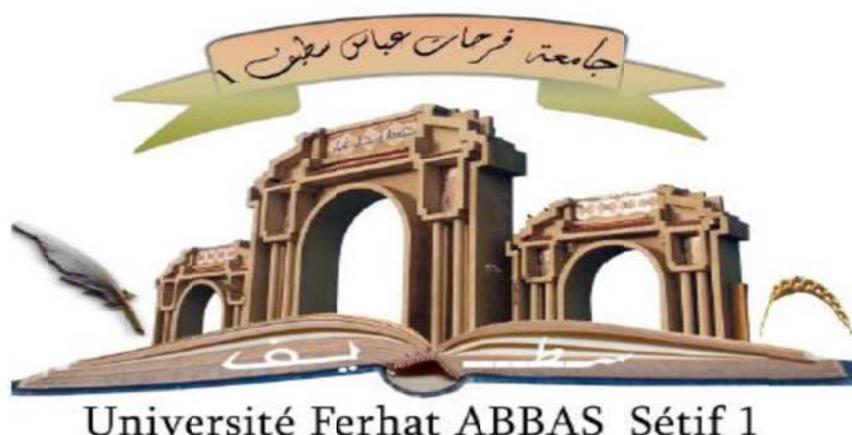


République Algérienne Démocratique et Populaire  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique  
Université Ferhat ABBAS Sétif 1



## THÈSE

Présentée à la Faculté des Sciences  
Département de Physique  
Laboratoire d'Etudes des Surfaces et Interfaces des Matériaux Solides (LESIMS)  
Pour l'obtention du diplôme de  
**Doctorat en Physique**  
Option : Physique de la matière condensée  
Par

**Lamine TABERKANI**

## THÈME

*Élaboration et investigations de propriétés structurales, électriques et magnétiques de couches minces ferromagnétiques de  $Fe_xNi_{100-x}$*

Soutenue publiquement le 20/07/2023

Devant le jury :

**Président : M. Layachi LOUAIL** Professeur, Université Sétif1 Ferhat ABBAS

**Directeur de thèse : M. Ahmed KHARMOUCHE** Professeur, Université Sétif1  
Ferhat ABBAS

**Examineurs:**

**Mme Hayet MOUMENI** Professeure, Université 08 Mai 1945 de Guelma

**M. Radouane DAIRA** Professeur, Université 20 août 1955 de Skikda

**M. Ammar MOSBAH** MCA, Université Sétif1 Ferhat ABBAS

# *Dédicaces*

*A ma famille*

*“What we know is a drop, what we don't know is an ocean”.*  
*Isaac Newton.*

# *Remerciements*

*Ce travail de thèse a été réalisé au sein du laboratoire d'Etudes des Surfaces et Interfaces des Matériaux Solides (LESIMS) de l'Université Ferhat Abbas Sétif1.*

*Je tiens à exprimer ma sincère gratitude au Professeur Ahmed KHARMOUCHE. J'ai eu la chance de l'avoir eu pour Directeur de Thèse. J'ai beaucoup apprécié la confiance qu'il m'a témoignée, sa disponibilité régulière et son soutien constant. Je tiens énormément à souligner ses qualités humaines, son assistance et son enthousiasme qui m'ont aidé à surmonter beaucoup de difficultés. Il a été ma référence de sagesse scientifique.*

*Je tiens à remercier également l'ensemble des membres du jury pour avoir accepté d'évaluer ce travail de thèse. Merci à M. Layachi LOUAIL, Professeur à l'Université Sétif1 Ferhat Abbas, d'avoir accepté de présider le jury de cette thèse. Je remercie vivement Madame Hayet MOUMENI, Professeure à l'Université du 08 mai 1945 de GUELMA, M. Redouane DAIRA, Professeur à l'Université 20 août 1955 de SKIKDA, et M. Ammar MOSBAH, Maître de Conférences A à l'Université Sétif1 Ferhat Abbas, d'avoir accepté de juger ce travail et de m'avoir fait l'honneur de faire partie de mon jury de thèse.*

*Je remercie aussi Madame Wassila TEBIB, Professeure à l'Université Chadli Bendjedid El Tarf, d'avoir contribué à ce travail par les mesures de VSM.*

*Un grand merci aussi à Monsieur B. Rahal, senior chercheur au centre de recherche nucléaire d'Alger (CRNA), pour sa disponibilité entière dans les mesures de DRX.*

*Mes remerciements vont aussi à M. A. Azizi, Professeur à l'Université Sétif1 Ferhat Abbas, et Directeur du laboratoire LCIMN, pour les mesures AFM.*

*Un grand merci aussi à Messieurs H. Ami et S. Mammeri, Maîtres de Recherche au (CRNA) et Madame A. Dib, senior chercheure au (CRNA), pour leur temps et leur disponibilité entière dans les mesures de RBS.*

*Je remercie très sincèrement tous les collègues que j'ai eu le plaisir de côtoyer durant mon séjour au laboratoire. Par leur gentillesse, leur sympathie, et pour toutes les discussions fructueuses et enrichissantes.*

*Mes remerciements vont également à toute personne qui a contribué, de près ou de loin, à la réalisation de ce travail.*

# Table des matières

<b>INTRUDUCTION GÉNÉRALE</b> .....	6
Références bibliographiques .....	14
<b>I. Introduction au magnétisme et état de l'art d'alliage FeNi</b> .....	16
<b>1.</b> Introduction .....	18
<b>2.</b> Grandeurs magnétiques .....	18
<b>3.</b> Origine du magnétisme .....	19
<b>4.</b> Classification des matériaux magnétiques .....	20
<b>4.1.</b> Diamagnétisme .....	21
<b>4.2.</b> Paramagnétisme .....	21
<b>4.3.</b> Ferromagnétisme .....	22
<b>4.4.</b> Antiferromagnétisme .....	23
<b>4.5.</b> Ferrimagnétisme .....	23
<b>5.</b> Propriétés ferromagnétiques .....	24
<b>5.1.</b> Courbe d'aimantation – Cycle d'hystérésis d'un ferromagnétique .....	26
<b>5.2.</b> Classification des matériaux ferromagnétiques .....	27
<b>5.3.</b> Domaines magnétiques .....	28
<b>5.4.</b> Mécanismes d'aimantation .....	30
<b>5.5.</b> Anisotropie magnétique .....	34
<b>5.6.</b> Le superparamagnétisme .....	36
<b>6.</b> Propriétés et état de l'art de l'alliage FeNi.....	36
<b>6.1.</b> Caractéristiques physiques et chimiques des éléments Fe et Ni .....	37
<b>6.2.</b> Ferromagnétisme des métaux Fe et Ni .....	37
<b>6.3.</b> Diagramme de phases de l'alliage $Fe_xNi_{100-x}$ .....	39
<b>6.4.</b> Résistivité électrique des alliages $Fe_xNi_{100-x}$ .....	41
<b>6.5.</b> Applications industrielles des alliages Fe-Ni .....	41
<b>6.6.</b> Travaux antérieurs sur les alliages de FeNi .....	42
Conclusion .....	45
Références bibliographiques .....	46

<b>II. Techniques expérimentales</b> .....	49
1. Introduction .....	51
2. Techniques d'élaboration des couches minces .....	51
2.1. Evaporation sous vide .....	52
3. Technique et condition d'élaboration des couches minces .....	53
3.1. Description de la technique utilisée (PVD par effet Joule) .....	53
3.2. Conditions d'élaboration des couches minces .....	56
4. Formation d'une couche mince .....	57
4.1. La nucléation .....	57
4.2. La coalescence .....	58
4.3. La croissance .....	58
5. Techniques de caractérisations .....	59
5.1. Spectroscopie par Rétrodiffusion de Rutherford (RBS) .....	59
5.1.1. Principe de la technique RBS .....	60
5.1.2. Cinématique de collisions .....	60
5.1.3. Dispositif expérimental d'analyse .....	63
5.2. La diffraction des rayons X (DRX) .....	65
5.2.1. Principe de la technique .....	65
5.2.2. Quelques définitions .....	68
5.2.3. Recherche et sélection de phase .....	69
5.2.4. Détermination de la taille des cristallites .....	70
5.3. Microscopie à Force Atomique (AFM) .....	71
5.4. Le magnétomètre à échantillon vibrant (VSM) .....	73
5.5. Caractérisation électrique par effet Hall (HMS) .....	75
Conclusion .....	78
Références bibliographiques .....	78
<b>III. Propriétés structurales</b> .....	80
1. Introduction .....	82
2. Procédures expérimentales .....	82
3. Détermination de la composition chimique et mesure des épaisseurs .....	83
4. Analyse structurale des couches minces de $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}$ .....	86
4.1. Paramètres de maille et microdéformation .....	87
4.2. Taille des cristallites .....	89

5. Topographie des surfaces des films .....	91
Conclusion .....	93
Références bibliographiques .....	93
<b>IV. Propriétés magnétiques et électriques .....</b>	<b>94</b>
1. Introduction .....	96
2. Analyse magnétique des films de $Fe_xNi_{100-x}$ .....	96
2.1. Courbe d'hystérésis .....	97
2.2. Aimantation à saturation $M_s$ .....	98
2.3. Aimantation rémanente et squareness .....	100
2.4. Champ coercitif $H_c$ .....	101
2.4.1. Effet de la composition chimique .....	101
2.4.2. Effet de la taille des grains $D$ .....	102
2.4.3. Effet de la rugosité .....	103
3. Analyse électrique des films de $Fe_xNi_{100-x}$ .....	104
Conclusion .....	107
Références bibliographiques .....	108
<b>CONCLUSION GÉNÉRALE .....</b>	<b>111</b>

# Liste des figures

I. 1. Mouvement de l'électron autour du noyau .....	20
I. 2. Schéma explicatif du diamagnétisme à l'échelle microscopique .....	21
I. 3. Schéma explicatif du paramagnétisme .....	22
I. 4. Courbe de première aimantation des différents corps magnétiques placés dans un champ magnétique H .....	23
I. 5. Organisation des moments sous l'influence d'un champ magnétique .....	24
I. 6. Métaux de transition dans le tableau périodique .....	24
I. 7. Effet de l'interaction d'échange à courte portée sur l'ordre magnétique macroscopique dans les matériaux ferromagnétiques .....	25
I. 8. Cycle hystérésis d'un matériau ferromagnétique ordinaire .....	26
I. 9. Cycle d'hystérésis d'un matériau ferromagnétique doux .....	28
I. 10. Cycle d'hystérésis d'un matériau ferromagnétique dur .....	28
I. 11. Schéma explicatif des domaines de Weiss .....	29
I. 12. Parois de domaine : (a) Paroi de Bloch, (b) Paroi de Néel .....	30
I. 13. Échantillon initialement désaimanté, les points des défauts .....	30
I. 14. Déplacement des parois jusqu'à des zones de blocage .....	31
I. 15. Déformation des parois .....	31
I. 16. Zone d'accrochage (décrochage de parois) .....	31
I. 17. Zone de disparition de parois .....	32
I. 18. Zone de rotation des moments .....	32
I. 19. Retour au zéro d'excitation de l'excitation .....	32
I. 20. Passage par le champ coercitif $H_c$ .....	33
I. 21. Zone de rotation des moments .....	33
I. 22. Fermeture du cycle .....	33

I. 23. Courbe de Slater-Pauling .....	38
I. 24. Schéma des bandes "d" et "s", $\Delta E_s \ll \Delta E_d$ .....	39
I.25. Diagramme de phase du système FeNi .....	40
II. 1. Évaporateur à effet Joule du laboratoire LESIMS .....	54
II. 2. Dispositif expérimental de l'évaporateur .....	54
II. 3. Chambre d'évaporation .....	55
II. 4. Principe de fonctionnement, (a) la pompe à palettes et (b) pompe à diffusion d'huile .....	55
II. 5. L'emplacement des différents substrats sur le porte-substrat .....	57
II. 6. Mécanisme de nucléation des couches minces .....	57
II. 7. Les trois modes de croissance de couches minces .....	59
II. 8. Schéma descriptif du principe physique de la méthode d'analyse RBS .....	60
II. 9. Schéma descriptif de la cinématique de rétrodiffusion de la RBS .....	61
II. 10. Schéma descriptif de la section efficace de Rutherford .....	62
II. 11. Représentation schématique de l'accélérateur Van de Graaf de C.N.R.A .....	63
II. 12. Une vue intérieure de la chambre à réaction .....	64
II. 13. Principe de diffraction des rayons X .....	66
II. 14. Exemple d'identification des phases présentes pour un diffractogramme expérimental .....	67
II. 15. Modèles de fonctionnement des diffractomètres .....	68
II. 16. Fiche JCPDS de la phase FeNi <sub>3</sub> .....	69
II. 17. Photo du Diffractomètre X'Pert Pro de Philips du CRNA .....	71
II. 18. Schéma de principe du microscope à force atomique .....	72
II. 19. Microscope à Force Atomique de (LCIMN) l'Université Sétif 1 Ferhat ABBAS....	73
II. 20. Magnétomètre à échantillon vibrant (VSM) .....	74
II. 21. Schéma de principe d'un magnétomètre à échantillon vibrant (VSM) .....	75
II. 22. Les types de configurations de mesure par un VSM .....	75
II. 23. Schéma de principe de l'effet Hall .....	76
II. 24. Schéma de principe de la méthode Van der Pauw .....	77
II. 25. Dispositif des mesures électriques par effet Hall HMS 3000 .....	77

III. 1. Spectres RBS des films $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}/\text{Si}$ (111) .....	85
III. 3. Spectre DRX des couches minces $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}/\text{Si}$ (111) .....	87
III. 4. Evolution du paramètre de maille en fonction de la teneur x en fer pour les films $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}/\text{Si}$ (111) .....	89
III.5. Evolution de la microdéformation en fonction de la teneur x en fer pour les films $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}/\text{Si}$ (111) .....	89
III. 6. Evolution de taille des cristallites en fonction de la teneur x en fer pour les films $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}/\text{Si}$ (111) .....	90
III. 7. Exemples d'images AFM 2D et 3D des couches minces $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}/\text{Si}$ (111) .....	92
III. 8. Evolution de la rugosité en fonction de la teneur x pour les films $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}/\text{Si}$ (111) .	92
IV. 1. Exemple de courbes d'aimantation : (a) et (b) dans la configuration longitudinale ; (c) dans la configuration polaire .....	98
IV. 2. Évolution de l'aimantation à saturation en fonction de la composition de Fe .....	99
IV. 3. Courbe de Slater-Pauling .....	100
IV. 4. Évolution du champ coercitif $H_c$ en fonction de la composition de Fe .....	102
IV. 5. Évolution du champ coercitif $H_c$ en fonction de la taille des cristallites D .....	103
IV. 6. Évolution du champ coercitif $H_c$ en fonction de rms .....	104
IV. 7. Evolution de la résistivité électrique $\rho$ en fonction de la teneur en fer .....	105
IV. 8. Evolution de la magnétorésistance de nos couches minces $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}$ en fonction de la teneur x en fer .....	106
IV. 9. Evolution de la mobilité $\mu$ en fonction de la teneur en fer .....	107

# Liste des tableaux

I. 1. Unités utilisées pour les grandeurs magnétiques .....	19
I. 2. Constantes d'anisotropie magnétocristalline pour Fe, Co et Ni .....	34
I.3. Caractéristiques physiques et chimiques des éléments Fe et Ni .....	37
I. 4. Distribution des électrons de valence sur les bandes "s" et "d" .....	39
I. 5. Applications de Fe-Ni .....	42
II .1. Présentation des principaux procédés de dépôt des couches minces .....	52
II. 2. Tableau récapitulatif des conditions expérimentales utilisées lors de l'analyse RBS ..	64
III. 1. Composition atomique et épaisseur déduites des spectres de simulation RBS de couches minces $Fe_xNi_{100-x}/Si(111)$ .....	86
III. 2. Paramètres de maille et microdéformation des films de $Fe_xNi_{100-x}/Si(111)$ .....	88
III. 3. Taille des cristallites des films $Fe_xNi_{100-x}$ selon l'orientation préférentielle (111) .....	90
III. 4. Rugosité des surfaces dans les échantillons $Fe_xNi_{100-x}/Si(111)$ .....	92
IV. 1. Valeurs de l'aimantation à saturation des échantillons $Fe_xNi_{100-x}/Si(111)$ .....	99
IV. 2. Valeurs de la rectangularité des échantillons $Fe_xNi_{100-x}/Si(111)$ .....	100
IV. 3. Valeurs du champ coercitif des échantillons $Fe_xNi_{100-x}/Si(111)$ .....	101
IV. 4. Valeurs du champ coercitif des échantillons $Fe_xNi_{100-x}/Si(111)$ en fonction de la taille des cristallites .....	102
IV.5. Valeurs du champ coercitif des échantillons $Fe_xNi_{100-x}/Si(111)$ en fonction de la rms103	
IV. 6. Valeurs moyennes de la résistivité électrique $\rho$ , de la magnétorésistance $\Delta R$ et de la mobilité $\mu$ , en fonction de la teneur x en fer .....	105

# *Introduction générale*

## **Introduction générale**

Le nickel (Ni), le fer (Fe) et le cobalt (Co) sont de loin les métaux de transition les plus étudiés, pendant des années, pour leurs utilisations très larges dans divers équipements magnétiques, de spintronique, magnétorésistances géantes et applications médicales [1–4] ... Les alliages binaires et ternaires, à base de métaux de transition, sont fréquemment considérés comme des clés principales dans de nombreuses applications ferromagnétiques rencontrées dans les domaines industriels et technologiques.

Les films magnétiques doux tels que le FeNi sont d'un grand intérêt pour la recherche en raison de leurs propriétés magnétiques intéressantes qui combinent une aimantation à saturation élevée  $M_s$ , un champ coercitif faible  $H_c$  avec une perméabilité élevée, ce qui en fait des candidats très potentiels pour de nombreuses applications, parmi lesquels, en tant que couche libre de capteurs de magnétorésistance anisotrope (AMR), de magnétorésistance géante (GMR) et de magnétorésistance tunnel (TMR) pour disque dur (HDD) [5-6].

Ni et Fe sont deux éléments voisins ayant de fortes similarités atomiques ; ils peuvent se mélanger entre eux pour former un alliage ( $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}$ ) avec une large gamme de concentration, qui peuvent présenter des propriétés remarquables comme le Permalloy (20% Fe) [7] et l'Invar (64% Fe) [8], et l'ajout de quelques pourcentages d'autres éléments tels que B, Al, Cr, Ag, Co, etc... ou bien les traitements thermiques qui améliorent considérablement les propriétés physiques de ces alliages [9-10]. Afin d'améliorer encore plus ces propriétés, la production d'alliages nanométriques Ni-Fe a été réalisée par diverses méthodes telles que l'ablation laser [11], l'électrodéposition [12], la mécano-synthèse [13], la réduction sol-gel [14], la pulvérisation rf [15], l'épitaxie par jets moléculaires (MBE) [7], l'évaporation thermique [16], .... La méthode d'évaporation thermique a été largement utilisée en raison de son coût relativement faible et de son processus d'équilibre de haute qualité, dans lequel la composition des systèmes déposés peut être contrôlée par le contenu et les points de fusion des sources utilisées [17].

