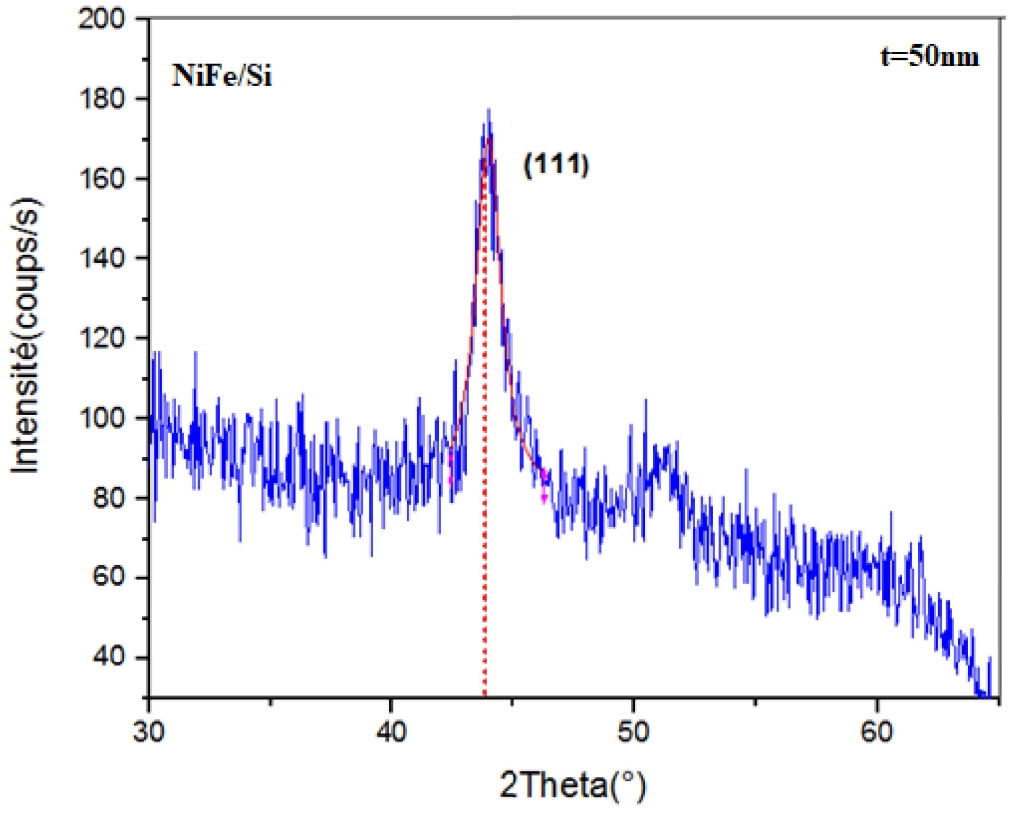


Figure.III.1. Spectre de DRX de couche mince $Ni_{75}Fe_{25}$ déposé sur substrat de silicium avec d'épaisseur 50nm.

La figure III.1 représente diffractogramme de couche mince déposé sur un substrat Si(111). Pour l'échantillon d'épaisseur 50 nm, nous avons observé la présence d'un seul

pic, ce pic situé à 2θ= 43.83° a été indexé sur la fiche ASTM [80] comme étant le pic (111) de la structure cubique à faces centrées (CFC) de l'alliage $Ni_{75}Fe_{25}$, l'orientation préférentielle est selon la direction <111>.

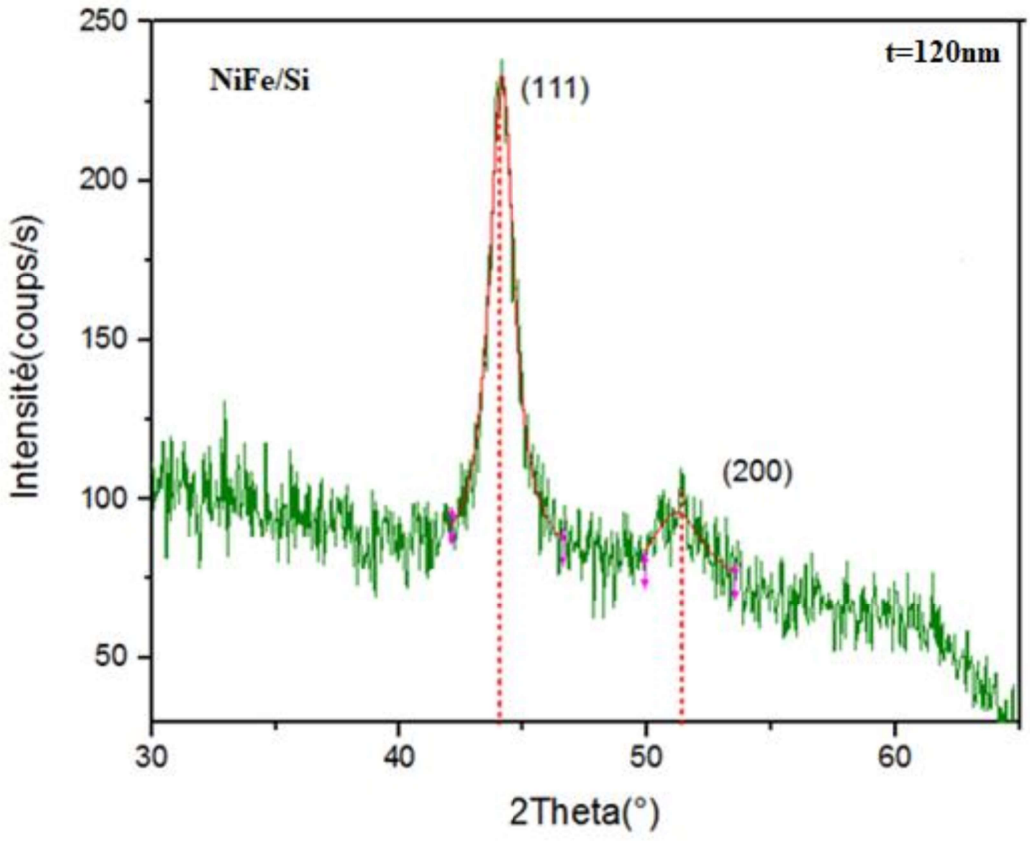


Figure. III.2. Spectre de DRX de couche mince $Ni_{75}Fe_{25}$ déposé sur substrat de silicium avec d'épaisseur 120 nm.