Le but de ce travail de thèse est d'élaborer des couches minces d'alliages magnétiques binaires  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}$  déposés sur des substrats de silicium monocristallin Si(111), afin d'étudier l'influence de la concentration du fer sur les propriétés structurales, magnétiques et électriques des films. La technique d'évaporation sous vide par chauffage résistif direct a été utilisée pour l'élaboration de nos échantillons. Cette technique permet la formation des alliages avec une taille de grains dans le domaine nanométrique [18-19].

Ce manuscrit est structuré de la manière suivante :

- **Le premier chapitre** se divise lui-même en deux parties, l'une d'elle présentant un aperçu général des notions fondamentales sur le magnétisme. Ensuite, les différentes classes de matériaux magnétiques (le ferromagnétisme, l'antiferromagnétisme, le diamagnétisme et le paramagnétisme) seront décrites, ainsi que les énergies d'anisotropie magnétique (magnétocristalline, de forme et de surface) et les propriétés ferromagnétiques (cycles d'hystérésis, température de Curie, ...). L'autre partie présente l'état de l'art de l'alliage FeNi à l'état massif, suivi par des études antérieures réalisées par d'autres chercheurs, sur le composé à l'état de couches minces.
- **Le deuxième chapitre** comprend deux sections complémentaires, dans la première nous donnerons un court aperçu sur les différents processus d'élaboration physiques et chimiques des couches minces en détaillant la méthode utilisée pour élaborer nos échantillons, en l'occurrence l'évaporation sous vide à effet Joule, ainsi que les différents mécanismes de formation et de croissance des couches minces. D'un autre côté, nous introduirons les techniques de caractérisations structurales, magnétiques et électriques utilisées dans cette étude.
- Dans **le troisième chapitre**, nous présenterons les résultats expérimentaux des propriétés structurales et morphologiques obtenus dans le cadre de cette étude de thèse, après avoir précisé les différentes conditions d'élaboration des couches minces de FeNi déposées sur Si (111), par l'évaporation sous vide à effet Joule. Nous y exposerons les principaux résultats obtenus par la technique de *Rutherford Backscattering Spectrometry* (RBS) pour les mesures des épaisseurs et l'identification des éléments chimiques existant dans les films de FeNi, la diffraction des rayons X (DRX) pour l'analyse structurale, et les caractérisations morphologiques obtenues par le microscope à force atomique (AFM).
- **Le quatrième et dernier chapitre** traite les propriétés magnétiques et électriques des couches minces  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}$  en deux parties. Dans la première partie, nous présenterons les différents résultats magnétiques statiques des films minces  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}/\text{Si}$  (111), obtenus dans le cadre de cette étude de thèse. Les mesures des moments magnétiques des échantillons ont été réalisées à l'aide d'un magnétomètre à échantillon vibrant (VSM). Nous étudierons par la suite, l'influence de la teneur de fer ainsi que les paramètres structuraux (la taille des grains, la microdéformation, la rugosité, ...) sur les propriétés magnétiques (aimantation à saturation, champ coercitif, squareness, ...), dans le but d'établir une corrélation entre le magnétisme et la structure cristalline dans les couches minces de FeNi. Dans la deuxième

partie, nous présenterons les résultats des mesures électriques (résistivité électrique  $\rho$ , magnétorésistance  $\Delta R$  et de mobilité  $\mu$ ) obtenus à l'aide de système de mesures à effet Hall (HMS), et nous discuterons par la suite ses résultats en fonction de la composition de l'alliage.

- **Une conclusion générale** clôturera ce manuscrit de thèse.

## Références

- [1] P. Laha, B. K. Mahato, R. Gayen, S. Datta, R. S. Rawat, Magnetization reversal in chemically synthesized chains of permalloy nanospheres, *Appl. Phys. A* 128 (2022) 394.
- [2] A. Melloul, A. Kharmouche, Synthesis, Structure and Magnetic Properties of  $\text{Co}_x\text{Fe}_{100-x}$  Thin Films Thermally Evaporated onto Si (111) Substrate, *J. Mater. Sci. Mater. Electron.* 30 (2019) 13144–13150.
- [3] S.S. Grabchikov, A.V. Trukhanov, S.V. Trukhanov, I.S. Kazakevich, A.A. Solobay, V. T. Erofeenko, N.V. Vasilenkov, Effectiveness of the magnetostatic shielding by the cylindrical shells, *J. Magn. Magn Mater.* 398 (2016) 49.
- [4] M. Tinouche, A. Kharmouche, B. Aktas, F. Yildiz, A.N. Koçbay, Magnetic and structural properties of Co thin films evaporated on GaAs substrate, *J. Supercond. Nov. Magnetism* 28 (2015) 921–925.
- [5] G. Couderchon, *Technique de l'ingénieur*, D2130.
- [6] B. Gehrmann, *J. Mag. Mag. Mater.* 290-291 (2005) 1419.
- [7] J.C.A. Huang, T.E. Wang, C.C. Yu, Y.M. Hu, P.B. Lee, M.S. Yang, Epitaxial growth and characterization of (100) and (110) permalloy films, *Journal of Crystal Growth* 171 (1997) 442-446.
- [8] S. Kumar, K. Roy, K. Maity, T.P. Sinha, D. Banerjee, K.C. Das, R. Bhattacharya, Superparamagnetic Behavior of Fe-Ni Alloys at Low Ni Concentration, [physica status solidi A](#) 167 (1998) 175-181.
- [9] I. M. Lytvynenko, I.M. Pazukha, V.V. Bibyk, *Vacuum* 116 (2015) 31.
- [10] S.K. Vajpai, B.V. Mahesh, R.K. Dube, *J. Alloys Compd.* 476 (2009) 311.
- [11] B. Zhang, N.E. Fenineche, H. Liao, C. Coddet, Microstructure and magnetic properties of Fe–Ni alloy fabricated by selective laser melting Fe/Ni mixed powders, [Journal of Materials Science & Technology](#) 29 (2013) 757-760.
- [12] C. Rouse, P. Fricoteaux, Electrodeposition of thin films and nanowires Ni–Fe alloys, study of their magnetic susceptibility, [Journal of Materials Science](#) 46 (2011) 6046-6053.

- [13] B.V. Neamțu, I. Chicinas\_, O. Isnard, F. Popa, V. Pop, Influence of wet milling conditions on the structural and magnetic properties of Ni<sub>3</sub>Fe nanocrystalline intermetallic compound, *Intermetallics* 19 (2011) 19-25.
- [14] J. Zhang, M. Jin, F. Xiao, C. Li, X. Jin, Martensitic transformation in Fe–Ni nanoparticles prepared by a sol–gel process, [Materials Letters](#) 80 (2012) 152-154.
- [15] M.A.P. Yazdi, N. Fenineche, E. Aubry, A. Kaibi, A. Billard, Microstructure and magnetic properties of Ni<sub>3</sub>Fe solid solution thin films deposited by DC-magnetron sputtering, *J. Alloys Compd.* 550 (2013) 252-257.
- [16] R. Yousefi, M.R. Muhamad, Effects of gold catalysts and thermal evaporation method modifications on the growth process of Zn<sub>1-x</sub>Mg<sub>x</sub>O nanowires, [Journal of Solid State Chemistry](#) 183 (2010) 1733-1739.
- [17] N. Guechi, A. Bourzami, A. Guittoum, A. Kharmouche, S. Colis, N. Meni, Structural, magnetic and electrical properties of Fe<sub>x</sub>Ni<sub>100-x</sub>/Si(100) films, *Physica B* 441 (2014) 47–53.
- [18] A. Richard et I. Richard, "Les évaporations sous vide" Ed. in fine, Paris (2000).
- [19] L. Pawlowski, "Dépôts physiques : technique, microstructures et propriétés", Ed. Presses polytechniques et universitaires romandes (Lausanne) (2003).

# *Chapitre 1*

*Introduction au magnétisme et état  
de l'art de l'alliage FeNi*

## **I. Introduction au magnétisme et état de l'art d'alliage FeNi**

- 1.** Introduction
- 2.** Grandeurs magnétiques
- 3.** Origine du magnétisme
- 4.** Classification des matériaux magnétiques
  - 4.1.** Diamagnétisme
  - 4.2.** Paramagnétisme
  - 4.3.** Ferromagnétisme
  - 4.4.** Antiferromagnétisme
  - 4.5.** Ferrimagnétisme
- 5.** Propriétés ferromagnétiques
  - 5.1.** Courbe d'aimantation – Cycle d'hystérésis d'un ferromagnétique
  - 5.2.** Classification des matériaux ferromagnétiques
  - 5.3.** Domaines magnétiques
  - 5.4.** Mécanismes d'aimantation
  - 5.5.** Anisotropie magnétique
  - 5.6.** Le superparamagnétisme
- 6.** Propriétés et état de l'art de l'alliage FeNi
  - 6.1.** Caractéristiques physiques et chimiques des éléments Fe et Ni
  - 6.2.** Ferromagnétisme des métaux Fe et Ni
  - 6.3.** Diagramme de phases de l'alliage  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}$
  - 6.4.** Résistivité électrique des alliages  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}$
  - 6.5.** Applications industrielles des alliages Fe-Ni
  - 6.6.** Travaux antérieurs sur les alliages de FeNi

Conclusion

Références bibliographiques

## 1. Introduction

Le magnétisme est un phénomène connu depuis plus de deux millénaires. L'origine du mot "magnétisme" est liée à la découverte d'une pierre aimant constituée essentiellement d'oxyde de fer  $Fe_3O_4$ , appelée magnétite, dans une ville d'Asie mineure du nom de Magnesia, au moyen Âge, par la civilisation Grecque [1-2]. La première application de magnétisme est la boussole, découverte par les Arabes et les Chinois au 16<sup>ème</sup> siècle [3]. Le magnétisme est le domaine de la physique où on étudie les propriétés magnétiques, dues aux moments magnétiques des particules qui constituent la matière. Ces propriétés ont été étudiées théoriquement au début du 20<sup>ème</sup> siècle par plusieurs chercheurs (Oersted, Gauss, Maxwell, Faraday ...) [4]. Les alliages des couches minces magnétiques présentent une très grande importance dans les techniques modernes comme le stockage numérique.

Dans cette section, nous allons présenter quelques notions théoriques sur le magnétisme, dont nous aurons besoin dans le dernier chapitre de ce travail, à savoir l'origine du magnétisme, les différentes classes de matériaux magnétiques, et plus en détail les ferromagnétiques ainsi que les différentes énergies d'anisotropie. Nous décrirons également certaines propriétés physiques fondamentales des éléments constituant l'alliage FeNi et le diagramme de phases, ainsi que l'état de l'art où on passera en revue les principaux travaux antérieurs publiés sur les couches minces Fer-Nickel.

## 2. Grandeurs magnétiques

La théorie magnétique emploie deux grandeurs de champ pour décrire les phénomènes magnétiques, qui sont le champ magnétique  $H$  et l'induction  $B$ . La relation entre ces deux grandeurs dans le vide est linéaire et donnée par l'équation suivante :

$$B = \mu_0 H \quad (\text{I. 1})$$

Où  $\mu_0$  représente la perméabilité magnétique du vide ( $4\pi \cdot 10^{-7}$  T.m/A). En présence de matériaux magnétiques, la relation (I. 1), liant ces deux grandeurs vectorielles, n'est plus suffisante, car une nouvelle grandeur vectorielle ( $M$  aimantation magnétique) apparaît pour traduire la réaction du milieu au champ électromagnétique. À l'échelle macroscopique, l'aimantation  $M$  du matériau est donnée par :

$$M = \frac{\partial \mu_{atom}}{\partial v} \quad (\text{I. 2})$$

Où  $\mu_{atom}$  représente la somme des moments magnétiques atomiques et  $\partial v$  est l'élément du volume considéré. Ainsi, en présence du matériau, la relation qui lie les grandeurs  $B$  et  $H$  est donnée par :

$$B = \mu_0(H + M) \quad (I. 3)$$

La relation  $B = f(H)$  ou  $M = f(H)$  appelée processus général d'aimantation est représentée graphiquement par une courbe dite courbe d'aimantation. Ce processus dépend de la géométrie et de la structure de la matière ainsi que de certaines constantes magnétiques [5]. Le tableau ci-dessous (tableau I. 1) présente les unités utilisées pour les grandeurs magnétiques dans les différents systèmes de mesures.

Unités	MKSA	CGS	conversion MKSA $\rightarrow$ CGS
[H]	A/m	Oersted	1 [A/m] = $4\pi \cdot 10^{-3}$ [Oe]
[B]	Vs/m <sup>2</sup> = Tesla	Gauss	1 [T] = $10^4$ [G]
[M]	A/m	emu/cc	

Tableau I. 1. Unités utilisées pour les grandeurs magnétiques.

### 3. Origine du magnétisme

Pour comprendre les mécanismes qui ont lieu dans les matériaux magnétiques, des notions de physique quantique sont nécessaires puisque c'est dans les atomes que naissent les propriétés des matériaux magnétiques.

Le magnétisme d'un matériau à l'échelle macroscopique est régi par le comportement des moments magnétiques des atomes dits aussi dipôles magnétiques  $\mu_{atome}$  à l'échelle microscopique. L'origine du moment magnétique atomique résulte du mouvement des électrons qui induisent un moment magnétique dit orbital  $\mu_L$ , associé à leur révolution autour du noyau, ainsi qu'un moment magnétique dit de spin  $\mu_s$ , associé à leur rotation sur eux-mêmes [5]. Cependant, le mouvement de cet électron se comporte comme une spire circulaire parcourue par un courant  $I$  (figure I.1).

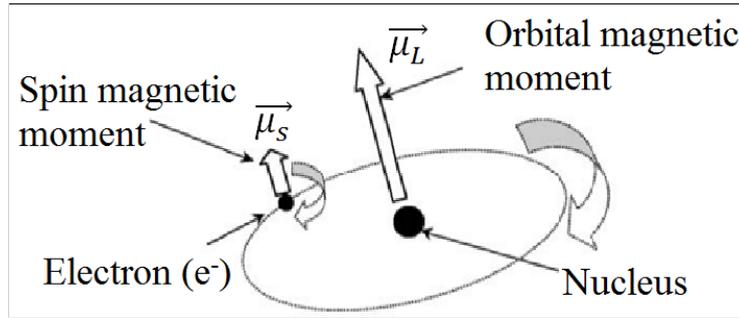


Figure I. 1. Mouvement de l'électron autour du noyau.

Le moment magnétique atomique est la combinaison vectorielle des moments orbitaux et de spin.

$$\vec{\mu}_{atome} = \vec{\mu}_L + \vec{\mu}_S \quad (I. 4)$$

L'ordre de grandeur du moment magnétique atomique est le magnéton de Bohr, défini par :

$$\mu_B = \frac{e h}{4\pi m} \quad (I. 5)$$

Où «  $e$  » est la charge de l'électron ( $1,6 \times 10^{-19}$  C),

«  $h$  » la constante de Planck ( $6,63 \times 10^{-34}$  J.s),

«  $m$  » la masse de l'électron ( $9,11 \times 10^{-31}$  kg).

À l'échelle macroscopique, les moments magnétiques sont en général désordonnés par l'agitation thermique et l'aimantation macroscopique est nulle. Un champ magnétique extérieur peut cependant induire un moment magnétique macroscopique non nul en orientant progressivement les moments atomiques [6].

#### 4. Classification des matériaux magnétiques

Tous les matériaux magnétiques peuvent être classés en quatre catégories (diamagnétique, paramagnétique, ferromagnétique, ferrimagnétique ou antiferromagnétique) en fonction de leur réponse à un champ magnétique extérieur appliqué à température ambiante. Cette réponse est décrite par une grandeur sans unité qui est la susceptibilité magnétique  $\chi$ . Elle est définie comme suit [7-8] :

$$\vec{M} = \chi \vec{H} \quad (I. 6)$$

Où  $H$  désigne le champ magnétique appliqué, et  $M$  l'aimantation du corps (exprimée en  $A.m^{-1}$  ou  $emu/cm^3$ ).

#### 4.1. Diamagnétisme

C'est une donnée générale du magnétisme de la matière. C'est en particulier la seule contribution magnétique incontournable dans les systèmes moléculaires à couches fermées (ou complètes), c'est-à-dire ne possédant pas de moment magnétique. La trajectoire des électrons est modifiée dans un champ magnétique extérieur. Le mouvement des électrons tend à créer un champ magnétique induit qui va s'opposer au champ appliqué [1]. Le principe est celui de l'action et de la réaction, général en physique, et qui correspond à la loi de Lenz en électromagnétisme. L'origine de cette propriété est quantique et elle est liée au mouvement orbital des électrons [9]. Une aimantation induite négative se développe dans la matière (cf. figure I. 2), la susceptibilité correspondante est donc négative :  $\chi_d < 0$ . Elle est très faible et de l'ordre de  $-10^{-5}$  pour la plupart des matériaux. Elle est pratiquement indépendante de la température. Les principales substances diamagnétiques sont les suivantes [8] :

- Les gaz rares monoatomiques : He, Ne, Ar, ...
- Les gaz polyatomiques, H<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, ...
- Les solides ioniques : NaCl.
- Le bismuth, le mercure et l'argent.

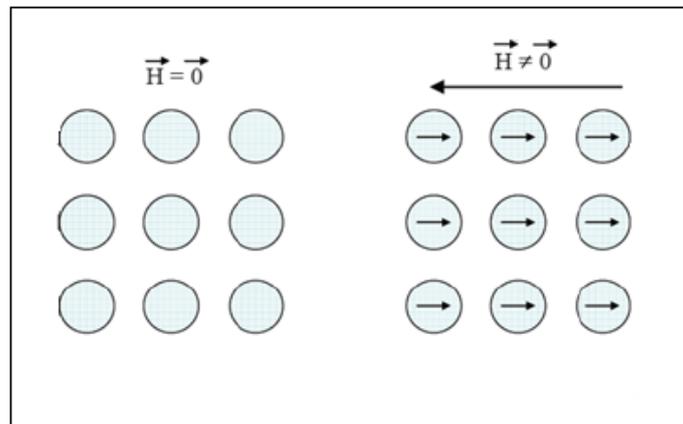


Figure I. 2. Schéma explicatif du diamagnétisme à l'échelle microscopique.

#### 4.2. Paramagnétisme

Un atome ou une molécule peut posséder un moment dipolaire magnétique permanent, associé au spin de ses électrons. Si un atome a un nombre impair d'électrons ou une structure dans laquelle tous ses électrons ne sont pas couplés par paires, l'atome a un dipôle magnétique total qui crée son propre champ magnétique. Dans un échantillon contenant un très grand nombre d'atomes, ces dipôles sont orientés au hasard à cause de l'agitation thermique. Il n'y a donc pas de moment magnétique résultant en l'absence de champ magnétique appliqué [10].

Les substances paramagnétiques placées dans un champ magnétique vont acquérir un moment magnétique par couplage de leurs moments magnétiques individuels avec ce champ, selon la relation  $M = \chi H$  (I.3). Le corps s'aimante et il est attiré par l'aimant ; mais cette attraction est faible et l'aimantation cesse dès que le champ extérieur est supprimé (figure I. 3). La susceptibilité paramagnétique est donc positive  $\chi > 0$ , généralement d'un ordre de grandeur plus grand que la contribution diamagnétique (d'ordre  $10^{-5}$ ) [1]. Exemples de substances paramagnétiques :

- Les cristaux possédant un nombre impair d'électrons.
- Les actinides.
- Les métaux alcalinoterreux (Ba, Ca, ...).
- L'aluminium Al, le tungstène W, le magnésium Mg et le sodium Na.

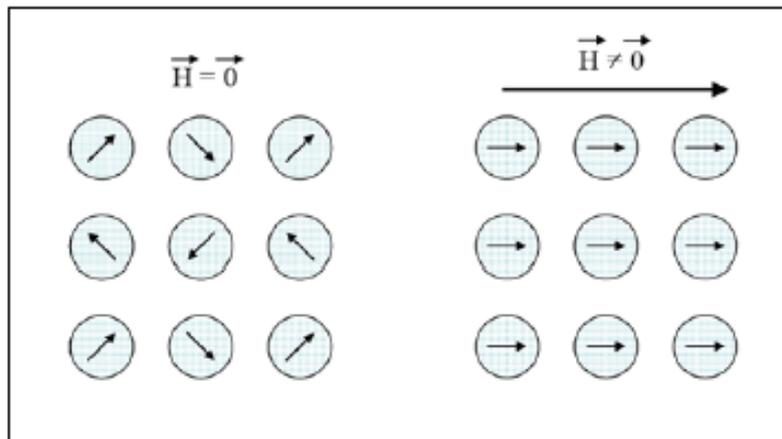
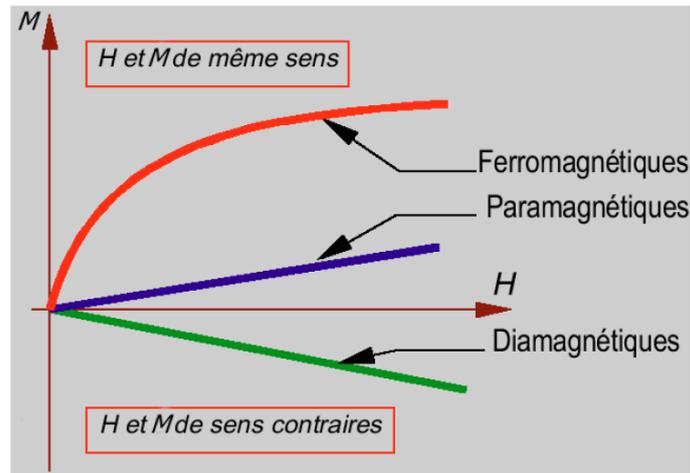


Figure I. 3. Schéma explicatif du paramagnétisme.

### 4.3. Ferromagnétisme

Dans certaines substances (comme par exemple Fe, Co, Ni et leurs alliages), l'aimantation sous champ magnétique faible peut prendre des valeurs importantes plusieurs milliers de fois plus grandes que celles des corps diamagnétiques ou paramagnétiques (figure I. 4), correspondant à l'alignement parallèle des moments individuels [8,11]. La susceptibilité magnétique  $\chi$  est de l'ordre de  $10^3$  alors que dans les substances paramagnétiques  $\chi \sim 10^{-5}$ , ce qui rendrait l'aimantation plus facile. De plus, cette aimantation est une fonction très compliquée du champ magnétique appliqué, de la température et aussi de l'histoire magnétique de l'échantillon, c'est-à-dire des champs magnétiques antérieurs successifs qui ont agi sur le corps [12].



**Figure I. 4.** Courbe de première aimantation des différents corps magnétiques placés dans un champ magnétique  $H$ .

#### 4.4. Antiferromagnétisme

Les matériaux antiferromagnétiques sont constitués de moments magnétiques couplés antiparallèlement. Cette structure conduit à la division de la substance en sous-réseaux possédant des moments magnétiques qui s'annulent (figure I. 5). La résultante à l'échelle macroscopique est donc nulle. La susceptibilité magnétique de ces matériaux est positive mais généralement plus faible que celle des matériaux ferromagnétiques. Les alliages FeMn et l'oxyde NiO sont des exemples de matériaux antiferromagnétiques [12].

#### 4.5. Ferrimagnétisme

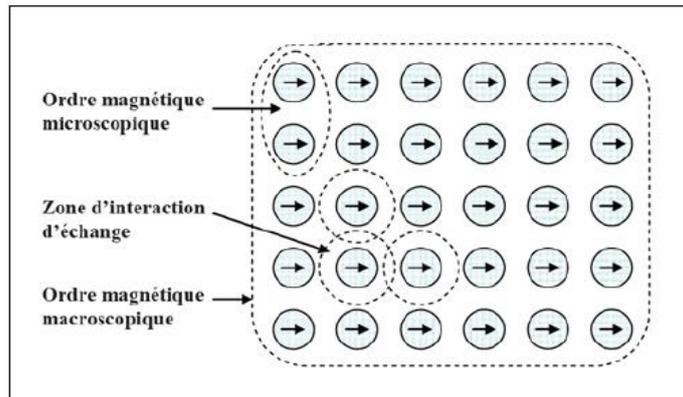
Dans un corps ferrimagnétique, les moments magnétiques sont alignés antiparallèlement, mais les modules des moments ne sont pas égaux de sorte qu'il en résulte une aimantation spontanée non nulle, plus faible que celle observée dans le cas des matériaux ferromagnétiques (figure I. 5). Les matériaux ferrimagnétiques possèdent en général une température de Curie plus basse que celle des matériaux ferromagnétiques [11]. Les ferrites comme la magnétite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), les grenats magnétiques comme le YIG (grenat d'Yttrium et de Fer) et les hexaferrites comme le  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  sont des exemples de matériaux ferrimagnétiques [12].



Comme nous l'avons rapporté au paragraphe précédent, les corps ferromagnétiques possèdent une aimantation même en absence de champ appliqué. Pour interpréter ce comportement, Weiss, en 1907, postula l'existence d'une interaction favorisant l'alignement des moments magnétiques des différents atomes, nommé plus tard *champ moléculaire*. La véritable origine de ce champ a été donnée par W. Heisenberg en 1928, qui a montré que l'interaction responsable de cet ordre magnétique est l'interaction entre les spins des électrons et appelée aussi *interaction d'échange* d'Heisenberg, dans laquelle l'Hamiltonien d'interaction s'écrit comme suit [13] :

$$H = -J \sum_{i \neq j} \vec{S}_i \vec{S}_j \quad (\text{I. 7})$$

Où la sommation est effectuée sur les premiers voisins,  $J$  désigne l'intégrale d'échange. Le signe de cette intégrale d'échange définit l'orientation des spins  $\vec{S}_i$  et  $\vec{S}_j$ . Lorsque  $J$  est positif, l'ordre est ferromagnétique, sinon il est antiferromagnétique.  $\vec{S}_i$  et  $\vec{S}_j$  sont les moments de spins des sites atomiques voisins  $i$  et  $j$  (figure I. 7).



**Figure I. 7.** Effet de l'interaction d'échange à courte portée sur l'ordre magnétique macroscopique dans les matériaux ferromagnétiques.

Le ferromagnétisme des métaux de transition (comme le fer), qui se caractérise par l'orbite "d" incomplète, est interprété par le magnétisme itinérant. Ce dernier est expliqué par la théorie des bandes. Rappelons que nous avons vu dans le paragraphe précédent qu'une substance ferromagnétique a un moment magnétique résultant non nul même en l'absence d'un champ magnétique  $H$  appliqué, c'est-à-dire une aimantation spontanée  $M$ . Cette aimantation  $M$  est proportionnelle au magnéton de Bohr  $\mu_B$  et à la différence de population d'électrons  $\Delta n$  de chaque spin (up et down), l'aimantation peut être donnée par la relation suivante [14] :

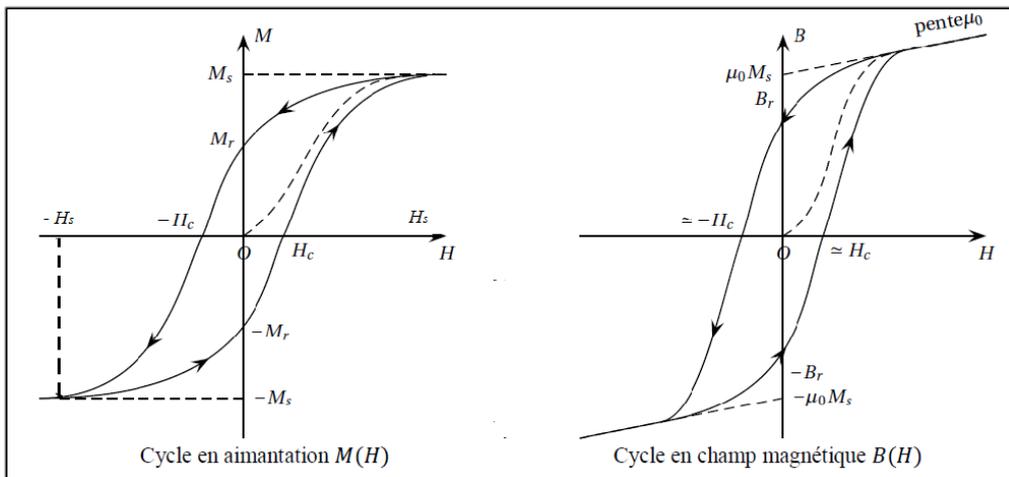
$$M = \mu_B \times \Delta n \quad (\text{I. 8})$$

Les valeurs du moment magnétique des trois premiers métaux de transition sont  $2.2 \mu_B$  pour le fer,  $1.72 \mu_B$  pour le cobalt et  $0.61 \mu_B$  pour le nickel [15].

### 5.1. Courbe d'aimantation – Cycle d'hystérésis d'un ferromagnétique

Une propriété typique d'un ferromagnétique est que l'aimantation  $M$  ou l'induction  $B$  montre un cycle d'hystérésis en fonction du champ magnétique appliqué, contrairement au comportement paramagnétique qui suit une fonction de Brillouin. Les milieux ferromagnétiques sont non-linéaires, et la relation entre  $\vec{M}$  (ou  $\vec{B}$ ) et  $\vec{H}$  n'est plus linéaire aussi, il n'existe pas de relation simple entre excitation et réponse. L'aimantation  $\vec{M}$  dépend, non seulement de  $\vec{H}$ , mais encore des traitements antérieurs qu'a subi l'échantillon ("histoire") et elle persiste plus ou moins après la suppression du champ  $H$  (aimant permanent). On décrit le comportement d'un ferromagnétique par sa courbe d'aimantation (figure I. 8) :

$$M = f(H) \quad \text{ou} \quad B = f(H) \quad (\text{I. 9})$$



**Figure I. 8.** Cycle hystérésis d'un matériau ferromagnétique ordinaire.

Par la suite, les champs scalaires notés  $M$ ,  $B$  et  $H$  sont les projections des champs vectoriels selon la direction de champ magnétique  $\vec{H}$ . Cette dernière étant fixée par l'expérimentateur, sa direction est généralement connue.

À partir du cycle d'hystérésis on peut définir les grandeurs caractéristiques d'un matériau ferromagnétique [16] :

- L'aimantation à saturation  $M_s$  : correspond à l'aimantation où tous les moments magnétiques sont alignés.

- L'aimantation rémanente  $M_r$  : c'est la quantité naturelle exprimant le fait qu'un corps ferromagnétique peut être spontanément aimanté même en l'absence de champ extérieur.
- Le champ de saturation  $H_s$  : c'est le champ nécessaire pour saturer l'échantillon.
- Le champ coercitif  $H_c$  : est défini comme étant le champ qu'il faut appliquer pour réduire l'aimantation de la rémanence à zéro. D'autre part c'est le champ qui doit être appliqué pour inverser le sens de l'aimantation d'un matériau ferromagnétique. Les matériaux de faible coercivité sont dits doux, ceux de forte coercivité sont qualifiés de durs.
- L'aire : la surface d'un cycle d'hystérésis nous donne une moyenne sur la mesure de la quantité d'énergie dissipée par la chaleur pour renverser l'aimantation d'un matériau ferromagnétique. Autrement dit, l'aire du cycle d'hystérésis représente l'énergie dépensée, par unité de volume du matériau, pour réorienter les moments magnétiques des domaines et déplacer les parois de Bloch, au cours d'un cycle complet de variation de champ magnétique extérieur [8].

## 5.2. Classification des matériaux ferromagnétiques

Dans ce paragraphe nous allons passer en revue les principales applications des matériaux magnétiques. Selon la propriété de s'aimanter ou de se désaimanter, selon la valeur de la coercivité et selon la forme des cycles hystérésis, les matériaux magnétiques peuvent être classés en trois groupes : les matériaux magnétiques doux, les matériaux magnétiques durs et les matériaux supports pour l'enregistrement magnétique. Les matériaux magnétiques doux sont connus et discutés depuis plus de 60 ans. Bozorth, en 1952, a publié un article concernant ce type de matériaux. Les matériaux magnétiques doux sont faciles à s'aimanter et à se désaimanter [2]. Ils présentent des cycles hystérésis très étroits et rapidement saturés. Leur champ coercitif est suffisamment faible, inférieur à 1000 A/m, et ils sont caractérisés par une grande perméabilité ; citons par exemple le fer et ses alliages, fer-silicium, fer-cobalt et fer-nickel, les ferrites ( $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ ) et certains aciers de fer et de nickel, .... Par contre, les matériaux magnétiques durs sont difficiles à s'aimanter et à se désaimanter. Ils présentent des cycles hystérésis larges et difficiles à saturer. Les valeurs du champ coercitif sont très fortes, supérieures à 10 000 A/m, et ils sont caractérisés par une faible perméabilité, citons par exemple les alliages Co-Pt, les ferrites hexagonales, AlNiCo, NdFeB, .... D'autre part, les matériaux supports pour l'enregistrement magnétique occupent une position intermédiaire dans toutes les caractéristiques. Les valeurs du champ coercitif oscillent entre 1000 et 10000 A/m, les cycles hystérésis ne sont ni étroits pour ne pas endommager l'information, ni

larges pour résister à des champs magnétiques parasites [16]. Les figures I. 9 et I. 10 montrent la forme des cycles hystérésis pour les matériaux magnétiques doux et durs cités ci-dessus.

Le champ d'application des matériaux magnétiques doux et durs est vaste, les matériaux durs étant utilisés dans les circuits magnétiques comme sources de champ magnétique et dans la fabrication des aimants permanents [17]. Ces derniers existent aujourd'hui dans notre vie quotidienne, dans les maisons, les automobiles, ...

D'un autre côté, les matériaux doux sont utilisés dans le domaine électrotechnique (noyaux des transformateurs, des moteurs et des générateurs) et dans les équipements électroniques [2].

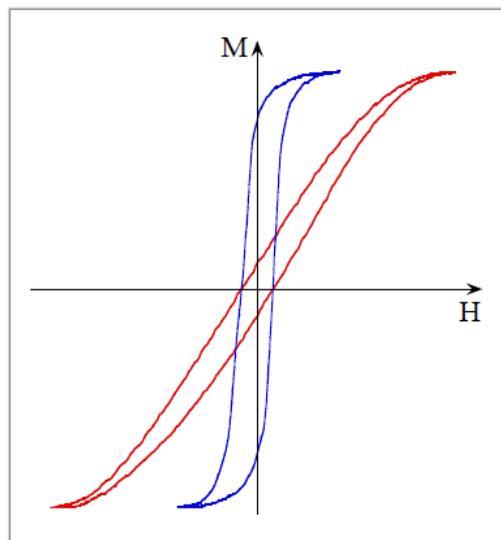


Figure I. 9. Cycle d'hystérésis d'un matériau ferromagnétique doux.

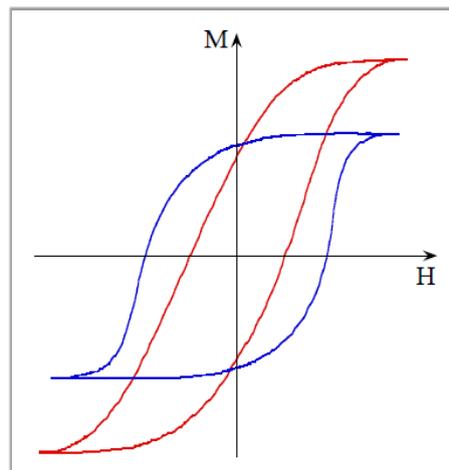


Figure I. 10. Cycle d'hystérésis d'un matériau ferromagnétique dur.

### 5.3. Domaines magnétiques

Les matériaux ferromagnétiques possèdent une aimantation spontanée au-dessous de  $T_c$ . Rappelons que la température de Curie  $T_c$  est une température critique caractérisant les

matériaux ferromagnétiques. Au-delà de cette température, l'interaction d'échange n'est pas suffisante pour maintenir alignés les moments magnétiques entre eux. Autrement dit, la distribution des moments magnétiques atomiques devient aléatoire, et donc le matériau ferromagnétique se comporte alors comme un matériau paramagnétique ; citons par exemple la température de Curie du fer massif qui est de 1043 K [18]. Pourtant, ces matériaux se présentent généralement dans un état désaimanté (en absence du champ appliqué), d'aimantation globale nulle. Pierre Weiss, en 1907, a introduit la notion de domaines magnétiques pour expliquer cette incompatibilité apparente entre l'existence d'un arrangement ordonné des moments magnétiques et une aimantation nulle [8]. Cet arrangement permet de diminuer l'énergie totale du système. Il a supposé que ces matériaux se subdivisaient en volumes élémentaires appelés domaines de Weiss. Chaque domaine possède une aimantation spontanée, mais d'un domaine à l'autre (figure I. 11), l'aimantation n'a pas la même direction, de sorte qu'au niveau macroscopique, l'aimantation est nulle en l'absence de champ magnétique.

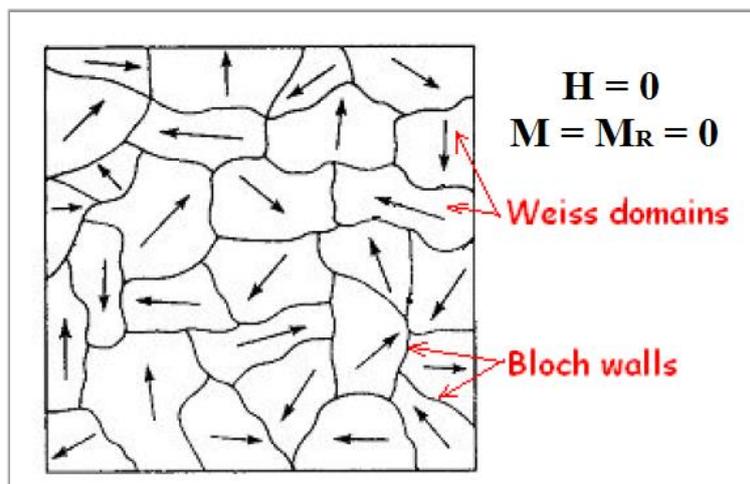


Figure I. 11. Schéma explicatif des domaines de Weiss.