Pour la couche mince avec l'épaisseur 120 nm (voir la figure III.2), nous avons remarqué la présence d'un pic qui augmente en intensité avec l'augmentation de l'épaisseur et l'apparition d'autre pic de la position 2θ= 51.41°. Ces pics ont été indexés sur la fiche ASTM comme étant les pics (111) et (200) de la phase cubique à faces centrées (CFC) du $Ni_{75}Fe_{25}$ respectivement.

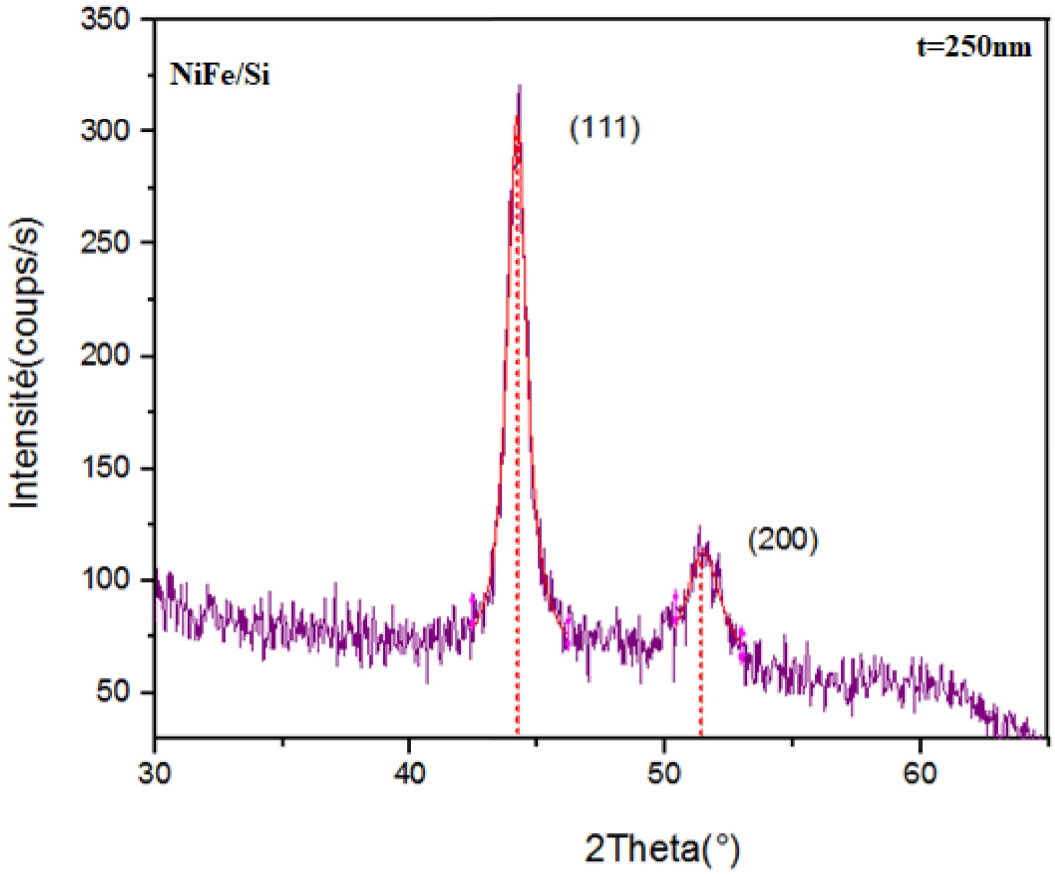


Figure III.3. Spectre de DRX de couche mince $Ni_{75}Fe_{25}$déposé sur substrat de silicium avec d'épaisseur 250nm.

Les difractogramme des films minces avec une épaisseur plus épais 250 nm, présentent deux pics situés à la position 51.48°et de 2θ= 44.24°qui ils augmentent en intensité avec l'augmentation de l'épaisseur (voir la figure III.3.). Ces pics ont été identifiés sur la fiche ASTM comme étant les pics (111) et (200) de la phase CFC de $Ni_{75}Fe_{25}$ respectivement. Afin de déterminer la texture de couche mince NiFe déposé sur le substrat de Si(111), nous avons calculé les rapports des intensités des pics par rapport au pic le plus intense (I (200) /I (111)). La valeur de rapport obtenu montre que ce système a une orientation polycristallin. Nous avons conclu que pour ce présent travail, l'épaisseur influe considérablement sur la structure cristalline des couches minces de $Ni_{75}Fe_{25}$.

Il est important de noter, à titre de comparaison, nous citons les travaux de A. R. Chavan et all [68] ont étudié des couches minces de ferrite de nickel ($NiFe_2O_4$) ont été déposées sur de substrat de verre élaboré par une technique de pyrolyse par pulvérisation, ils ont observé la structure orientation cristallographie suivant la direction (311). Z.

Bazhan et all [69] ont observé la structure orientation cristallographie suivant la direction <311>. Pour des couches minces de ferrite de nickel nanostructurée ($NiFe_2O_4$) déposé sur de substrat de verre élaboré par une technique de sol-gel. A.S. Dzhumaliev et all [65] ont étudié les films texturés NiFe (200) et NiFe (111) sur des substrats Si / SiO2, élaboré par une technique DC Magnétron, ils ont observé une orientation cristallographie suivant la direction <111>. R.Gubta, K.P. Lieb et all [81] ont observé une orientation cristallographie suivant la direction <100>. Pour des couches minces permalloy ($Ni_{81}Fe_{19}$) déposé sur de substrat de silicium (Si) élaboré par une technique à jets de DC.

III.2. Evolution des paramètres structuraux et microstructurale

La caractérisation par diffraction des rayons X (XRD) permet de donner les différentes informations sur la structure cristalline de nos échantillons (texture, paramètre de maille a (nm), déformation ε (%) et taille moyenne des grains D (nm)) [19]. Après avoir tracé les spectres de rayons X et à partir de ces courbes, nous avons calculé le paramètre de maille, a, la taille moyenne des grains D et la micro déformation Ɛ. Les résultats obtenus sont montrés dans le tableau suivant :

NiFe/Si — Propriétés	t=50nm	t=120nm	t=250nm
Paramètre de maille a (nm)	0,35746±0,002	0,35584±0,001	0,35452±0,00002
Taille des grains D (nm)	6,31±0,556	4,71±1,19	6,61±0,92
Micro déformation Ɛ (%)	0,008180±0,00006	0,003779±0,00003	0,000056±0,00006

Tableau III.1. Paramètre de maille, la taille du grain et la micro déformation dans les systèmes $Ni_{75}Fe_{25}$/Si.