L'interface, ou la région entre deux domaines adjacents, est appelée paroi de domaine à l'intérieur de laquelle l'aimantation locale est saturée. Il existe deux types de parois, paroi de Néel et paroi de Bloch (figure I. 12). Pour les couches très minces, où l'épaisseur de la couche est très petite devant l'épaisseur de la paroi, les parois de Néel sont plus favorisées. Ce type de paroi est caractérisé par des pôles de spin apparaissant dans le corps ferromagnétique. L'aimantation tourne alors perpendiculairement sur le plan de la paroi. Dans le cas contraire, c'est-à-dire pour des couches épaisses, les parois de Bloch sont préférées. Ici l'aimantation tourne parallèlement au plan de la paroi [2,19].

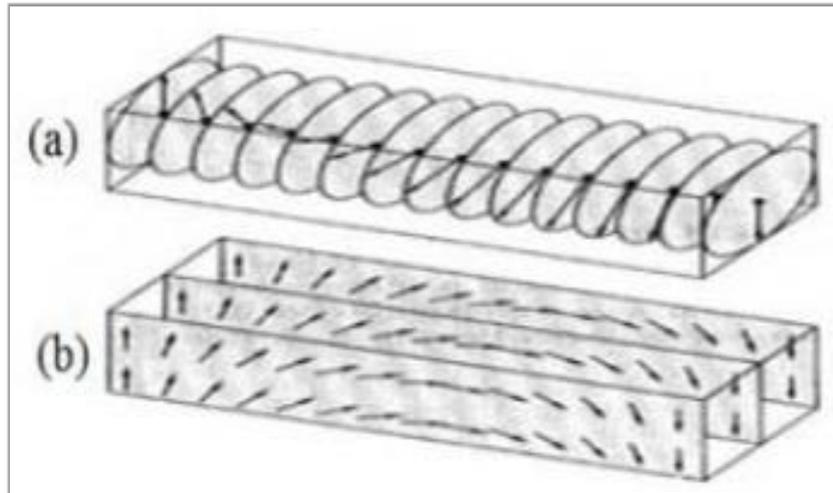


Figure I. 12. Parois de domaine : (a) Paroi de Bloch, (b) Paroi de Néel.

#### 5.4. Mécanismes d'aimantation

On suppose un échantillon de matériau ferromagnétique initialement désaimanté (figure I. 13). Ce matériau contient des défauts dans son réseau cristallin. Ces défauts sont, par exemple, des dislocations, des inclusions non magnétiques, des joints de grains. . . ils vont être pour une bonne part dans la présence du phénomène d'aimantation qui nous intéresse. Trois régions différentes peuvent se présenter en fonction de la valeur de l'excitation appliquée [20].

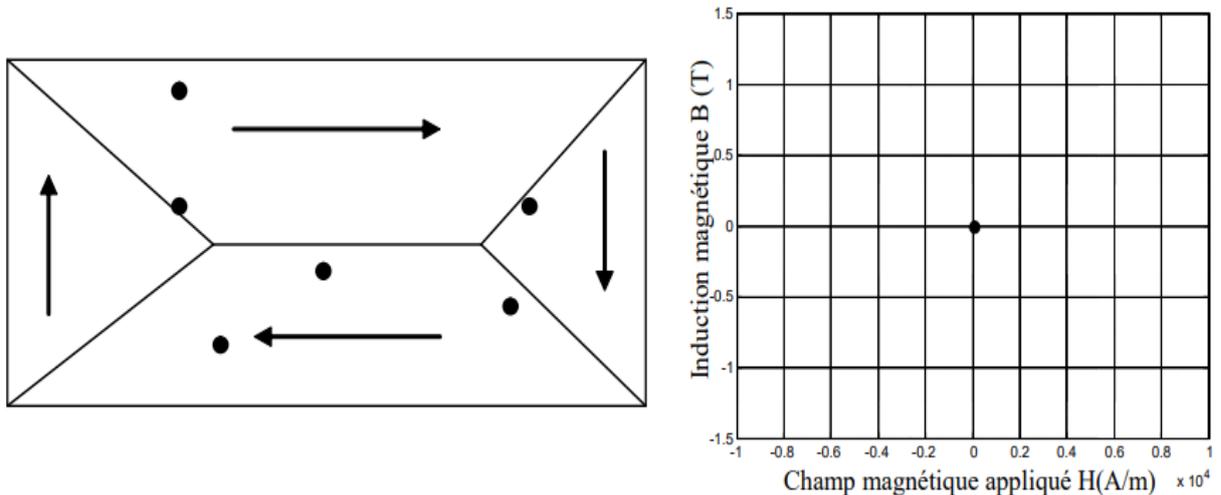


Figure I. 13. Échantillon initialement désaimanté, les points figurent des défauts.

#### ➤ Pour les faibles valeurs de l'excitation

Dans ce cas les domaines dont l'aimantation a une direction proche de celle du champ appliqué, vont croître. Cela se fait au détriment des autres domaines. Pour ce faire, les parois

vont se déplacer (glisser) jusqu'à rencontrer les défauts du matériau (figure I. 14), ou bien se déformer si elles sont déjà en contact avec les défauts (figure I. 15).

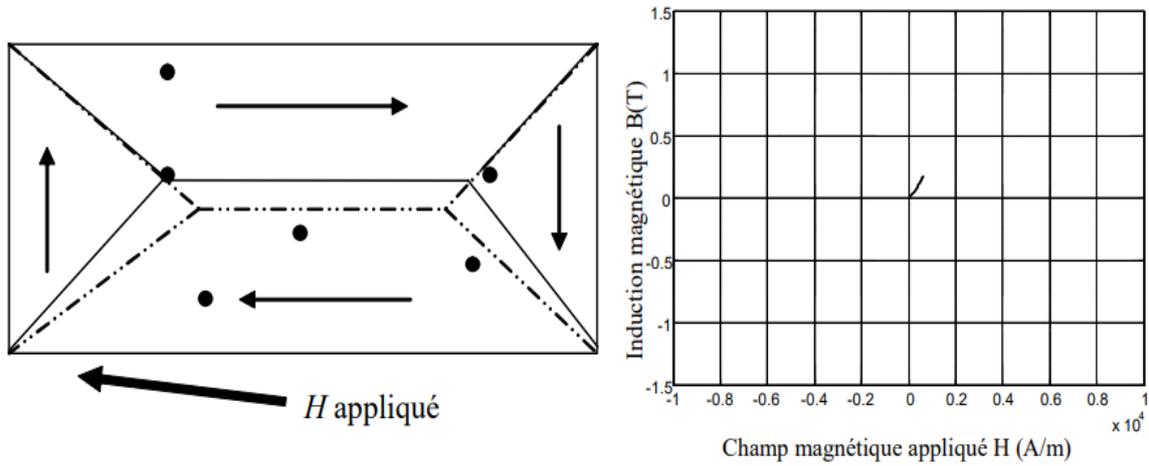


Figure I. 14. Déplacement des parois jusqu'à des zones de blocage.

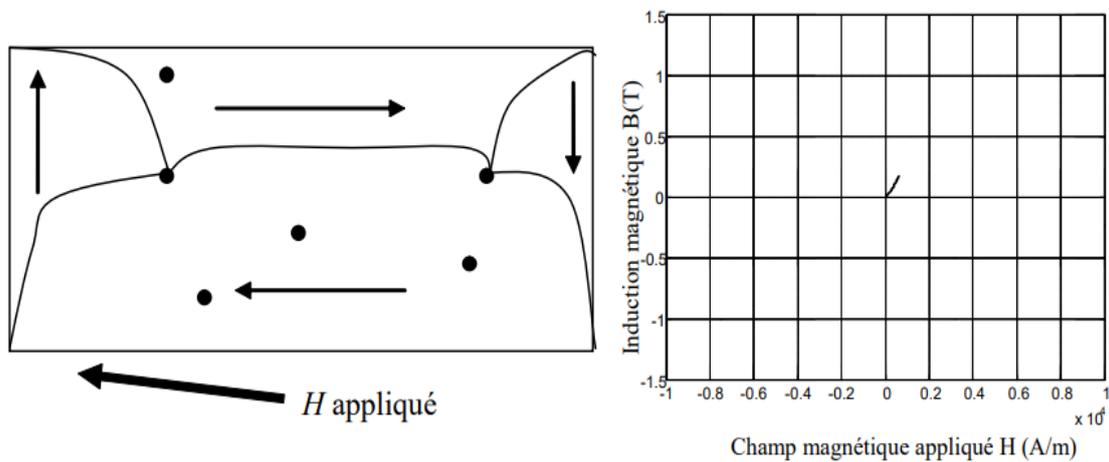


Figure I. 15. Déformation des parois.

Ce processus est réversible, tant que les parois ne rencontrent pas d'obstacle (figure I.14). Il n'engendre pas de pertes magnétiques. La zone du plan  $B(H)$  concernée est nommée zone de Rayleigh.

➤ **Pour les valeurs intermédiaires de l'excitation (zone non réversible)**

Pour ces valeurs de l'excitation, les parois continuent leurs déplacements, afin d'augmenter le volume des domaines dont le moment est correctement orienté par rapport au champ appliqué. Elles commencent par se libérer de leurs points d'ancrage, se déplacent puis s'accrochent de nouveau jusqu'à ce que tout le volume de l'échantillon soit occupé par le domaine dont l'aimantation a le sens le plus proche de l'excitation imposée. C'est dans cette zone que les pertes électromagnétiques sont les plus fortes. Sur les figures I. 16 et I. 17, on

présente successivement le cas d'accrochage/décrochage des parois et le cas de disparition de parois.

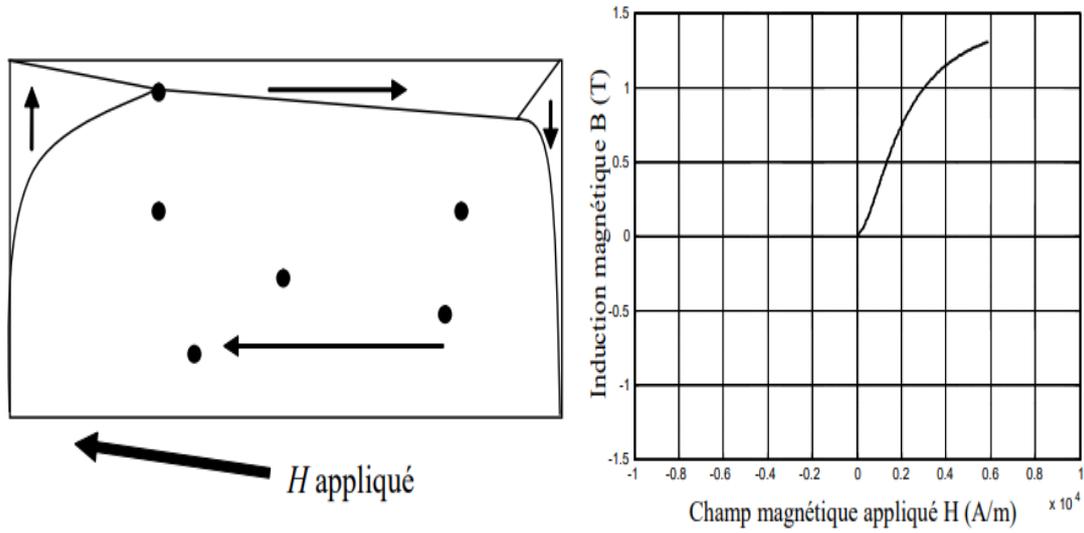


Figure I. 16. Zone d'accrochage (décrochage de parois).

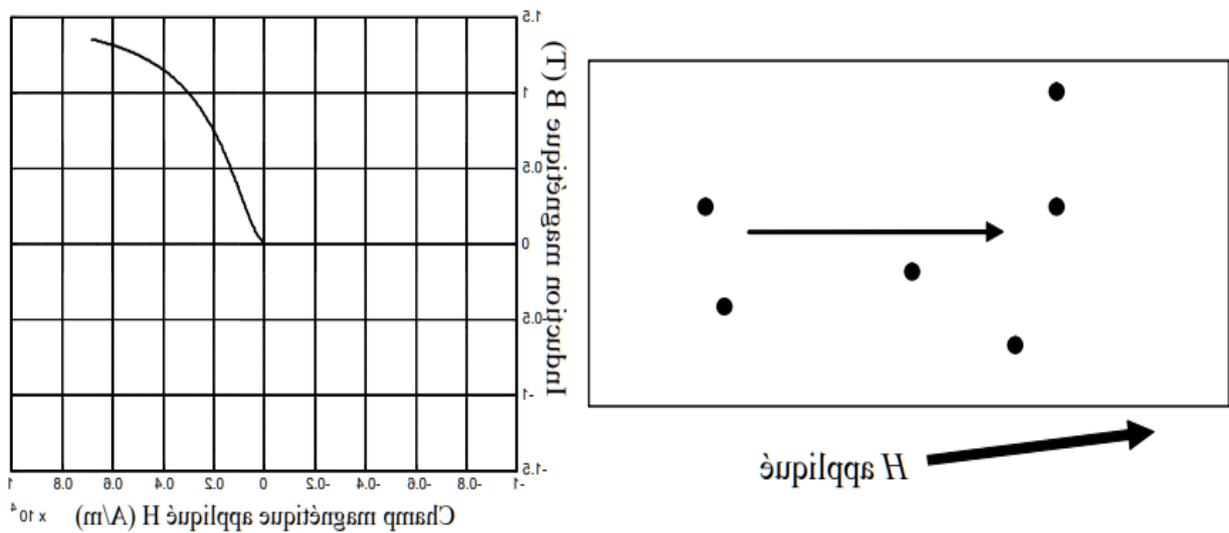


Figure I. 17. Zone de disparition de parois.

➤ **Pour les fortes valeurs de l'excitation (zone de rotation des moments)**

Ce processus est réversible, il s'agit de la rotation des moments, ici on atteint ce qu'on appelle l'aimantation à saturation de l'échantillon (figure I. 18). L'échantillon est dans son état de saturation haut, on peut par décroissance puis inversion de l'excitation décrire la branche descendante du cycle majeur.

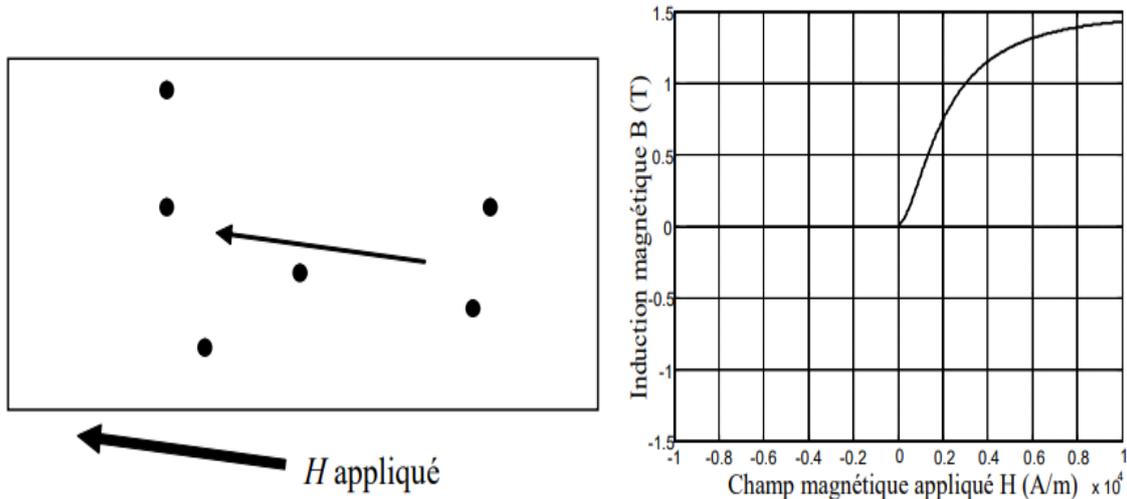


Figure I. 18. Zone de rotation des moments.

➤ Branche descendante du cycle majeur

À ce stade apparaît l'irréversibilité du phénomène. En effet, le passage par zéro de l'excitation se fera avec le retour de chacun des moments atomiques dans la direction de leur axe de facile aimantation et la réapparition des domaines. On atteint alors l'aimantation rémanente (figure I. 19).

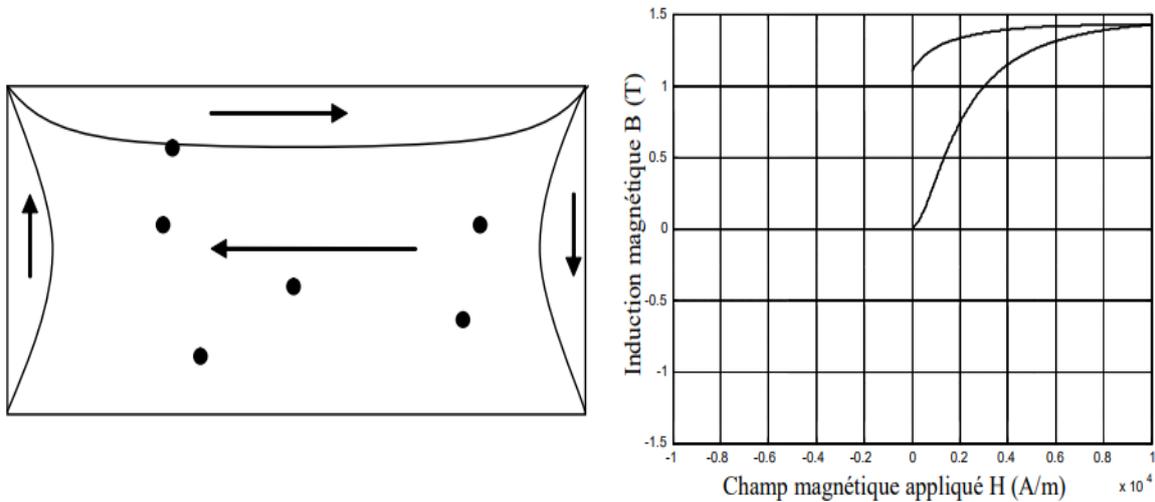


Figure I. 19. Retour au zéro d'excitation de l'excitation.

Les étapes suivantes du parcours du cycle d'hystérésis majeur sont obtenues en imposant une excitation de même direction mais de sens opposé. Ensuite, comme précédemment, les parois vont se déplacer et s'accrocher aux défauts, puis se décrocher en avançant de nouveau. La valeur de l'excitation, sur le cycle majeur, pour laquelle l'aimantation passe par zéro est appelée l'excitation coercitive  $H_c$  (figure I. 20).

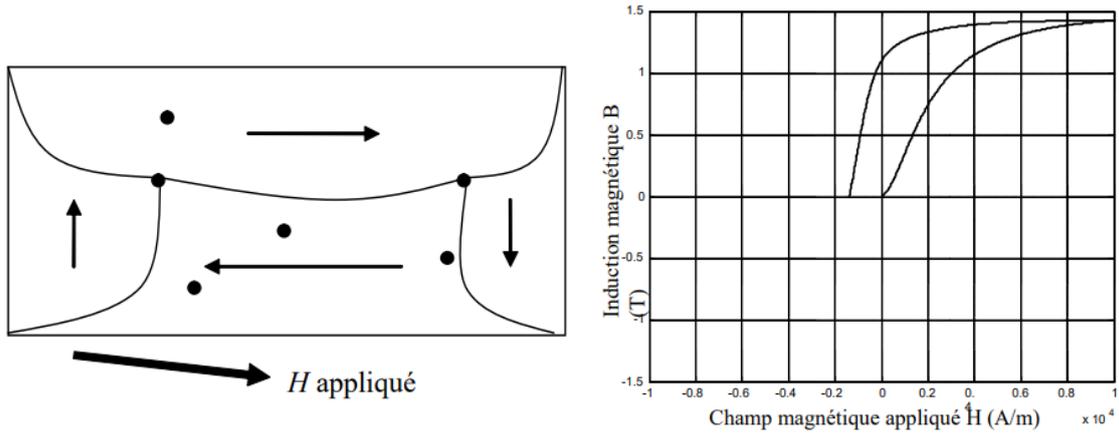


Figure I. 20. Passage par le champ coercitif  $H_c$ .

Les parois se déplacent jusqu'à disparaître de nouveau au profit du domaine de sens opposé à celui de la saturation haute précédemment évoquée. Enfin, la dernière étape est de nouveau la rotation des moments (figure I. 21). Cette nouvelle étape place l'échantillon dans son état de saturation basse. La branche montante du cycle d'hystérésis se parcourt en partant de cet état de saturation et en augmentant l'excitation. Elle permet de fermer le cycle majeur. Cette branche est parfaitement symétrique par rapport à la branche descendante (figure I. 22).

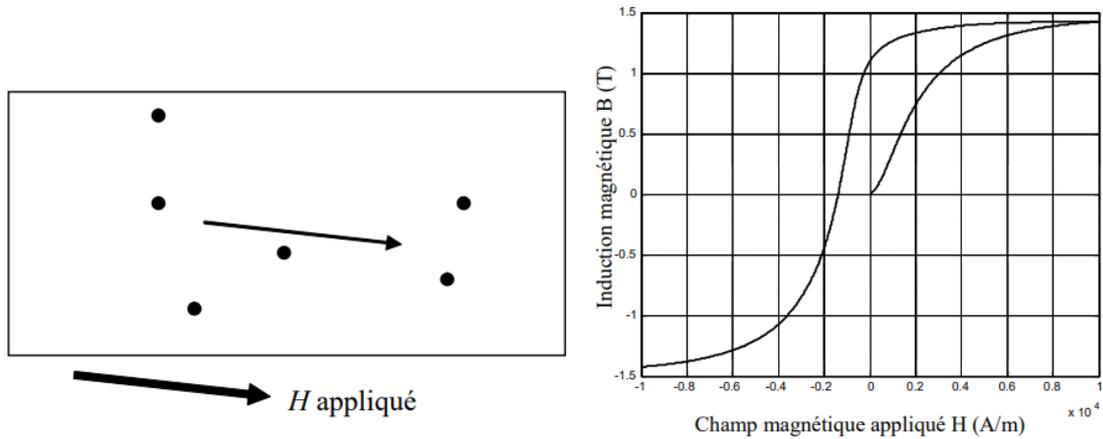


Figure I. 21. Zone de rotation des moments.

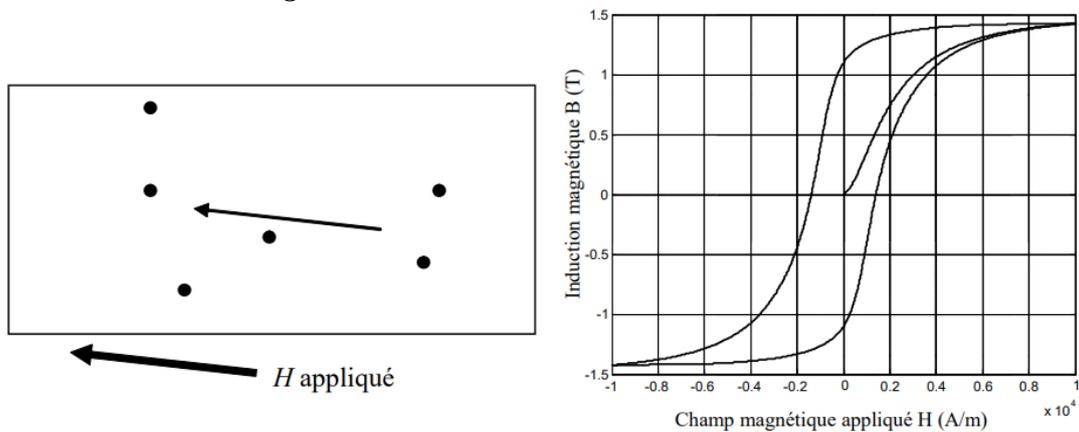


Figure I. 22. Fermeture du cycle.

Cette représentation simplifiée décrite par les parois dans le processus d'aimantation donne une idée assez précise du processus qui génère le comportement hystérétique du matériau.

### 5.5. Anisotropie magnétique

En dessous de la température de Curie, l'aimantation d'un matériau ferromagnétique préfère s'orienter spontanément suivant des directions privilégiées appelées directions de facile aimantation. Elles correspondent aux orientations qui permettent de minimiser l'énergie interne, énergie d'anisotropie magnétique  $EA$ . Cette énergie d'anisotropie est égale au travail à fournir pour tourner l'aimantation  $M$  d'un angle  $\theta$  par rapport à la direction facile. Cette anisotropie peut avoir différentes sources, anisotropie magnétocristalline, anisotropie de forme, anisotropie de surface, ... [1, 12].

#### ➤ Anisotropie magnétocristalline

L'anisotropie magnétocristalline est due à l'arrangement des atomes (structure cristalline), hexagonale, cubique... Dans l'arrangement hexagonal existe une seule direction facile. L'anisotropie magnétocristalline dans ce cas est appelée uniaxe. Citons l'exemple du fer, l'axe de facile aimantation peut avoir trois orientations selon l'axe (100), (110) ou selon l'axe (111). L'anisotropie magnétocristalline a une origine d'interaction spin-orbite [22]. L'anisotropie magnétocristalline traduit alors l'existence d'une énergie interne qui provient du couplage entre le réseau et les moments magnétiques dépendant de l'orientation de l'aimantation par rapport aux axes cristallins. Cette énergie libre est dite énergie d'anisotropie magnétocristalline  $E_a$ . Elle est nécessaire pour faire tourner le moment magnétique de la direction  $E_a$  vers une autre direction avec un angle  $\theta$ . Cette énergie peut s'écrire sous la forme suivante :

$$E_a = K_1 \sin^2 \theta + K_2 \sin^4 \theta \quad (\text{I. 10})$$

$K_1$  et  $K_2$  représentent les constantes d'anisotropie et  $\theta$  est l'angle compris entre l'axe d'anisotropie et l'aimantation  $M$ .

Le tableau ci-dessous (tableau I. 2) rassemble les valeurs des constantes d'anisotropie pour le fer (cc), le cobalt (hc) et le nickel (cfc), à la température ambiante [16].

Constantes d'anisotropie magnétocristalline	Fe (cc)	Co (hc)	Ni (cfc)
$K_1$ (erg/cm <sup>3</sup> )	$4.81 \cdot 10^5$	$4.12 \cdot 10^6$	$-5.48 \cdot 10^4$
$K_2$ (erg/cm <sup>3</sup> )	$1.2 \cdot 10^3$	$1.43 \cdot 10^6$	$2.47 \cdot 10^4$

**Tableau I. 2.** Constantes d'anisotropie magnétocristalline pour Fe, Co et Ni.

➤ **Anisotropie de forme**

L'anisotropie de forme traduit l'influence de la forme d'un matériau ferromagnétique sur la direction de son aimantation. Lorsqu'un échantillon est plongé dans un champ extérieur ou qu'il présente une aimantation uniforme, il se comporte comme un dipôle magnétique. Ce dipôle est à l'origine d'un champ dit démagnétisant ou dipolaire, présent à l'intérieur du matériau, noté  $H_d$  et opposé à l'aimantation. Il s'écrit :

$$H_d = -N \cdot M \quad (\text{I. 11})$$

Où  $N$  est le tenseur des coefficients démagnétisants (sans dimension). La conséquence directe de l'existence de  $H_d$  est que le champ interne d'un matériau s'écrit alors :

$$H_{int} = H_{ext} + H_d \quad (\text{I. 12})$$

L'énergie d'échange associée à  $H_d$  s'écrit :

$$E_d = -\frac{\mu_0}{2} M_d H_d \quad (\text{I. 13})$$

La valeur des coefficients démagnétisants dépend de la forme géométrique de l'échantillon et la relation :  $N_{xx} + N_{yy} + N_{zz} = 1$  doit être vérifiée. Dans un film mince de dimension infinie, nous aurons  $N_x=N_y=0$  et donc  $N_z=1$ .

➤ **Anisotropie de surface**

L'anisotropie de surface est spécifique aux couches magnétiques ultra minces et aux super réseaux magnétiques. C'est une anisotropie due aux atomes de surfaces de la couche. Elle oriente l'aimantation dans la direction perpendiculaire à la surface de la couche. On parlera alors d'une brisure de symétrie à la surface de la couche par rapport au volume. Cette anisotropie est décrite par Néel [12]. L'énergie d'anisotropie de surface  $E_s$  est donnée par l'expression suivante :

$$E_s = \frac{2K_s}{t} \sin^2 \theta \quad (\text{I. 14})$$

Où  $K_s$  est la constante d'anisotropie de surface,  $t$  représente l'épaisseur de la couche mince et  $\theta$  l'angle entre l'aimantation et la normale à la surface.

➤ **Anisotropie magnétoélastique**

Lorsqu'un matériau est soumis à l'action d'un champ magnétique, l'interaction de celui-ci avec les moments magnétiques provoque une déformation du matériau. Il s'agira

d'une déformation élastique en réponse à une contrainte. Les dimensions d'un matériau magnétique macroscopique changent en fonction de la direction de l'aimantation. Ce phénomène est appelé magnétostriction et a été découvert par le physicien anglais James Prescott Joule en 1842 [2]. La déformation du réseau cristallin sous l'action d'une contrainte extérieure induit une modification des propriétés magnétiques. Dans le cas de films minces, il existe souvent une différence entre le paramètre de maille du film et celui du substrat, ce qui peut induire des contraintes élastiques à l'interface. Celles-ci dépendent non seulement de la différence de paramètre de maille mais aussi de l'épaisseur de la couche déposée.

L'anisotropie magnétoélastique associée à cet effet s'exprime par :

$$E_{me} = \frac{3}{2} \lambda_s \sigma \sin^2 \theta \quad (\text{I. 15})$$

Où  $\sigma$  est la contrainte,  $\lambda_s$  représente la constante de magnétostriction à saturation qui peut être positive ou négative [1].

### 5.6. Le superparamagnétisme

Le superparamagnétisme est un comportement des matériaux ferromagnétiques ou ferrimagnétiques de grains de dimensions nanométriques. L'aimantation de ces grains peut se renverser spontanément sous l'influence de la température. Le temps moyen entre deux renversements est appelé temps de relaxation de Néel. En l'absence de champ magnétique appliqué, si le temps de mesure de l'aimantation des grains est beaucoup plus grand que le temps de relaxation de Néel, l'aimantation mesurée est nulle. On dit qu'ils sont dans un état super-paramagnétique. Dans cet état, un champ magnétique extérieur peut aimanter les grains, comme dans un matériau paramagnétique. Néanmoins, la susceptibilité magnétique de grains super-paramagnétiques est beaucoup plus grande que celle des matériaux paramagnétiques [22].

Le superparamagnétisme est un problème majeur dans le stockage de données magnétiques. En effet, afin d'augmenter la quantité de données stockées, la taille des bits magnétiques doit être minimale. Un moyen de lutter contre le superparamagnétisme est d'augmenter l'anisotropie magnétocristalline, et par conséquent, la température de blocage [23].

## 6. Propriétés et état de l'art de l'alliage FeNi

Dans cette partie, nous rappelons les propriétés physicochimiques des éléments de base Fe, Ni, tout en insistant sur leurs propriétés magnétiques. Nous passerons en revue les

propriétés cristallines, magnétiques et électriques des composés binaires  $Fe_xNi_{1-x}$ , suivies par des travaux antérieurs sur ce matériau au cours des dernières années.

### 6.1. Caractéristiques physiques et chimiques des éléments Fe et Ni

Le fer et le nickel sont deux éléments qui se succèdent à la fin de la première série des métaux de transition, série du fer. Cette classification dans le tableau de Mendeleïev leur confère des propriétés physiques et chimiques similaires. Dans le tableau suivant (tableau I. 3) nous rappelons quelques caractéristiques physiques et chimiques du Fe et Ni :

	Fer (Fe)	Nickel (Ni)
Numéro atomique (Z)	26	28
Structure électronique	[Ar] 3d <sup>6</sup> 4s <sup>2</sup>	[Ar] 3d <sup>8</sup> 4s <sup>2</sup>
Masse molaire (g/mol)	55.9	58.7
Rayon (Å)	1.72	1.62
Electronégativité	1.83	1.91
Point de fusion (°C)	1535	1453
Densité à 20 °C (g/cm <sup>3</sup> )	7.87	8.91
Résistivité à 20 °C (μΩcm)	9.8 (Fe pur à 99.99%)	6 à 11
Nombre effectif de $\mu_B$	2.22	0.6
Température de Curie (°K)	1044	627
Paramètre de maille (Å)	Fe (BCC) = 2.866 à 20°C Fe (FCC) = 3.647 à 910°C	Ni (FCC) = 3.524 à 20 °C

**Tableau I.3.** Caractéristiques physiques et chimiques des éléments Fe et Ni [24-26].

### 6.2. Ferromagnétisme des métaux Fe et Ni

Le fer, le cobalt et le nickel sont des métaux qui se distinguent par rapport au reste des métaux de transition, par la présence d'une aimantation spontanée en dessous d'une température critique  $T_c$  : température de Curie. Les métaux Fe, Co et Ni ont des densités d'états qui présentent des pics aux sommets des deux sous-bandes  $d\downarrow$  et  $d\uparrow$  et des densités de populations autour du niveau de Fermi supérieur à celle des bandes "s". Par conséquent, les propriétés de ces métaux de transitions sont déterminées essentiellement par les électrons "d". A cause de l'étroitesse des bandes "d", il suffit d'un petit décalage en énergie pour engendrer un déséquilibre important entre les populations des deux sous-bandes  $d\downarrow$  et  $\uparrow$ . La différence de population produite multipliée par le magnéton de Bohr, est égale au moment magnétique macroscopique spontané (Eq. I. 8) d'un échantillon de Fe, Co ou Ni. Ce moment magnétique

trouve donc son origine dans les moments magnétiques de spin, car le moment magnétique orbital est bloqué par le champ cristallin dont l'effet est très supérieur à l'interaction spin-orbite.

La relation entre le moment magnétique et la composition électronique des éléments de Fe, Co, Ni et leurs alliages est couramment illustrée par la célèbre courbe de Slater-Pauling (figure I. 23).

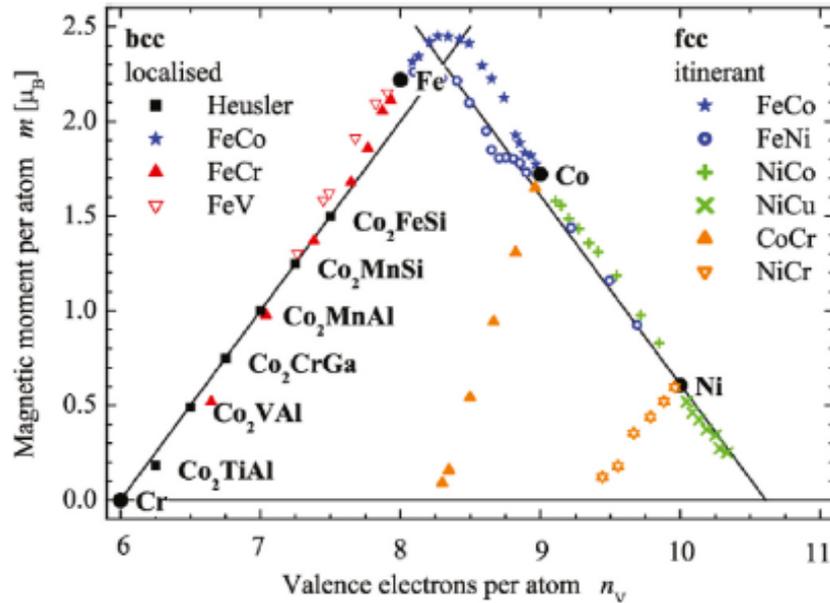


Figure I. 23. Courbe de Slater-Pauling.

Le ferromagnétisme est favorable pour les éléments Fe, Co et Ni, car schématiquement le transfert d'une frange de population de la sous-bande  $d_{\downarrow}$  vers la sous-bande  $d_{\uparrow}$  conduit à un nouvel état énergétique stable. Autrement dit, la somme des deux variations d'énergies suivantes est négative, à savoir :

- Le gain en énergie d'interaction résultant du déséquilibre des populations  $d_{\downarrow}$  et  $d_{\uparrow}$ .
- L'augmentation en énergie cinétique de la quantité d'électrons transférés.
- Cette condition conduit au critère de Stoner qui s'écrit [27] :

$$I \cdot n(E_F) > 1 \quad (I.16)$$

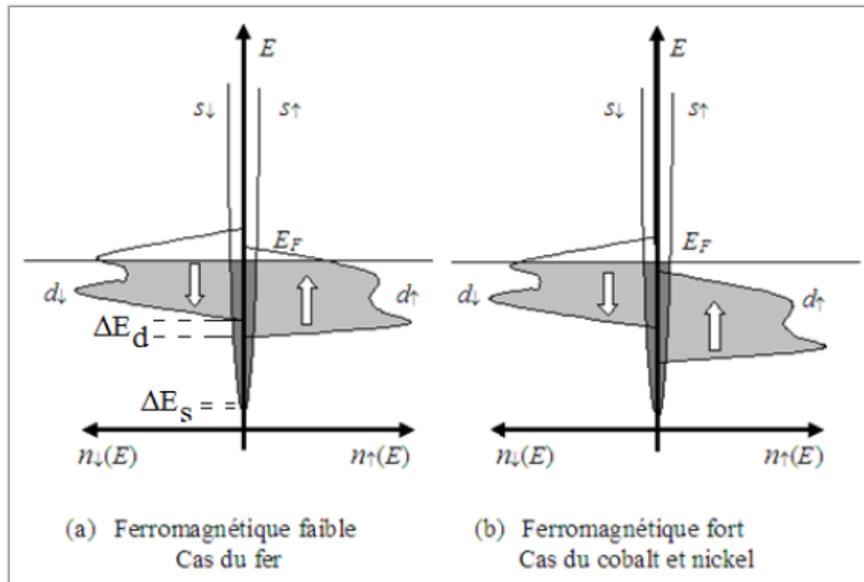
Où  $I$  est l'énergie d'échange entre deux électrons et  $n(E_F)$  est la densité d'état par unité de volume au niveau de Fermi  $E_F$ . Ce critère est bien vérifié pour les éléments de la fin de la série 3d, à savoir Fe, Co et Ni. Le moment magnétique macroscopique résulte donc des électrons célibataires après la répartition des électrons de valence ( $4s^2 + 3d^x$ ) selon leurs spins

sur les états "s" et "d". Le tableau I. 4 donne la distribution de ces électrons pour le fer, le cobalt et le nickel.