III.2.1. Le paramètre de maille

Le paramètre de maille est un facteur important qui permet d'avoir des renseignements sur l'état des contraintes exercées sur la couche mince [19]. Le paramètre de maille a est calculé à partir d'une relation entre la distance interréticulaire et les indices de Miller (h k l). Dans notre étude, la couche de $Ni_{75}Fe_{25}$ déposé sur (Si) à une structure cubique à faces centrées (CFC), donc le paramètre de maille est donnée par la relation suivant [82,83]:

$$a = d\sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \qquad \text{(III.1)}$$

Où : $d_{hkl}=\frac{\lambda}{2\sin\theta}$

Avec : a (nm) est le paramètre de maille, λ est la longueur d'onde des rayons X ($\lambda_{CuK\alpha}$ égale à 1.54056Å), θ est l'angle de diffraction et (h k l) sont les indices de Miller.

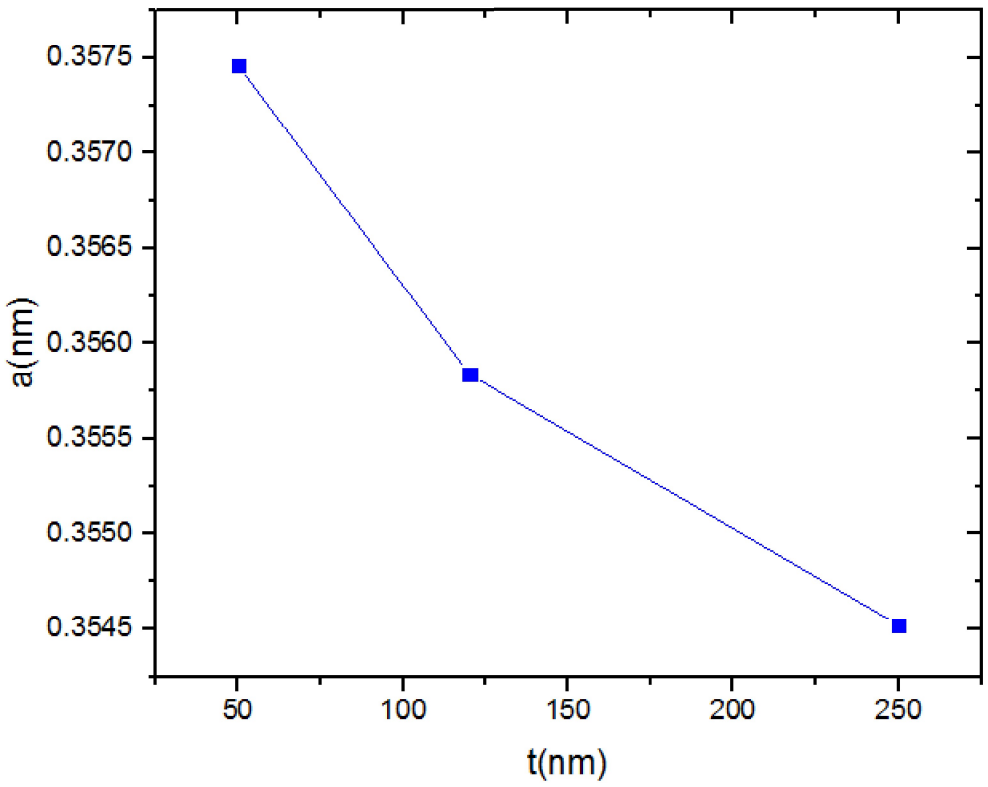


Figure. III.4. Evolution du paramètre de maille des couches minces $Ni_{75}Fe_{25}$ en fonction de l'épaisseur t, sur substrat de silicium.

Sur la figure III.4, nous avons montré l'évolution du paramètre de maille à (nm) en fonction de l'épaisseur de couche mince de $Ni_{75}Fe_{25}$. Cette figure montre bien que la valeur du paramètre de maille décroît avec l'augmentation de l'épaisseur nous avons remarqué sa valeur maximale correspond à t=50 est 0,35746±0,002 nm, puis le paramètre de maille diminue jusqu'au à 0,35452±0,00002 nm, ces valeurs sont supérieures à celle de a massif (est égale 0,3545 nm). Cette différence entre les valeurs expérimentale du paramètre de maille et la valeur du massif est probablement due aux contraintes homogènes.

Notons que V. Volkov et al. [84], ont élaboré des couches minces de Ni/Si, par deux techniques, pulvérisation magnétron (RF) et évaporation par bombardement électronique. Les auteurs ont obtenu un paramètre de maille a = 3.61 Å à t = 3.2 nm et 3.57 Å à t = 5 nm.

On peut également citer M. Yu et al. [85] qui ont obtenu les valeurs de a = 3.5245 Å pour des couches minces de Ni/SiO_2/Si préparées par pulvérisation magnétron DC à t= 200 nm.

III. 2.2. Evolution de la taille des grains

La taille des cristallites, D (nm), a été calculée pour tous les échantillons à partir des spectres de diffraction X [14]. L'affinement des profils des raies de diffraction X et la largeur à mi-hauteur (FWHM : full width at half maximum) β, des raies spectrales ont été déterminées pour tous les pics de diffraction pour chaque échantillon, à l'aide de la fonction de Lorentz inclue dans l'origine. La taille des grains des couches minces NiFe ont été calculées en utilisant la relation de Scherrer [2] :

$$D = \frac{0.9\lambda}{ß \cos\theta} \qquad \text{(III.3)}$$

Où :

λ: la longueur d'onde de l'anticathode de Cu Kα du rayon X.

θ : l'angle de diffraction.

ß : la largeur à mi-hauteur du pic de diffraction

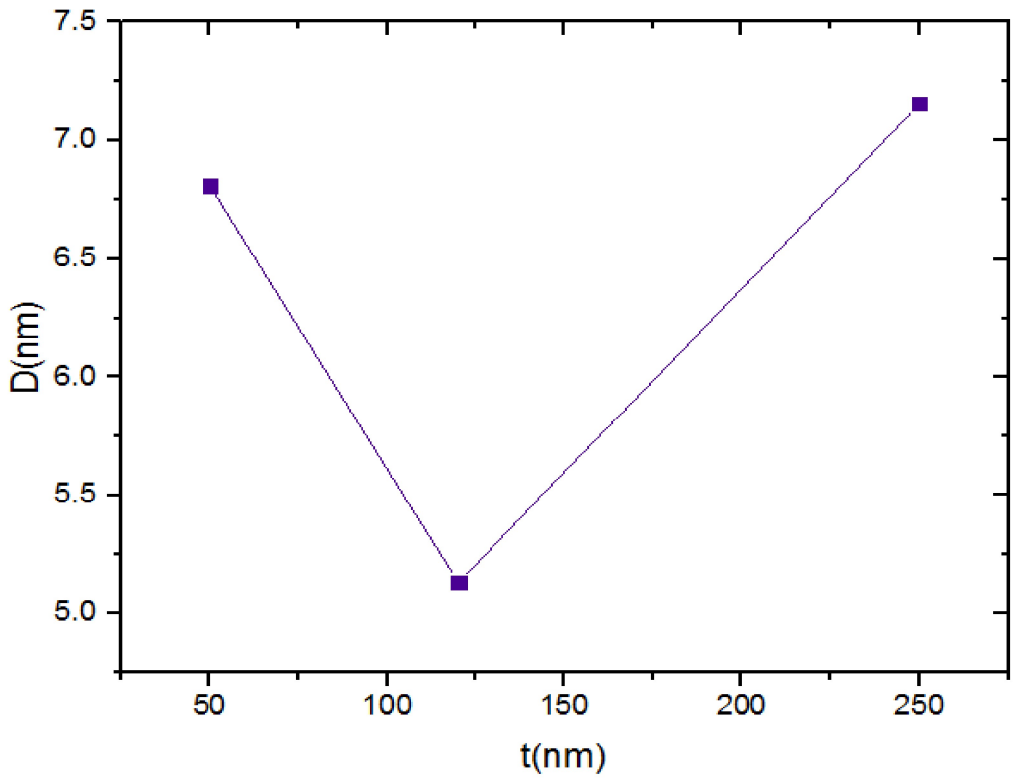


Figure. III.5. Evolution de la taille des grains D des couches minces $Ni_{75}Fe_{25}$ déposés sur substrat de silicium en fonction de l'épaisseur.

L'évolution de la taille du grain en fonction de l'épaisseur est représentée sur la figure III.5. Nous avons remarqué que la taille des grains diminue avec l'augmentation de l'épaisseur jusqu'à la valeur 4,71±1,19 nm, suivi par une augmentation de la taille des grains avec l'augmentation de l'épaisseur, Cette évolution de la taille des grains s'explique par l'agglomération des cristallites lors de l'augmentation de l'épaisseur des couches minces. Nous pouvons dire ici que l'augmentation de la taille moyenne des grains en fonction de l'épaisseur de la couche de $Ni_{75}Fe_{25}$ est due à l'accumulation des grains avec l'augmentation de l'épaisseur. La diminution de la tille des grains probablement dû à l'état critique de l'épaisseur de la couche.

A. M. Thron et al. [86] ont trouvés une taille des grains varie de 15 et 76 nm pour les couches minces de Ni/Si préparées par la pulvérisation magnétron DC. Cette gamme des tailles est supérieure. On peut citer les valeurs de D des couches minces de Ni/Si (100) préparées par pulvérisation magnétron DC trouvées par J. Xu et al. [87], pour une épaisseur t= 180 nm, la taille moyenne des grains D = 17 nm.

III.2.3. Evolution de la micro déformation

Nous avons calculé la microdéformation ε, à partir des valeurs du paramètre de maille définit par la relation suivante [2] :

$$\varepsilon = \frac{a - a\ massif}{a\ massif} \qquad \text{(III.4)}$$

La figure III.6 représente l'évolution de microdéformation ε (%) pour des couches minces $Ni_{75}Fe_{25}$ en fonction de l'épaisseur. Nous avons remarqué que toutes les valeurs de la déformation sont décroît avec l'augmentation de l'épaisseur de la couche. On trouve que ε (%) est décroit avec une valeur maximale de 0,008180±0,00006% pour l'épaisseur de 50 nm à 0,000056±0,00006 %, pour l'épaisseur de 250 nm. Notons que la diminution de la déformation en fonction de l'épaisseur pour les films $Ni_{75}Fe_{25}$ déposés sur les substrats de Si(111), indique qu'il y a une relaxation des contraintes avec l'augmentation de l'épaisseur.

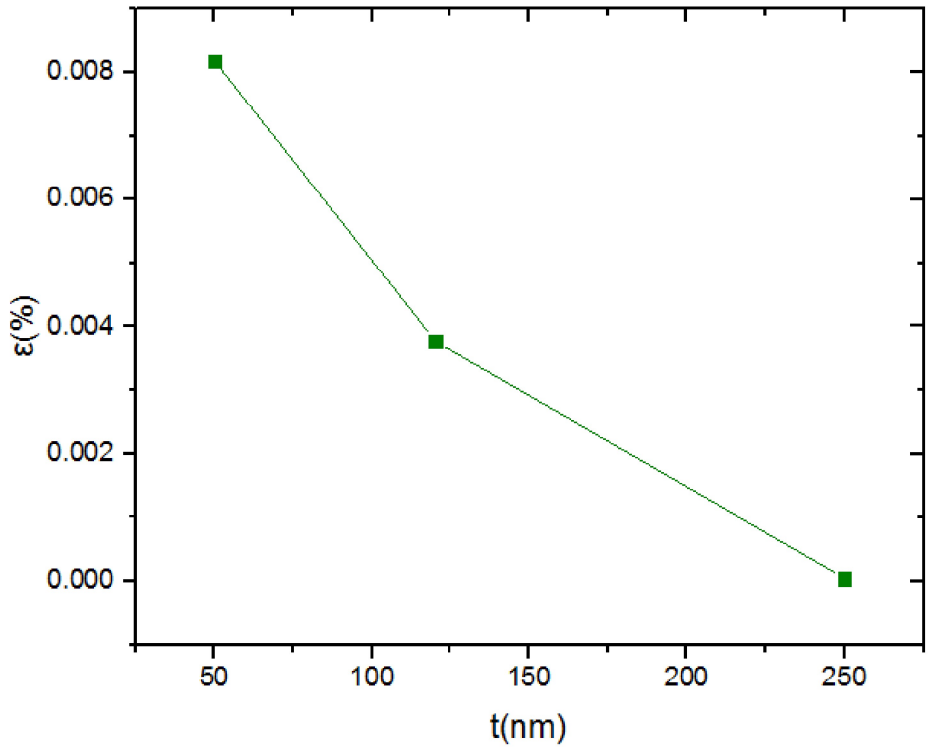


Figure. III.6. Evolution de la micro déformation des couches minces $Ni_{75}Fe_{25}$ en fonction de l'épaisseur sur substrat de silicium.