Elément	Nbre d'électrons de valence	Nbre d'électrons 4s	Nbre d'électrons 3d $\uparrow$	Nbre d'électrons 3d $\downarrow$	Nbre d'électrons 3d célibataires
Fe	8	0.6	4.8	2.6	2.2
Co	9	0.7	5	3.3	1.7
Ni	10	0.6	5	4.4	0.6

**Tableau I. 4.** Distribution des électrons de valence sur les bandes "s" et "d".

Le schéma des bandes "s" et "d" pour les trois éléments Fe, Co et Ni est représenté sur la figure I. 24. Pour le fer, le niveau de Fermi  $E_F$  intercepte les deux sous bandes  $d\downarrow$  et  $d\uparrow$  laissant des états vacants pour les deux classes de spins, il s'agit d'un magnétisme faible. Dans le cas du Co et Ni, la sous-bande  $d\uparrow$  est située complètement en dessous du niveau de Fermi  $E_F$ , il s'agit d'un magnétisme fort.



**Figure I. 24.** Schéma des bandes "d" et "s",  $\Delta E_s \ll \Delta E_d$ .

### 6.3. Diagramme de phases de l'alliage $Fe_xNi_{100-x}$

L'alliage FeNi est un mélange de deux éléments très proches l'un de l'autre (rayons atomiques voisins, structures électroniques semblables...). Il présente cependant un diagramme de phases complexe et riche que nous avons présenté sur la figure I. 25. L'une des raisons de la complexité et de la richesse de ce diagramme est que le comportement magnétique des atomes de Fe est fortement influencé par ses proches voisins et le désordre chimique caractéristique des alliages  $Fe_xNi_{100-x}$  provoque un changement énorme dans leurs

propriétés magnétiques [28-29]. La figure I. 25 montre le diagramme de phases proposé par L. J. Swartzendruber [30].

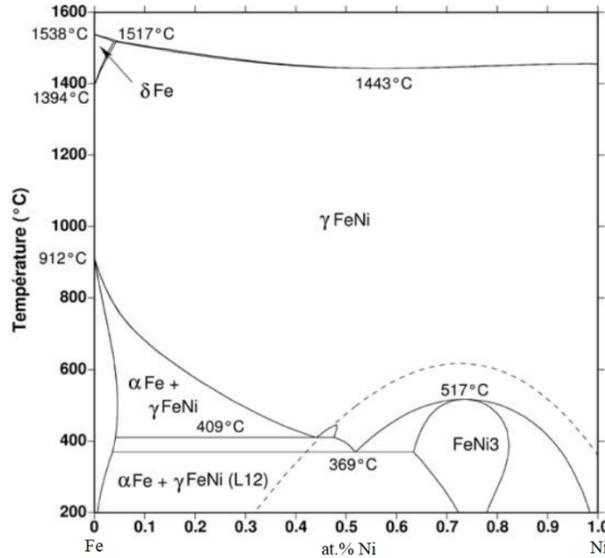


Figure I.25. Diagramme de phase du système FeNi.

Malgré la diversité des diagrammes de phases présents dans la littérature, on peut observer les caractéristiques suivantes :

- Le domaine des hautes températures du diagramme est marqué par la présence d'une solution solide  $\gamma$ -(Fe,Ni) de structure FCC existant pour toute la gamme de concentration en Ni. La limite avec la phase liquide admet un minimum autour de 1712 K pour une concentration en Ni égale à 66% [30].
- Pour de très faibles concentrations en Ni, on note l'existence des deux phases  $\alpha$ -Fe à basses températures et  $\delta$ -Fe à très hautes températures ayant des structures BCC. Dans cette zone du diagramme riche en fer, et pour des concentrations en Ni allant jusqu'à 34%, des transformations martensitiques  $\gamma \rightarrow \alpha$  à caractère non diffusif ont été répertoriées.
- Pour des teneurs en Ni comprises entre 20 et 30 %, il y a coexistence des deux phases  $\gamma$  (cfc) et  $\alpha$  (cc).

Une grande variété de matériaux FeNi utilisés dans les applications ont ainsi une teneur en Ni comprise entre 30 et 80 %. Leur structure est alors  $\gamma$  cubique à faces centrées et ils ne présentent pas de transformation de phase  $\alpha/\gamma$  à l'état solide. Ces propriétés leur confèrent une grande facilité de laminage jusqu'à de très faibles épaisseurs ( $d \sim 10 \mu\text{m}$ ) et de traitement thermique sans changement de phase, très utiles pour développer des textures de

recristallisation ou des propriétés magnétiques exceptionnelles. Ceci permet de développer leurs propriétés magnétiques et d'obtenir tout un éventail de propriétés assez intéressantes.

#### 6.4. Résistivité électrique des alliages $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}$

La résistivité d'un matériau magnétique est l'effet additif de plusieurs contributions, exprimé par la loi de Mathiessen [31] :

$$\rho = \rho_c + \rho_p + \rho_{mag} + \dots \quad (\text{I. 17})$$

$\rho_c$  est la résistivité due aux impuretés, proportionnelle à leurs concentrations  $c$ ,  $\rho_p$  est la résistivité due à la diffusion des électrons par les phonons  $s$  qui s'annule à la température  $T=0$  K, et de la résistivité  $\rho_{mag}$  due à l'interaction des électrons avec les moments magnétiques atomiques. Pour le fer, le cobalt et le nickel, la conductivité électrique est assurée par les électrons "s" et les électrons "d". La résistivité résulte en grande partie de la diffusion des électrons "s" vers les états "d" [32]. Quand une dimension du matériau est réduite pour obtenir une couche mince, il faut alors tenir compte de la diffusion des électrons par les interfaces, et la taille des grains. La morphologie d'une couche inhomogène a également un effet sur la résistivité [33].

La résistivité des couches minces  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}/\text{Si}$  varie en fonction de la teneur en Fe. Le comportement de la résistivité est dû aux facteurs suivants [34] : (i) l'ajout de fer au nickel engendre des états pour les porteurs majoritaires ( $\uparrow$ ) au-dessus du niveau de Fermi qui n'existaient pas dans le nickel pur; (ii) la variation de la taille des grains; (iii) le changement de la phase cristalline.

#### 6.5. Applications industrielles des alliages Fe-Ni

On peut distinguer trois grandes applications des alliages Fe-Ni :

- Les alliages pour l'électrotechnique miniaturisée, utilisés sous formes de fils, des bandes d'épaisseurs de 0.1 à 2 mm, des grilles...etc.
- Les alliages à très hautes perméabilités, généralement des bandes de faibles épaisseurs et sous forme de circuits bien traités.
- Les alliages à cycles d'hystérésis spéciaux, que l'on retrouve principalement dans le domaine de l'électronique, tels que les dispositifs de sécurité.

Le tableau ci-dessous résume quelques applications de l'alliage Fe-Ni suivant leurs propriétés magnétiques [35].

Domaine	Fe-%Ni	Applications
Horlogerie	Fe-80Ni	Le stator du moteur pas à pas, Les noyaux magnétiques
Blindage électromagnétique	Fe-50Ni	Des tôles sandwich pour la protection contre les spectres électromagnétiques
Domaine de l'automobile	Fe-50Ni	Les capteurs mesurant le positionnement précis des roues
	Fe-36Ni	- Les alliages réfractaires pour les joints de culasses - Injecteurs pour automobile
Electronique	Fe-80Ni (Permalloy)	La réalisation des profils destinés à divers composants magnétiques et modems, filtres de téléphonie mobile...
	Fe-41Ni	Les supports des circuits intégrés, les pièces de canons à électrons TVC, condensateurs...
Applications particulières de l' <b>Invar</b> (Prix Nobel 1920)	Fe-36Ni	Les cuves de méthaniers, les pipes pour transfert de fluides cryogéniques, les moules des coques composites des avions (Boeing et Airbus) et spatiaux, les boîtiers de composants électroniques, les armatures de télescope spatial, les dissipateurs thermiques, les pièces de machines-outils, etc.

*Tableau I. 5.* Applications de l'alliage Fe-Ni.

### 6.6. Travaux antérieurs sur les alliages de FeNi

Les alliages FeNi ont été étudiés par de nombreux chercheurs, par différentes méthodes de déposition et sur différents substrats. Les propriétés magnétiques et structurales des films de Fe et d'alliage à base de Fe, comme l'alliage FeNi, sont très sensibles aux paramètres suivants : l'épaisseur de la couche magnétique, la nature et la température du substrat, la concentration des composés binaires (ou ternaires) et le mode de croissance de la couche magnétique ...

En 2000, F. CZERWINSKI et J. A. SZPUNAR ont étudié les propriétés structurales, et magnétiques en fonction de la température de déposition des couches minces de Permalloy sur un substrat de titanium, par électrodéposition. Le spectre de diffraction des rayons X montre l'existence de la phase FeNi<sub>3</sub> cfc avec une direction préférentielle <111>, la taille de cristallites variant de 14 à 45 nm [36].

En 2003, E. Lima et al. ont élaboré des nanocristaux de Fe<sub>50</sub>Ni<sub>50</sub> par réduction chimique. L'étude cristallographie montre l'existence de la phase FeNi<sub>3</sub> cfc avec une direction préférentielle <111>, et une taille de cristallites de 15 nm [37].

En 2007, S. Sam et al. ont élaboré par électrodéposition, des couches minces de Fe<sub>81</sub>Ni<sub>19</sub> sur un substrat de Si (100), afin d'étudier leurs propriétés morphologiques et structurales. Les films montrent également une texture cristalline avec une phase cfc <111> [38].

En 2008, A. Tafat et al. ont étudié les propriétés structurales, et magnétiques des nanocristaux Fe<sub>20</sub>Ni<sub>80</sub> en fonction du temps de broyage mécanique. La DRX révèle l'existence de la phase cc Fe<sub>7</sub>Ni<sub>3</sub> avec un paramètre de maille variant de 2.865 et 2.871 Å et une taille des cristallites de 10 et 27 nm. Le champ coercitif varie de 5.4 et 6 Oe [39]. A. Guittoum et al. ont réalisé une étude structurale sur les nanocristaux Fe<sub>20</sub>Ni<sub>80</sub>. L'alliage de FeNi montre également une phase cc Fe<sub>7</sub>Ni<sub>3</sub>, le paramètre de maille varie de 2.856 à 2.868 Å, et la taille des cristallites de 10 à 70 nm [40].

En 2010, A. V. Svalov et al. ont étudié les propriétés structurales et magnétiques en fonction d'épaisseurs des couches minces de Permalloy déposées sur Si (100), élaborées par pulvérisation magnétron. L'étude DRX montre l'existence de la phase FeNi<sub>3</sub> cfc avec une direction préférentielle <111>. Le champ coercitif varie de 10 et 50 Oe [41].

En 2011, Kh. Gheisari et al. ont étudié l'effet de la température de recuit sur les propriétés structurales et magnétiques des nanocristaux Fe<sub>55</sub>Ni<sub>45</sub>, préparées par broyage mécanique. Le spectre de diffraction des rayons X montre l'existence de la phase FeNi<sub>3</sub> cfc avec une direction préférentielle <111>. Le champ coercitif varie de 4 et 9 Oe, et l'aimantation  $M_s$  varie de 146 à 164 emu/cm<sup>3</sup> [42].

En 2014, Nacir Guechi et al. ont élaboré des couches minces de Fe<sub>x</sub>Ni<sub>100-x</sub> déposées sur Si(111), par évaporation sous vide. Ils ont étudié leurs propriétés structurales, morphologiques et magnétiques. Les films montrent également une texture cristalline avec une phase cfc <111> pour la région riche en nickel, et une phase cc <110> pour la région riche en fer, le champ coercitif  $H_c$  variant de 0.67 Oe à 90 Oe et la résistivité électrique  $\rho$  de 14 à 46  $\mu\Omega$ .cm en fonction de la teneur en Fe (2 % < x < 100 %) [35].

En 2015, A. Kaibi et al. ont étudié les propriétés structurales et magnétiques en fonction de l'épaisseur (entre 16 et 250 nm) des alliages  $\text{Fe}_{25}\text{Ni}_{75}$  déposées sur Si (111), par évaporation sous vide. L'étude cristallographie montre l'existence de la phase  $\text{FeNi}_3$  cfc avec une direction préférentielle  $\langle 111 \rangle$ . Le champ coercitif varie de 1.97 et 10.28 Oe [43]. Ia.M. Lytvynenko et al. ont étudié l'effet de l'ajout de Co ou d'Ag sur les propriétés magnétiques des couches minces de  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ ,  $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{50}\text{Co}_{50}$  et  $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{50}\text{Ag}_{50}$ , déposées sur un substrat de verre par pulvérisation thermo-résistive. Le champ coercitif varie de 2.5 et 98.8 Oe [44]. Dans la même année, M. Kezrane et al. ont étudié les propriétés structurales, et magnétiques des nanocristaux  $\text{Fe}_{90}\text{Ni}_{10}$  en fonction du temps de broyage mécanique. L'étude DRX révèle la nature polycristalline de la phase  $\text{Fe}_7\text{Ni}_3$  cc avec une direction préférentielle  $\langle 111 \rangle$ . Le paramètre de maille varie de 2.866 et 2.871 Å, et une taille des cristallites de 30 et 155 nm. Le champ coercitif varie de 13 et 50 Oe [45]. Y. Wei et al. ont étudié le couplage magnétique dans des tricouches FeNi/Cu/FeCo développées sur des substrats Si/SiO<sub>2</sub> par pulvérisation magnétron, en fonction de l'épaisseur de l'espaceur Cu (entre 5 et 50 Å). Ils ont constaté que tous les films montrent un couplage ferromagnétique [46].

En 2017, W. Zhang et collaborateurs ont étudié les propriétés électriques et magnétiques des couches minces de Permalloy déposées sur des substrats SiO<sub>2</sub>/Si par pulvérisation cathodique magnétron RF. Ils ont rapporté que la réduction de la résistivité du film NiFe avec l'augmentation de la température de recuit peut être comprise par l'augmentation de la taille des grains [47]. Dans la même année, N. Srakaew et al. ont étudié les propriétés structurales et magnétiques des alliages de  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}$  préparés par réaction rédox. La mesure DRX montre l'existence de la phase  $\text{FeNi}_3$  cfc pour la région riche en fer  $10 < x < 30$ , un mélange de phases  $\text{FeNi}_3$  cfc et tcc  $\text{Fe}_7\text{Ni}_3$  pour une teneur de fer  $40 < x < 70$ , et à partir de  $x$  supérieure à 80 %, la phase cc  $\text{Fe}_7\text{Ni}_3$  est dominante. Le champ coercitif  $H_c$  varie de 0.67 à 90 Oe et l'aimantation  $M_s$  varie de 70 à 220 emu/cm<sup>3</sup> en fonction de la teneur en Fe [48].

En 2018, J.M. Wood et al. ont déposé des couches minces de Permalloy  $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$  d'épaisseur 5 nm, sur des substrats de Si (100) par évaporation sous vide. Ils ont étudié les propriétés magnétiques en fonction de la tension induite. Le champ coercitif varie de 40 et 250 Oe en fonction de tension appliquée [49].

En 2020, B. A. Belyaev et al. ont étudié les propriétés magnétiques des couches minces de  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}$  ( $20 < x < 40$ ) déposées sur des substrats SiO par pulvérisation magnétron. Ils ont rapporté que l'aimantation de saturation augmente de 750 à 1250 emu/cm<sup>3</sup> en fonction de la teneur en Fe [50].

En 2021, S. Naiz et A. Saidi, ont élaboré des films minces de Fe-Ni par électrodéposition sur des substrats de titanium. Les paramètres effectifs sur la composition chimique et les propriétés magnétiques de l'alliage Fe-Ni ont été étudiés. Le champ coercitif  $H_c$  varie de 18 et 14 Oe et l'aimantation  $M_s$  varie de 59 à 64 emu/cm<sup>3</sup> en fonction du temps d'électrodéposition [51]. M. Zhang et C. Deng ont élaboré des couches minces de Permalloy déposées sur des substrats SrTiO<sub>3</sub> (STO-NSTO) et SiO<sub>2</sub>, par pulvérisation magnétron. Ils ont étudié leurs propriétés électriques. Ils ont trouvé que la résistivité varie de 4 à 78.1 μΩ.cm en fonction du substrat utilisé et du traitement thermique appliqué [52].

En 2021, S. Hait et al. ont étudié les propriétés structurales et électriques des couches minces de Fe<sub>19</sub>Ni<sub>81</sub> avec 15 nm d'épaisseur, déposées sur Si (100) par pulvérisation magnétron. L'étude DRX révèle la nature polycristalline du film avec un paramètre de maille de  $3,56 \pm 0,03$  Å et une taille des cristallites de  $6,07 \pm 0,03$  nm. La résistivité électrique  $\rho$  est mesurée entre 55 et 72 μΩ.cm [53].

En 2022, S. Goldman et Z. Celinski ont étudié les propriétés magnétiques et électriques en fonction de l'épaisseur des couches FeNi déposées sur Si, par pulvérisation magnétron. Ils ont rapporté que le champ coercitif  $H_c$  varie de 3 Oe à 25 Oe, l'aimantation de saturation  $M_s$  de 760 à 830 emu/cm<sup>3</sup> et la résistivité électrique  $\rho$  de 20 à 130 μΩ.cm [54]. P. Laha et al. ont étudié les propriétés structurales et magnétiques des nanocristaux de Permalloy, synthétisés par la méthode de co-précipitation. L'étude cristallographique montre l'existence de la phase FeNi<sub>3</sub> cfc avec une direction préférentielle <111> [55].

En 2023, L. Taberkani et A. Kharmouche ont fabriqué des couches minces de Fe<sub>x</sub>Ni<sub>100-x</sub> déposées sur Si (111) par évaporation sous vide à effet Joule. Les conditions de travail et les résultats expérimentaux obtenus seront discutés en détail dans les chapitres suivants [56].

## Conclusion

Ce chapitre a été consacré globalement aux notions générales du magnétisme. Dans la première partie, nous avons rappelé l'origine du magnétisme. Après quoi, nous avons abordé le magnétisme des métaux de transition, et nous avons présenté les cycles hystérésis et les différents paramètres qui peuvent en être extraits. Nous avons également discuté des différentes anisotropies existant dans les matériaux magnétiques, et enfin nous avons parlé des matériaux magnétiques doux et durs et de leurs applications. Toutes ces notions générales sur le magnétisme vont être fondamentales afin de comprendre et d'interpréter les résultats expérimentaux concernant nos échantillons ferromagnétiques de FeNi. La deuxième partie présente quelques propriétés physiques de l'alliage fer-nickel massif, et un état de l'art passe

en revue les principaux travaux antérieurs publiés sur les matériaux ferromagnétiques de l'alliage fer-nickel.

## Référence

- [1] Allan H. Morrish, *The Physical Principles of Magnetism*, Robert E. Krieger Publishing Company, Inc. Huntington, New York, 1980.
- [2] B. D. Cullity, C. D. Graham, *Introduction to magnetic materials*, IEEE press, 2009.
- [3] A. Layadi, *introduction au magnétisme*, OPU, Alger, 2004.
- [4] K. H. J. Buschow, F. R. De Boer, *Physics of Magnetism and Magnetic materials*, New York, 2004.
- [5] Richard M. BOZORTH; *Ferromagnetism*. D. Van nostrand company, 1951.
- [6] Jean-Pierre Nozières, *Techniques de l'Ingénieur*, E 1730, 1-9, 1998.
- [7] M. Cyrot et J. P. Yonnet, « *Magnétisme I-Fondements* », édition EDP Sciences (2000) 40-110.
- [8] Etienne du Trémolet de Lacheisserie, *Magnétisme, Fondements*, EDP Sciences, 1999.
- [9] A. P. Guimaraes, *Magnetism and magnetic resonance in solids*, John Wiley & Sons, INC, 1998.
- [10] Sushin Chikazumi, and Stanley H. Charap, *Physics of Magnetism*, Robert E. Krieger Publishing Company, Malabar, Florida, 1978.
- [11] R. & C. OUAHES, *Chimie Physique*, Ellipses, 1995.
- [12] Sushin Chikazumi, and Stanley H. Charap, *Physics of Magnetism*, Robert E. Krieger Publishing Company, Malabar, Florida, 1978.
- [13] A. Benhamoud, *Élaboration et investigations de propriétés physiques de couches minces ferromagnétiques de  $Fe_{100-x}Pd_x$* , Thèse de Doctorat de l'Université Ferhat Abbas Sétif1, 2020.
- [14] A. Benhamoud, A. Kharmouche, Synthesis, Structural, and Magnetic Properties of  $Fe_{100-x}Pd_x$  Thin Films, *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism* 33 (2020) 1521–1526.
- [15] Ibro Tabakovic, Venkatram Venkatasamy, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 452 (2018) 306–314.
- [16] A. Melloul, *Élaboration de couches minces ferromagnétiques de  $Co_xFe_{100-x}$  et investigations de leurs propriétés physiques*, Thèse de Doctorat de l'Université Ferhat Abbas Sétif1, 2019.

- [17] A. P. Guimaraes, *Magnetism and magnetic resonance in solids*, John Wiley & Sons, 1998.
- [18] C. Kittel, *physique de l'état solide*, 5eme Edition Dunod, 1983.
- [19] A. Hubert, R. Schäfer, *Magnetic domains*, Springer, 2009.
- [20] M. HAMIMID, *Modèles de l'hystérésis magnétiques et leurs implémentations*, Thèse de Doctorat de l'Université Mohamed KHIDER BISKRA, 2011.
- [21] Robert M. White, *Quantum theory of magnetism*, Third Edition, Springer-Verlag Berlin Heidelberg 2007.
- [22] Amikam Aharoni, Effect of a Magnetic Field on the Superparamagnetic Relaxation Time, *Phys. Rev.* 177 (1969) 793.
- [23] Yufen Xiao a and Jianzhong Du, Superparamagnetic nanoparticles for biomedical applications, *Journal of Materials Chemistry B* 8 (2020) 354.
- [24] L. Bornstein, H. P. J. Wijn, vol.19, by Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Germany 1986.
- [25] K.Wasa, M. Kitabatake, H. Adachi, "Thin film materials technology, Sputtering of compound materials" Ed. William Andrew, Inc. NY (2004).
- [26] J.C Delomel, *Techniques de l'ingénieur*, K 710v2.
- [27] K. H. J. Buschow, F. R. de Boer, "Physics of magnetism and magnetic materials", Ed. Kluwer Academic Publishers N.Y. (2004).
- [28] M. Schroter, H. Ebert, H. Akai, P. Entel, E. Hoffmann, G. Reddy, *Phys. Rev.* B52 (1995) 188-197
- [29] M. Z. Dang, D. G. Rancourt, *Phys. Rev.* B53 (1996) 2291-2296.
- [30] L. J. Swartzendruber, "The Fe-Ni (Iron-Nickel) System," *Journal of Phase Equilibria*, vol. 12, no. 3, pp. 288-312, 1991.
- [31] J.C Delomel, *Techniques de l'ingénieur*, K 710v2.
- [32] I.A. Campbell, A. Fert, O. Jaoul, *The spontaneous resistivity anisotropy in Ni-based alloys*, *J. Phys. C: Solid State Phys.* 3 (1970) S95.
- [33] A.F. Maydas, M. Shatzkes, *Electrical-Resistivity Model for Polycrystalline Films: the Case of Arbitrary Reflection at External Surfaces*, *Phys. Rev. B* 1 (1970) 1382.
- [34] N. Guechi, A. Bourzami, A. Guittoum, A. Kharmouche, S. Colis, N. Meni, Structural, magnetic and electrical properties of Fe<sub>x</sub>Ni<sub>100-x</sub>/Si(100) films, *Physica B* 441 (2014) 47–53,

- [35] G. Béranger, F. Duffault, J. Morlet, J. F. Tiers, “*Les alliages de Fer et de Nickel. Cent ans après la découverte de l’Invar...*”, Edition, Paris, 1996.
- [36] F. CZERWINSKI, J. A. SZPUNAR, *Structural and magnetic characterization of nanocrystalline Ni-20%Fe permalloy films*, [Journal of Materials Science: Materials in Electronics](#) 11 (2000) 243-251.
- [37] E. Lima Jr, V. Drago, R. Bolsoni, P. F. P. Fichtner, *Nanostructured Fe<sub>50</sub>Ni<sub>50</sub> alloy formed by chemical reduction*, *Solid State Communications* 125 (2003) 265–270.
- [38] S. Sam, G. Fortas, A. Guittoum, N. Gabouze, S. Djebbar, *Electrodeposition of NiFe films on Si(100) substrate*, *Surface Science* 601 (2007) 4270–4273.
- [39] A. Tafat, A. Haddad, S. Bergheul, M. Azzaz, *Structural and magnetic studies of nanocrystalline Fe<sub>80</sub>Ni<sub>20</sub> alloy prepared by high-energy ball milling*, *Int. J. Microstructure and Materials Properties* 3 (2008) 791.
- [40] A. Guittoum, A. Layadi, H. Tafat, A. Bourzami, N. Souami, O. Lenoble, *Structure, Mossbauer and magnetic studies of nanostructured Fe<sub>80</sub>Ni<sub>20</sub> alloy elaborated by mechanical milling*, *Philosophical Magazine* 88 (2008) 1085–1098.
- [41] A. V. Svalov, I. R. Aseguinolaza, A. Garcia-Arribas, I. Orue, J. M. Barandiaran, J. Alonso, M. L. Fernández-Gubieda, G. V. Kurlyandskaya, *Structure and Magnetic Properties of Thin Permalloy Films Near the “Transcritical” State*, *IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS* 46 (2010) 333-336.
- [42] Kh. Gheisari, J.T. Oh, S. Javadpour, *The effect of heat treatment on the structure and magnetic properties of mechanically alloyed Fe–45%Ni nanostructured powders*, *Journal of Alloys and Compounds* 509 (2011) 1020–1024.
- [43] A. Kaibia, A. Guittoum, R.M. Öksüzöğlü, A.M. Yagci, M. Boudissa, M. Kechouane, *Structure, microstructure and magnetic properties of Ni<sub>75</sub>Fe<sub>25</sub> films elaborated by evaporation from nanostructured powder*, *Applied Surface Science* 350 (2015) 50–56.
- [44] Ia.M. Lytvynenko, I.M. Pazukha, V.V. Bibyk, *The effect of Co or Ag addition on magnetotransport and magnetic properties of Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub> thin films*, *Vacuum* 116 (2015) 31-35.
- [45] M. Kezrane, A. Guittoum, M. Hemmous, S. Lamrani, A. Bourzami, W. Weber, *Elaboration, Microstructure, and Magnetic Properties of Nanocrystalline Fe<sub>90</sub>Ni<sub>10</sub> Powders*, [Journal of Superconductivity and Novel Magnetism](#) 28 (2015) 2473–248.
- [46] Y. Wei, S. Akansel, T. Thersleff, I. Harward, R. Brucas, M. Ranjbar, S. Jana, P. Lansaker, Y. Pogoryelov, R. K. Dumas, K. Leifer, O. Karis, J. Akerman, Z. Celinski, P.

- Svedlindh, *Exponentially decaying magnetic coupling in sputtered thin film FeNi/Cu/FeCo trilayer*, APPLIED PHYSICS LETTERS 106 (2015) 042405.
- [47] W. Zhang, T. Wu, B. Peng, W. Zhang, *Resistivity dependence of the spin mixing conductance and the anisotropic magnetoresistance in permalloy*, J. Alloys Compd. 696 (2017) 234-237.
- [48] N. Srakaew, P. Jantaratana, P. Nipakul, C. Sirisathitkul, *Structural and magnetic properties of  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}$  alloys synthesized using Al as a reducing metal*, J. Magn. Mater. 435 (2017) 201–205
- [49] J.M. Wood, C.I. Oseghale, O. Cespedes, M. Grell, D.A. Allwood, *Control of ferromagnetic properties of  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$  thin films by voltage-induced oxidation*, J. Appl. Phys. 124 (2018), 085304.
- [50] B.A. Belyaev, N.M. Boev, A.V. Izotov, G.V. Skomorokhov, P.N. Solovev, *Magnetic properties of permalloy thin film edges*, Russ. Phys. J. 63 (No. 1) (2020) 16–22.
- [51] S. Niaz, A. Saidi, *Magnetic and chemical properties investigation of Fe–Ni electrodeposited alloy on titanium substrate at the presence of alumina*, J. Mater. Sci. Mater. Electron. 32 (2021), 22013,
- [52] M. Zhang, C. Deng, *Magnetic, optical and electrical properties of permalloy films by DC magnetron sputtering*, J. Mater. Sci. Mater. Electron. 32 (2021) 4949–4960.
- [53] S. Hait, V. Barwal, N. K. Gupta, L. Pandey, N. Sharma, S. Chaudhary, *Temperature-dependent magnetoresistance in polycrystalline  $\text{Ni}_{81}\text{Fe}_{19}$  thin film on Si(100)*, J. Supercond. Nov. Magnetism 34 (2021) 845–850.
- [54] S. Goldman, Z. Celinski, *Studies of the correlations between physical properties and complex permeability of NiFe thin films*, JMMM 554 (2022), 169298.
- [55] P. Laha, B. K. Mahato, R. Gayen, S. Datta, R. S. Rawat, *Magnetization reversal in chemically synthesized chains of permalloy nanospheres*, Appl. Phys. 128 (2022) 394,
- [56] L. Taberkani, A. Kharmouche, *Structural, electrical and magnetic properties of evaporated  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{1-x}$  thin films*, Physica B 656 (2023) 414782.

## *Chapitre 2*

*Techniques expérimentales  
d'élaboration et de caractérisations*

## **1. Introduction**

Par définition, une couche mince est une fine pellicule d'un matériau de quelques angströms ou plusieurs microns, déposée sur un autre matériau, appelé « substrat ». L'étude des films minces permet d'obtenir des propriétés particulières à la surface de cette pièce "recouverte", tout en conservant les propriétés massives du substrat comme les propriétés magnétiques par exemple. Ces propriétés recherchées dépendent fortement des paramètres de dépôt [1-2].

Ce chapitre s'articule en deux parties. Dans la première partie, nous allons donner un aperçu sur les techniques de dépôt des couches minces, en précisant la méthode utilisée pour élaborer nos échantillons (évaporation par effet Joule). La seconde partie traite des divers dispositifs de caractérisation utilisés durant ce travail pour déterminer la structure, la morphologie de surface, la composition chimique, les propriétés électriques et magnétiques de nos échantillons élaborés. Les films ont été analysés par les techniques de Spectrométrie de Rétrodiffusion Rutherford (Rutherford Backscattering Spectrometry (RBS)), la Diffraction des rayons X (DRX), Microscopie à Force Atomique (AFM), système de mesures à effet Hall (HMS) et la magnétométrie à échantillon vibrant (Vibrating Sample Magnetometry(VSM)).

## **2. Techniques d'élaboration des couches minces**

L'élaboration d'une couche mince est une étape très importante, car les propriétés physiques du matériau résultant dépendent de la technique du dépôt. Il est donc important de choisir la méthode d'élaboration la plus appropriée à l'application recherchée et de contrôler au maximum les conditions d'élaboration.

On distingue deux grandes catégories de méthodes d'élaboration de couches minces : les méthodes physiques et les méthodes chimiques. Les méthodes physiques (utilisant du matériel lourd et nécessitant un environnement sous vide) sont, en général, utilisées en recherche, alors que les méthodes chimiques sont plutôt utilisées en industrie, à cause de leur meilleur rendement [3-4].

Dans la suite nous allons nous focaliser sur les techniques de dépôt de couches minces par dépôts physiques en phase vapeur (PVD pour Physical Vapor Deposition) pouvant permettre de réaliser des dépôts minces (~ 10 nm).

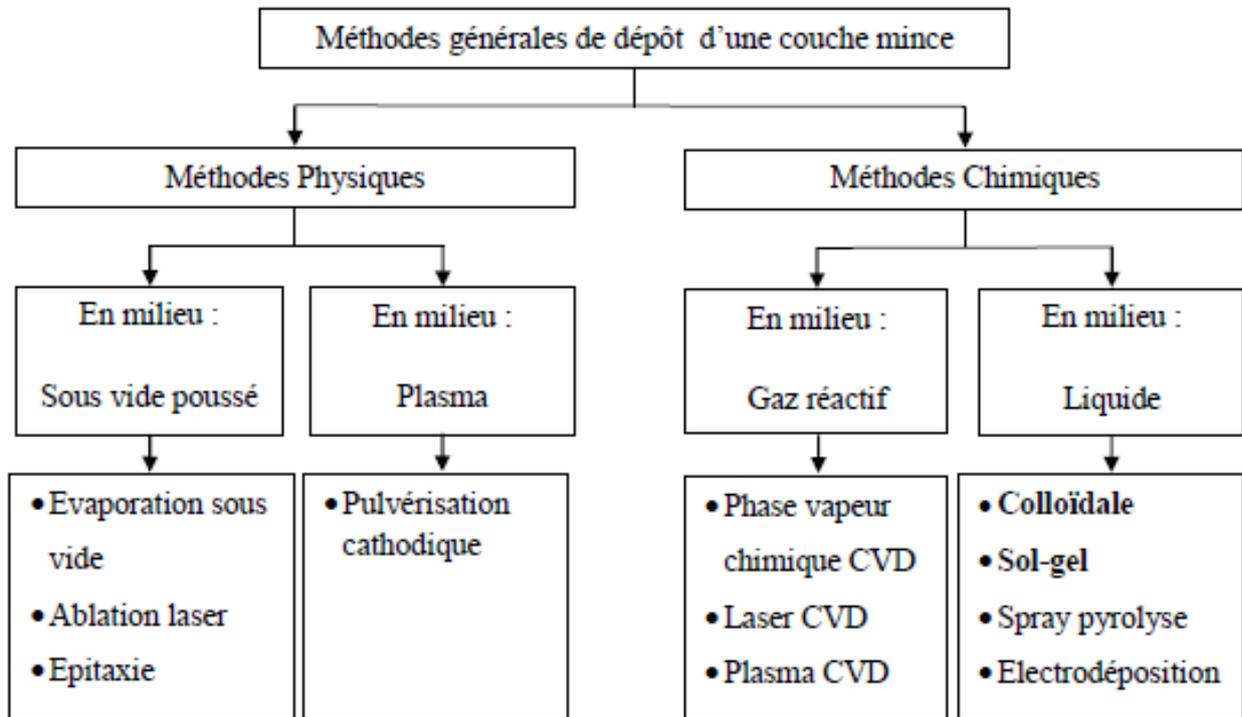


Tableau II .1. Présentation des principaux procédés de dépôt des couches minces.

### 2.1. Evaporation sous vide

L'évaporation sous vide est une technique classique de dépôt de couche mince en phase vapeur. Cette technique consiste à chauffer le matériau (soit par effet Joule) à déposer sous vide poussé dans une enceinte hermétique, un vide poussé de l'ordre de  $10^{-5}$  à  $10^{-7}$  mbar permettant aux particules évaporées d'atteindre facilement les substrats placés sur un support au-dessus de la source d'évaporation où elles vont se condenser en formant une couche mince, avec un minimum de collision et de contamination [5-8].

Selon le mode de chauffage utilisé, nous distinguons plusieurs types d'évaporation sous vide :

- **Evaporation par bombardement électronique** : le principe repose sur le bombardement du matériau de source à l'aide d'un faisceau d'électrons placé sur un creuset en cuivre, ce qui entraîne la fusion du matériau, suivie de son évaporation. Le creuset est relié à un système de refroidissement d'eau.
- **Evaporation par induction** : le principe consiste à chauffer le matériau à évaporer qui est placé dans un creuset diélectrique, par un courant électrique induit à l'aide d'un système d'alimentation de haute fréquence. Ce dernier contient une bobine qui enrobe le creuset alimenté en courant électrique.
- **Evaporation par faisceau laser** : cette méthode d'évaporation consiste à chauffer le matériau de source en utilisant une source laser de grande intensité.

- **Evaporation par effet Joule** : ce procédé d'évaporation consiste à chauffer le matériau de source qui est mis en place sur un filament ou bien dans un creuset en métal réfractaire (W, Mo, Nb ou Ta), à l'aide d'un courant électrique intense. L'évaporation par effet Joule permet la production de couches minces de faibles épaisseurs.

### 3. Techniques et conditions d'élaboration des couches minces

Dans le paragraphe suivant, nous allons donner une description détaillée de la technique d'évaporateur utilisée dans notre étude.

#### 3.1. Description de la technique utilisée (PVD par effet Joule)

Nous avons choisi ce procédé d'évaporation sous vide par effet Joule, car il présente beaucoup d'avantages adaptés à l'élaboration de nos échantillons voulus [1, 9, 10] :

- ❖ La possibilité d'élaborer des couches extrêmement minces de l'ordre de quelques Å, ce qui est adapté aux applications électriques, optiques et magnétiques.
- ❖ La possibilité d'évaporer plusieurs matériaux qu'ils soient sous forme de poudre ou solides, conducteur ou non, matériau pur ou alliage (dans notre cas des poudres de Fe et de Ni).
- ❖ Faible taux d'impureté dans les couches formées.
- ❖ Un dépôt homogène.
- ❖ Uniformité d'épaisseur et une estimation de mesure si l'appareillage est équipé d'une balance à quartz.
- ❖ Manipulation facile de l'équipement ...