Les travaux de M. Hammous et all [88], ont préparé des couches minces de Ni par évaporation sous vide, dans une gamme d'épaisseurs varie de 28 à 200 nm. Cette gamme d'épaisseurs présente des valeurs de la déformation allant de 0.81 à 0.07 % et de 0.59 à 0.77% pour Ni/verre et Ni/Si, respectivement. C.Nacereddine et al. [89], ont trouvé des valeurs de la déformation des couches minces de Ni, préparées par évaporation sous vide sur de substrats de verre, pour une gamme d'épaisseurs allant de 31 à 165 nm, variant de -0.65 à -0.26 % relativement grandes par rapport aux nôtres valeurs. Yang et al. [90] ont déposées sur des substrats de SiO_2/Si par la pulvérisation magnétron DC, des films minces de NiFe. Ils ont montré que la valeur de la microdéformation égale à 0.15 % pour t= 280 nm.

III.3. Propriétés microstructurales

L'observation des surfaces des couches minces de $Ni_{75}Fe_{25}$ élaborées par évaporation sous vide, pour substrat Si a été faite au moyen de la microscopie électronique à balayage (MEB) et la microscopie à force atomique (AFM) [2].

III.3.1. Microscopie électronique à balayage (MEB) et EDX

Le microscope électronique à balayage (MEB) peut être utilisé pour l'étude analytique et pour l'étude de la morphologie de la surface et la composition des échantillons sous forte grossissement [19]. La figure III.7. (a) et (b), montre des exemples de micrographies MEB pour des échantillons avec l'épaisseur t = 50 nm et t = 250 nm déposées sur les substrats de Si (111). Nous remarquons que les micrographies révèlent clairement l'uniformité des surfaces. La figure III.7. (a) montre clairement pour les échantillons de 50 nm d'épaisseur, une surface avec des grains fins. Alors que les couches de 250 nm présente une surface semble être très dense (voir Figure III .7. (b)). Les images montrent aussi que des surfaces très lisses dont leur arrangement sont irréguliers et uniforme. Les films minces ont une microstructure très compacte et dense, de sorte que les grains cristallins ne sont pas visibles. Donc, il semble difficile, avec le MEB, de distinguer aisément l'effet de l'épaisseur sur la taille des grains.

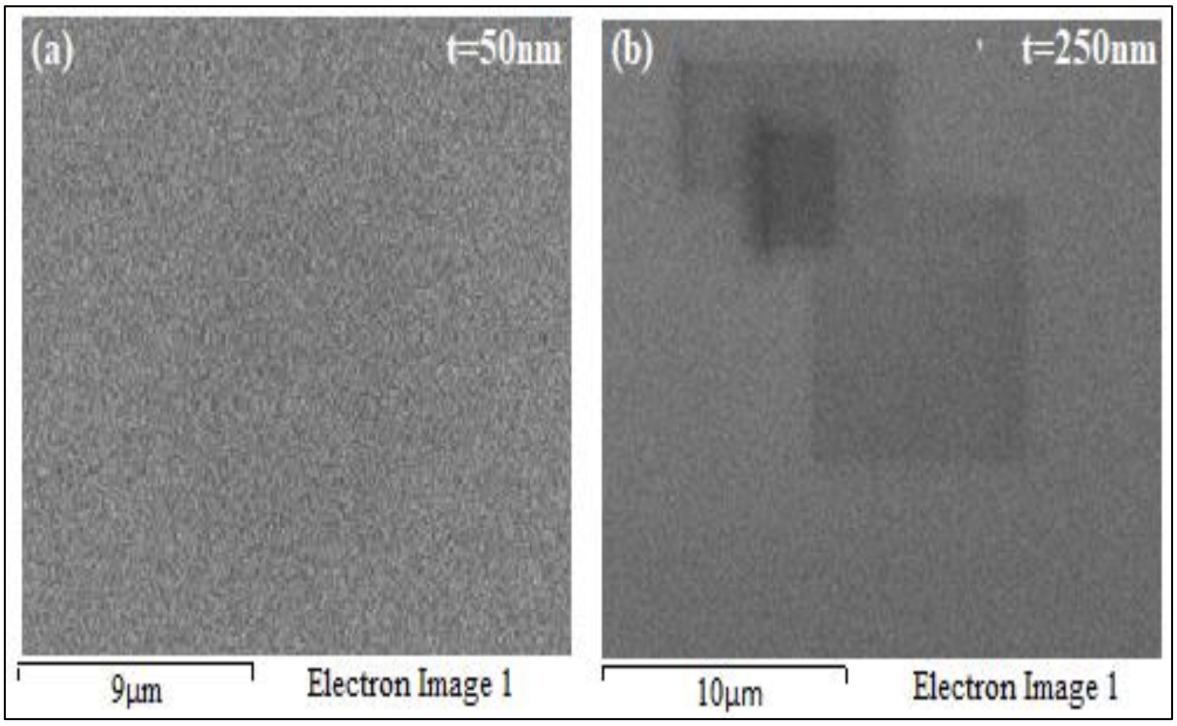


Figure.III.7. Les micrographies de MEB des surfaces des couches minces de $Ni_{75}Fe_{25}$ déposé sur substrat de silicium : (a)50nm et (b) 250nm.

Cette morphologique a été trouvée aussi par d'autres auteurs. Il est important de noter que cette même morphologie, de particule sphérique a été observée par Sam et al. [91]

pour des solutions évaporées sous forme des couches mince. Contrairement à Cao et al. [92] qui ont observé que le NiFe croit sous forme colonnaire.

- **Analyse de l'EDX**

La spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie est une faculté analytique qui peut être couplée avec plusieurs applications, dont la microscopie électronique par balayage, un profil de microanalyse X est réalisé avec l'imagerie MEB afin de vérifier que les structures observées correspondent à notre dépôt [22]. Une analyse par rayons X à dispersion d'énergie (EDX) a été effectuée sur chaque échantillon de $Ni_{75}Fe_{25}$. Cette analyse révélé un aspect général de plusieurs endroits pris séparément. Des exemples typiques de spectres EDX pour des épaisseurs égales à 50 nm et 250 nm sont présentés sur la figure III. 8. (a) et (b), respectivement. En plus de la présence des pics de nickel et de fer, nous avons noté l'existence d'autre pic relatif de silicium, qui proviennent du substrat de Si.

Nous avons estimé à partir du spectre EDX le pourcentage atomique du nickel et du fer. Ainsi, pour les deux échantillons, le pourcentage de nickel est de 74% et celui du fer est de 26%, ce pourcentage du rapport des éléments Ni et Fe est très proche de la composition nominale, stœchiométrie, $Ni_{75}Fe_{25}$. L'analyse EDX ne révèle pas la présence des autres pics qui sont à l'origine des impuretés. En effet, nous avons noté l'absence de pics relatifs aux impuretés (comme l'oxyde de fer ou l'hydroxyde de fer) et aussi l'absence des éléments ternaires. Ce la prouve que la couches mince nanostructuré $Ni_{75}Fe_{25}$ synthétisé est pur. De ce fait, la proportion de la phase $Ni_{75}Fe_{25}$ est de 100% pour chaque échantillon.

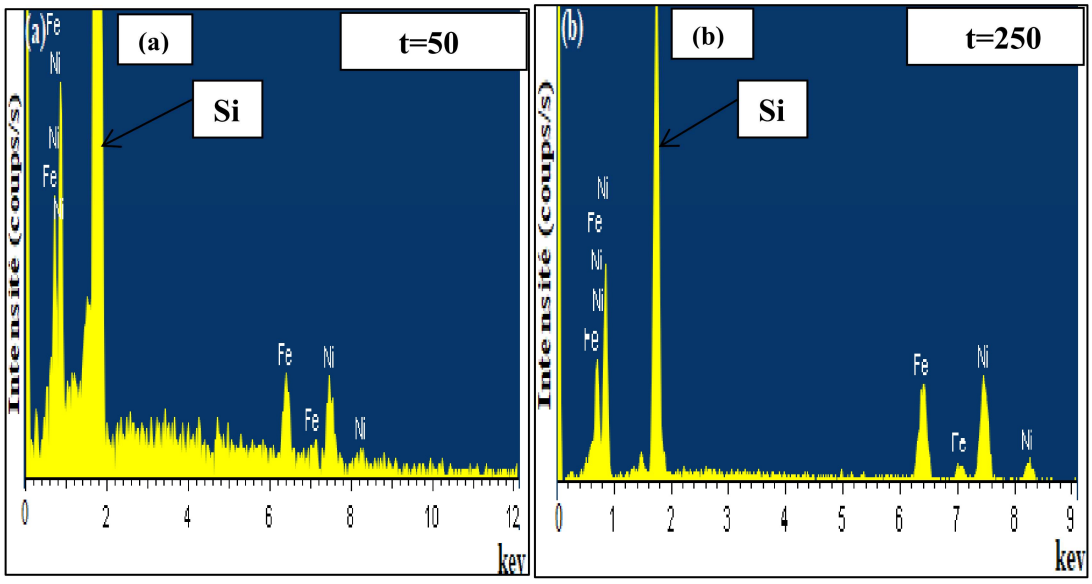


Figure.III.8. Exemples de spectres EDAX pour $Ni_{75}Fe_{25}$films avec des épaisseurs de : (a) 52 nm et (b) 250 nm.

Pour observer clairement l'effet de l'épaisseur des couches minces $Ni_{75}Fe_{25}$ déposées sur substrat de Si(111) et la taille des grains, des observations supplémentaires ont été effectuées à l'aide de la microscopie à force atomique (AFM).

III.3.2. Microscopie à force atomique AFM

La microscopie à force atomique AFM est utilisée pour l'étude de topographie de la surface et extrait la taille moyenne des grains, D (nm). Le figure. III.9 présente image topographique obtenue par la microscopie à force atomique AFM. L'analyse de image AFM, montre une morphologie de surface en 2D pour les films de $Ni_{75}Fe_{25}$ avec une épaisseur 250 nm. Nous remarquons à travers de la figure III.9 le film présente une structure morphologique composée de grains étroitement empaqueté, indiquant une surface continue, il est clair que la taille des grains est nanométrique de l'ordre de 15nm.

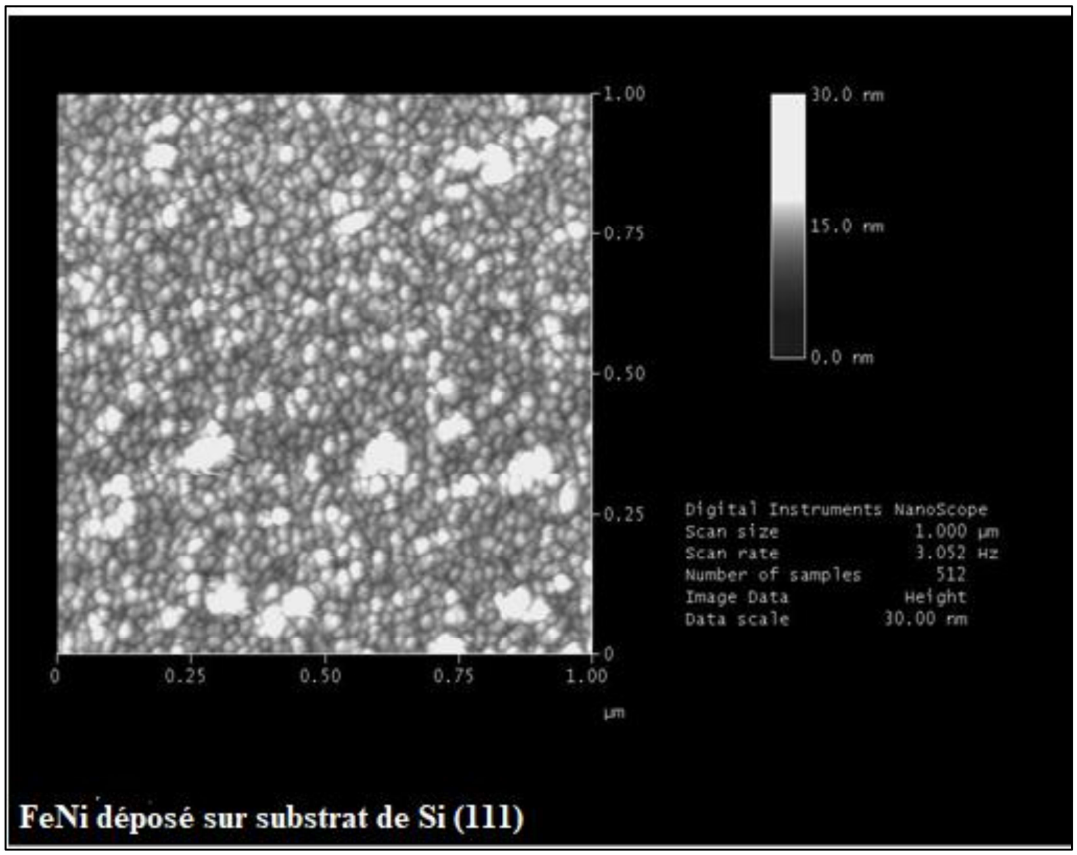


Figure.III.9. Image AFM en deux dimensions (2D) pour les films de $Ni_{75}Fe_{25}$ de l'épaisseur 250nm.

On observe également une surface plane, plus uniforme, ce qui confirme l'observation faite par microscopie au MEB. Les films $Ni_{75}Fe_{25}$ sont pratiquement révélées la continuité de surface et composée des grains fins de structure nanocristalline, en accord avec les résultats obtenus dans littérature. Il est également intéressant de noter que Gao et al. [93]

ont observé une structure identique pour les couches minces de permalloy déposées sur du silicium.

Conclusion générale

Conclusion générale

Dans ce travail, nous avons utilisé la technique d'élaborations des couches minces qui est l'évaporation thermique (effet joule) pour synthétiser des couches minces nanostructurées de NiFe. Les échantillons obtenus ont été caractérisés par plusieurs techniques (DRX, MEB, EDX et l'AFM,).

Les couches minces de NiFe élaborées par évaporation ont été déposées sur un substrat de silicium (Si) pour des épaisseurs allant de 50 nm, 120nm et 250nm. A partir des spectres DRX, nous avons montré que, pour faible épaisseur, le film présente une orientation préférentielle selon la direction <111>. Lorsque l'épaisseur augmente, une structure polycristalline est présentée. Le paramètre de maille diminue avec l'augmentation de l'épaisseur du film. La taille des grains des films des $Ni_{75}Fe_{25}$ augmente avec l'augmentation de l'épaisseur. L'étude microstructurale a été étudiée par MEB couplé à EDX. Les micrographies MEB montrent la présence d'une surface dense et uniforme avec une distribution de grains très fins. Les observations AFM révèlent une topographie uniforme.

.

Référence

Références

[1] N. Boudinar, Thèse de Doctorat, Université Badji Mokhtar Annaba, Annaba, (2011).

[2] S. Lamrani, Thèse de Doctorat, Universite Mouloud Mammeri De Tizi Ouzou, (2016).

[3] O. Boudrifa, Thése de Magister, Université Ferhat Abbas–Setif, (2010).

[4] F. Serdouk, Thèse de Doctorat, Université Badji Mokhtar Annaba, (2015).

[5] M. L. Benkhedir, Thèse de Doctorat, Université de Leuven, (2006).

[6] C. Suryanarayana, International Mater. 40 (1995) 41-64.

[7] S. C. Tjiong, H. Chen, Mater. Sci. Eng. R 45 (2004) 1-88.

[8] L. Darozczi, D. L. Beke, G. Posgay, G. F. Zhou and H. Bakker, 2 (1993) 515.

[9] H. Gleiter, Progress Mater. Sci. 33 (1989) 223-315.

[10] H. Guérault, thèse de Doctorat, Université du Maine, (2000).

[11] W. Tebib, Thèse de Doctorat, Université d'Annaba, (2009).

[12] K. Lu, Mater. Sci. Eng, R 16 (1996)161-221.

[13] S.C. Tjong, Haydn Chen, R 45 (2004) 1–88.

[14] N. Boukherroub, Thèse de Doctorat, Universite M'hamed Bougara- Boumerdes, (2015).

[15] Gusev A. I., Rempel A. A. Cambridge: Cambridge International Science Publishing, (2004).

[16] S. Hariech, Mémoire de Magister, Université Mentouri-Constantine, (2009).

[17] C. Kittel , Fourth edition, John Wiley & Sons, Inc, (1971).

[18] Pierre Gravereau, Thèse de Doctorat, Université Bordeaux 1, France, (2012).

[19] M. Hemmous, Thèse de Doctorat, Université Ferhat Abbas - Setif 1, (2015).

[20] A. Layadi, introduction au magnétisme, OPU, Alger, (2004).

[21] Giorgio Bertotti, Hysteresis in Magnetism, Academic Press, (1998).

[22] Z. B. J. Hujan, Mémoire master, université de York (2013) 8-20.

[23] A. Miouat, thèse doctorat, Université de Batna, (1996).

[24] G. Herzer, Edited by K. Buschow, Elsevier Science.10 (1997) 415-462.

[25] P. Florin, Université Technique de Cluj-Napoca, Université Joseph Fourier, Grenoble, (2008).

[26] G.O. Hernandez, Thèse de Doctorat de l'Université de Toulouse, (2013).

[27] G. Herzer. IEEE Trans. Mag. 26 (1990) 1397-1402.

[28] F. Pfiefer, C. Radeloff, Soft Magnetic Fe-Ni and Fe-Co Alloys-Some physical and metallurgical aspects, J. Magn. Magn. Mater. 19 (1980) 190-207.

[29] M. E. McHenry, M. A. Willard and D.E. Laughlin, Progress in Materials Science. 44 (1999) 291-433.

[30] L. Néel, Le journal de Physique et le Radium. 17 (1956) 250.

[31] J. C. Llyod, R.S. Smith, Canadian J. Phys. 40 (1962) 454.

[32] J. Swerts, S. Vandezande, K. Temst, C. Van Haesendonck, Solid. State. Commun. 131 (2004) 359–363.

[33] H. Nathani, S. Gubbala, R. D. K. Misra, Mater. Sci. Eng. B. 121 (2005) 126–136.

[34] G. A. Jones, D. A. Srinivasan, P. J. Grundy, G. J. Keeler, J. Mat. Sci. 27 (1992) 6244.

[35] Z.T. Diao, K. Meguro, S. Tsunashima et M. Jimbo, Phys. Rev. B. 53 (1996) 8227.

[36] G. T. Stauf, D. C. Driscoll, P. A. Dowben. 153 (1987) 421.

[37] T. Kada, M. Ishikawa, H. Machida, A. Ogura, Y. Ohshita, K. Soai. J. Cryst. Growth. 275 (2005) 1115 – 1119

[38] A. Richardt, A. M Durand, Edition INFINE Paris, (1994).

[39] AFSSET (Agence Française de Sécurité Sanitaire de l'Environnement et du Travail), France, (2006).

[40] Y. Clave, revue de salon international des microtechniques, France, (2006).

[41] A. Douayar, Thése de Doctorat, Université Mohammed V-Agdal, (2013).

[42] F.Z. Mimouni, Mémoire de magister, Université Mohamed Boudiaf d'Oran,A, (2009).

[43] N. Bouhssira, Mémoire de Magister, Université Mentouri Constantine, (2005).

[44] www.cefi.org/fraDESS.old/dess_265.html.

[45] C. J. Brinker, W G. Scherer, Sol- Gel science, Acad. Press, San Diego, USA, (1990).

[46] P. Jenouvrier, Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique De Grenoble, (2003).

[47] G. Jérôme, Thèse de Doctorat, École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers de Paris, (2009).

[48] B. J. Lokhande, P.S. Patil, M.D, Uplane, Materials Letters. 57 (2002) 573-579.

[49] Pere Rocai Cabarrocas, Thèse de Doctorat, Paris VII, (1988).

[50] H.Latreche &F.Ayed, Mémoire de master, Université Larbi Tébessi-Tébessa, (2017).

[51] M. Khechba , Mémoire de magister, Université Mentouri-Constantine, (2008).

[52] F.Ababsia & S.Fares,Mémoire de master ,Université Larbi Tébessi-Tébessa, (2018).

[53] N.Menasria & H.Talbi, Mémoire de master, Université Larbi Tébessi-Tébessa, (2017).

[54] H. O. Pierson, Handbook of Refractory Carbides and Nitrides, Westwood, New Jersey, USA, (1996).

[55] A. Richardt, A. M Durand, Edition INFINE Paris, (1994).

[56] A. Richardt, I. Richardt, Edition INFINE Paris, (2000).

[57] M.Menaa, Mémoire de master, Université Larbi Tébessi-Tébessa, (2008).

[58] L. Herissi, Mémoire de Magister, Université Larbi Ben M'hidi-Oum El Bouaghi, (2008).

[59] S.P.Murarka, Mater letters. 1 (1982) 26.

[60] K.N.Tu, J.W.Mayer, Ed Wiley-Interscience, NewYork. 10 (1978) 359.

[61] A. Hafdallah, Mémoire de Magister, Université Mentouri Constantine, (2007).

[62] I. Hashim, Thèse de doctorat, Institut de Technologie de Californie, (1994).

[63] G. Béranger, F. Duffault, J. Morlet, J. F. Tiers, Lavoisier Tec & Doc, Paris, (1996).

[64] N. Boudinar, Thèse de Doctorat, Université Badji Mokhtar Annaba, (2011).

[65] A.S. Dzhumaliev, Yu. V. Nikulin, and Yu. A. Filimonov. 58, 5 (2016)1019–1023.

[66] J. Singh, S. K.Gupta, A. K.Singh, P. Kothari, R. K. Kotnala, J. Akhtar, J. Magn. Magn. Mater. 324 (2012) 999–1005.

[67] Q.H. Lu, R. Huang, L. S. Wang, Z. G. Wu, C. Li, Q. Luo, S. Y. Zuo, J. Li, D.L. Peng, G.L. Han, P.X. Yan, J. Magn. Magn. Mater. 394 (2015) 253–259.

[68] Apparao R.Chavan, Rahul R.Chilwar, Prashant B. Kharat, K. M. Jadhav, J Supercond Nov Magn. 31 (2018) 2949–2958.

[69] Z. Bazhan F. E. Ghodsi J. Mazloom Appl. Phys. A 122 (2016) 551.

[70] R. Boudissa, Mémoire de master, Universite Mentouri Constantine, (2011).

[71] Marra W.C., Eisenberger P., Cho A.Y., J. Appl. Phys. 50 (1979) 6927.

[72] Brunel M., De Bergevin, Act. Cryst. A42 (1986) 299.

[73] Arnaud Y., Brunel M., De Becdelievre A.M., Romand M., Thevenard P., Robelet M., Appl. Surf. Sc. 26 (1986) 12.

[74] H. Belkhalfa, Thèse de Magister, Université M'Hamed Bougara- Boumerdes, (2010).

[75] K. Lagha-Menouer, Thèse de Doctorat, Universite Mouloud Mammeri De Tizi-Ouzou, (2011).

[76] D.Sahel, Rapport de Laboratoire de Microscopie Electronique, Centre de Recherche Nucléation d'Alger, (2004).

[77] Y .Dahmane, Thèse doctorat, université Joseph Fourier-Grenoble1, (2007).

[78] M.Amara Saad, Thése de Doctorat, université Farhat Abbas Sétif 1, (2015).

[79] R. Bachelet, Thèse de Doctorat, Universite De Limoges, (2006).

[80] JCPDS Card No. 38 0419.

[81] R.Gubta, K.P.Lieb,Y.Luo,G.A.Muller,P.Schaaf,K,Zhang,(2008)

[82] P. J. Brown, J, B, Fosyth, The Crystal Structure of Solids, Edward Amold (1973).

[83] H.P.Klug and L.E.Alexander ,X-Ray-Diffraction Procedures,John Wiley & Sons (1974).

[84] V. Volkov, V. Levashov , V. Matveev, L. Matveeva, I. Khodos, Yu Kasumov. Thin Solid Films 519 (2011) 4329 – 4333.

[85] M. Yu, H. Qiu, X. Chen, P. Wu, Y. Tian. Thin Solid Films 516 (2008) 7903 – 7909.

[86] A. M. Thron, P. K. Greene, K. Liu, K. van Benthem. Acta Mater. 60 (2012) 2668–2678.

[87] J. Xu, T. Shao, S. Wei, L. Qin. Surf. Coat. Tech. 204 (2010) 3443– 3450.

[88] M. Hemmous, A. Layadi, A. Guittoum, A. Bourzami, A. Benabbas. Microelectronics. J.39 (2008) 1545 – 154 9.

[89] C. Nacereddine, A. Layadi, A. Guittoum, S.-M. Cherif, T. Chauveau, D. Billet, J. Ben Youssef, A. Bourzami, M.-H. Bourahli. Mater. Sci. Eng. B 136 (2007) 197–202.

[90] Y. Yang, H. Qiu, X. Chen, M. Yu. Appl. Surf. Sci. 255 (2009) 6226–6231.

[91] S. Sam, G. Fortas, A. Guittoum, N. Gabouze, S. Djebbar, Surface Science 601 (2007) 4270-4273.

[92] D. Cao, Z. Wang, E. Feng, J. Wei, J. Wang, Q. Liu, J. Alloys Compd. 581 (2013) 66-70.

[93] L. J. Gao, P. Ma, K. M. Novogradecz, and P. R. Norton, J. Appl. Phys. 8 (1997) 7595-99.