Néanmoins cette technique présente aussi des inconvénients :

- ❖ La présence d'oxygène (toujours présent dans la chambre d'évaporation, même pour un vide de l'ordre  $10^{-7}$  mbar) et de carbone dans les couches déposées (due à l'utilisation de pompe à diffusion d'huile).
- ❖ Impossible de déposer plusieurs couches différentes sans ouvrir la chambre d'évaporation, qui engendre l'oxydation des couches intermédiaires, pour les systèmes mono creuset.

L'élaboration des échantillons a été faite sous vide au niveau de Laboratoire d'Etude des Surfaces et Interfaces des Matériaux Solides (LESIMS), de l'Université Ferhat ABBAS Sétif 1, par l'évaporateur par effet Joule illustré dans la figure suivante.



Figure II. 1. Évaporateur à effet Joule du laboratoire LESIMS.

L'évaporateur est constitué de trois parties : chambre d'évaporation, groupe de pompage et système d'alimentation.

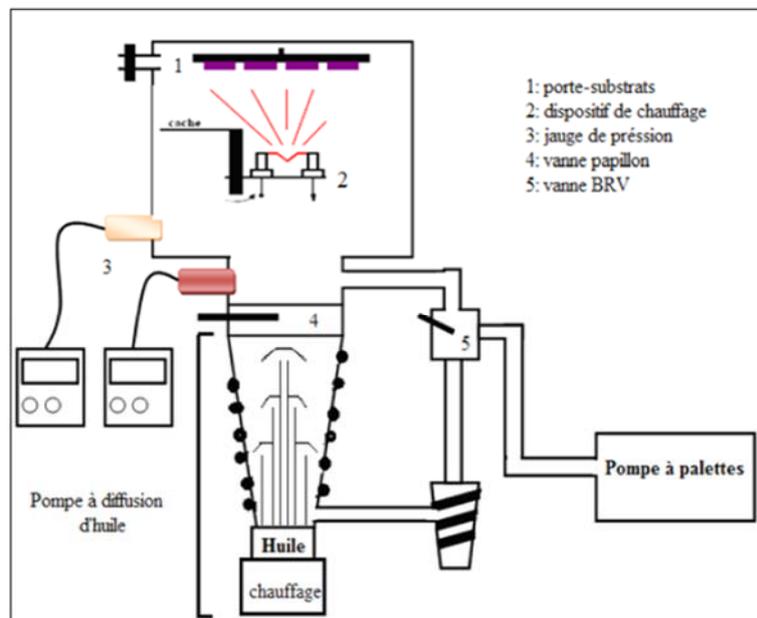
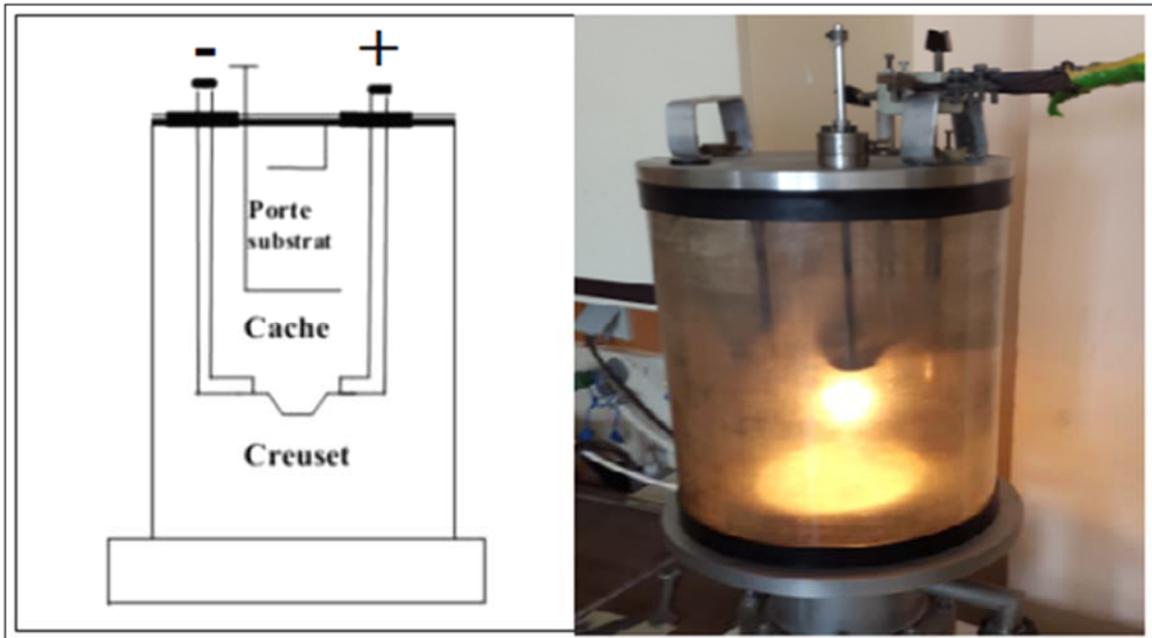


Figure II. 2. Dispositif expérimental de l'évaporateur.

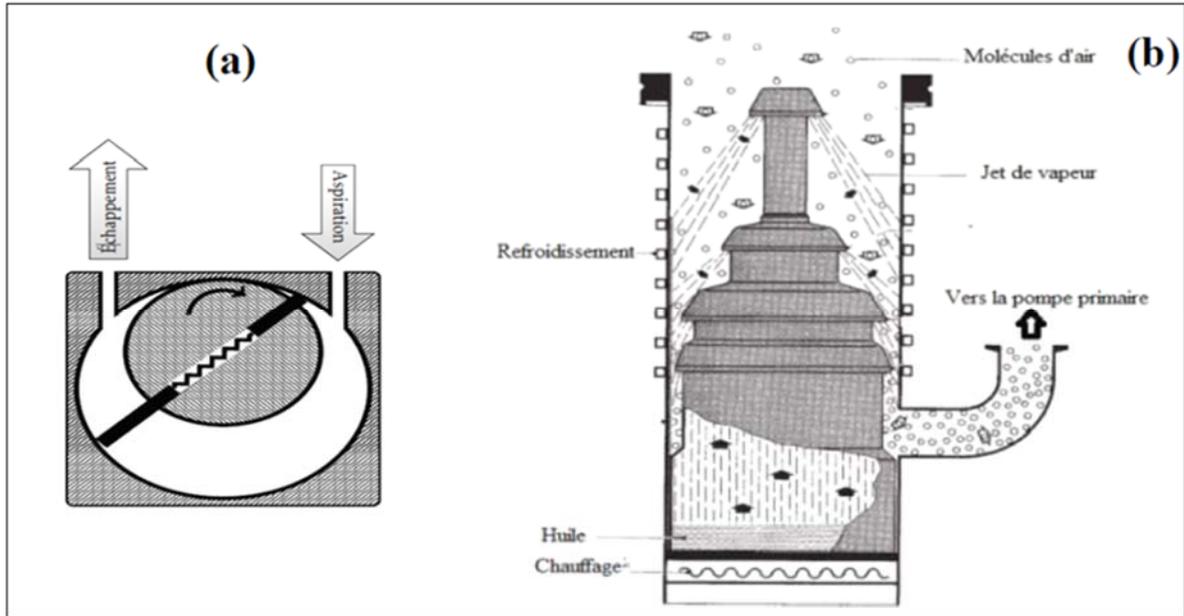
- La chambre d'évaporation : c'est une cloche en verre démontable dont l'étanchéité est consolidée par deux joints. A l'intérieur, un plateau en acier fixé sur la partie supérieure de la chambre sert comme un porte-substrat, en dessous de ce dernier, et à une distance de 8 cm (ajustable), se trouve la source d'évaporation appelée « creuset », alimentée par un

courant intense. Bien entendu, on doit veiller à ce que le creuset soit fabriqué d'un matériau qui supporte une température plus grande que la température de fusion du matériau à évaporer ; il doit aussi avoir une bonne conductivité électrique. Nous utilisons un creuset de tungstène (W) enrobé d'alumine avec un point de fusion égal 3380°C. Un cache métallique situé entre le creuset et le porte-substrat, sert à empêcher ou permettre le jet de matériaux évaporés à déposer sur les substrats (pour le début et la fin de dépôt).



**Figure II. 3.** Chambre d'évaporation.

- Le groupe de pompage : l'évaporation du matériau nécessite un vide poussé. Le vide est assuré par un système de pompage de deux pompes montées en série ; ce système sert à évacuer l'air de l'intérieur de la cloche. La pompe primaire est une pompe à palettes qui assure un vide primaire entre  $10^{-2}$  et  $10^{-3}$  mbar et la deuxième pompe est une pompe à diffusion d'huile qui assure un vide secondaire entre  $10^{-4}$  et  $10^{-7}$  mbar.
- Le système d'alimentation : le creuset est relié à un générateur de courant externe par des câbles en cuivre. Le passage d'un courant électrique intense fait chauffer le creuset par effet Joule, ce qui permet à ce dernier d'atteindre des températures suffisantes, plus grandes que la température de fusion du matériau à évaporer.



**Figure II. 4.** Principe de fonctionnement, (a) pompe à palettes et (b) pompe à diffusion d'huile.

### 3.2. Conditions d'élaboration des couches minces

Comme toute expérience dans le domaine de la physique, les conditions et les paramètres d'élaboration sont des données précieuses et importantes, à cause de leurs influences sur les propriétés physique des couches évaporées.

Nous avons élaboré par évaporation sous vide à température ambiante, une série d'une douzaine d'échantillons de couches minces de  $Fe_xNi_{100-x}$  déposées sur un substrat en silicium orienté (111). Afin d'éviter toute contamination lors de l'évaporation, l'enceinte et tout ce qu'elle contient (le porte-substrat, le cache, les tiges de connexion...) ont été nettoyés à l'eau, frottés par du papier verre puis par nettoyage chimique à l'éthanol. Cependant, les substrats utilisés sont sous forme de lames d'épaisseur 500  $\mu m$ , avec une surface aplatie ne nécessitant pas un nettoyage avant l'utilisation ; ils sont fournis nettoyés et prêts à l'emploi.

Le matériau à évaporer est un mélange de Fe et de Ni en poudre, purs à 99,99 % avec des proportions préalablement fixées par pesée. Les poudres mélangées sont déposées en petite quantité (30% de la masse du creuset) dans un creuset de tungstène enrobé d'alumine, à une distance perpendiculaire de 8 cm environ du porte- substrat, où sont fixés les substrats de Si (111) avec une surface de l'ordre de 1  $cm^2$  environ (figure II. 5).

Une fois le système mis en place, le groupe de pompage est mis en service pendant des heures. Lorsque la pression de base atteint  $10^{-7}$  mbar, on envoie pendant une courte durée, un courant initial égal à 20 A environ à travers le creuset pour dégazer la poudre. On répète plusieurs fois l'opération jusqu'à ce que la pression résiduelle se stabilise. Ensuite on

augmente le courant graduellement jusqu'à 275 A. Cette valeur de courant assure la température d'évaporation de Fe et de Ni. Quand la pression de travail atteinte est proche de  $4 \times 10^{-6}$  mbar, on ouvre le cache et on laisse les matériaux se déposer sur le substrat pendant la durée désirée. La vitesse moyenne de dépôt est 2 Å/s. À la fin de l'évaporation, on ferme le cache, on diminue le courant peu à peu jusqu'à l'annuler complètement et on isole l'enceinte.

La technique d'évaporation thermique sous vide nous a permis de produire des alliages de fer et de nickel sous forme de couches minces de faibles épaisseurs avec diverses teneurs en Fe, sur des substrats en Si monocristallin, à la température ambiante.



Figure II. 5. L'emplacement des différents substrats sur le porte-substrat.

#### 4. Formation d'une couche mince

Les différentes propriétés physiques ou chimiques d'une couche mince changent selon la méthode et les conditions d'élaboration de celle-ci. Le mécanisme de la formation d'une couche mince se fait en trois étapes : la nucléation, la coalescence et la croissance [11].

##### 4.1. La nucléation

La nucléation est un phénomène thermodynamique entre le substrat et les adsorbats et qui dépend de l'énergie cinétique des atomes à déposer venant de la source. Une partie des atomes va diffuser sur la surface de substrat pour former des atomes qui vont interagir entre eux pour former des germes. La deuxième partie des atomes ayant une énergie cinétique suffisante va s'éjecter du substrat (ré-évaporation). Une illustration est présentée sur la figure II. 6. Les germes formés à la surface du substrat vont continuer à croître pour former des îlots ou amas [11].

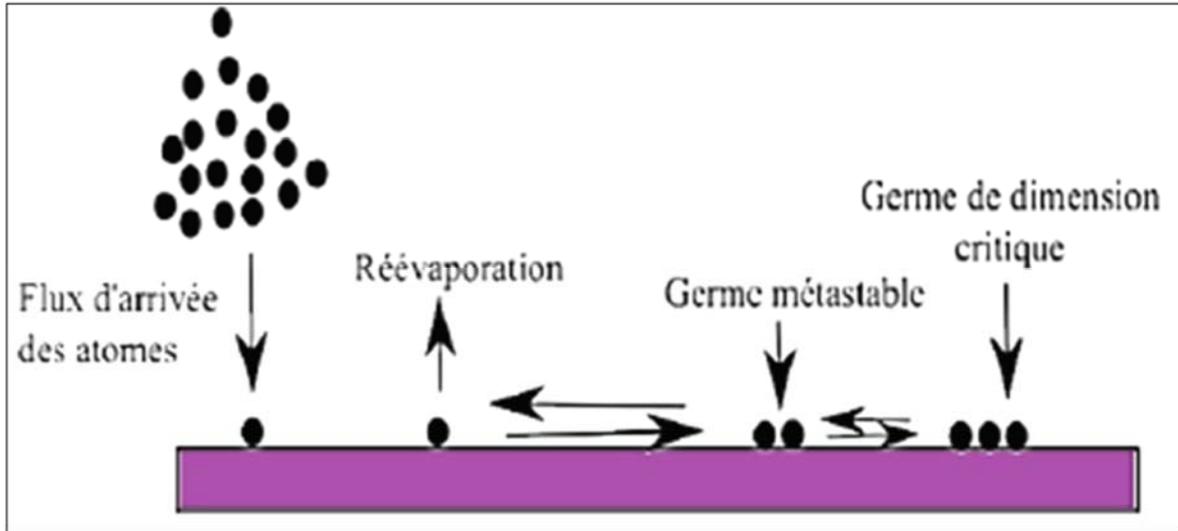


Figure II. 6. Mécanisme de nucléation des couches minces.

#### 4.2. La coalescence

Juste après la nucléation vient l'étape de la coalescence qui représente la possibilité de réunir les îlots formés à la surface du substrat par le phénomène de la nucléation en tenant compte d'un minimum d'énergie superficielle [12].

#### 4.3. La croissance

La croissance représente le grossissement cristallin des germes par addition de nombreux atomes de métal sur le substrat. Il existe trois modes fondamentaux pour former une couche mince selon le type de liaison dominant dans la croissance. Le mode de croissance d'îlots (3D) appelé aussi mode de Volmer-Weber, le mode de croissance couche par couche (2D) appelé mode de Frank-Van-Der Merwe et le mode mixte, 2D et 3D simultanément, appelé mode de Stranski-Krastanov [13,14]. Ces trois modes de croissance sont décrits sur la figure II.7.

##### ➤ *Mode de Volmer-Weber (3D)*

Ce mode de croissance a lieu lorsque l'énergie de liaison métal-substrat est faible devant l'énergie de liaison métal-métal. Les germes obtenus par la nucléation vont continuer à croître pour former une couche mince contenant des îlots en 3D.

##### ➤ *Mode de Frank-Van-Der Merwe (2D)*

Dans ce mode de croissance, l'énergie de liaison métal-substrat est plus forte devant l'énergie de liaison métal-métal. La croissance est bidimensionnelle et se fait couche par couche (2D).

➤ **Mode de Stranski-Krastanov**

Ce mode de croissance représente la combinaison entre les deux premiers modes, 2D et 3D. Le dépôt commence d'abord par la formation de quelques monocouches complètes en 2D, suivi par la croissance en mode 3D.

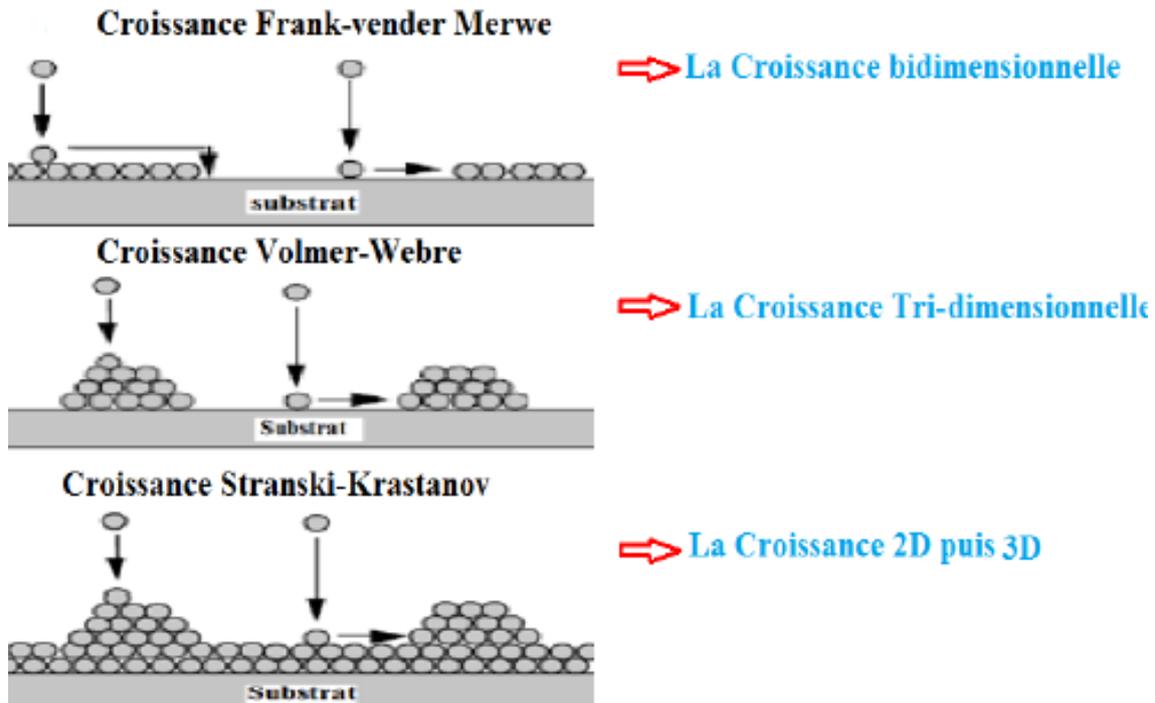


Figure II. 7. Les trois modes de croissance de couches minces.

## 5. Techniques de caractérisations

La caractérisation structurale, morphologique et magnétique des couches minces, nécessite de nombreuses techniques d'analyse. Pour cela, nous allons donner, dans ce qui suit, une brève description des techniques utilisées dans ce travail de thèse.

### 5.1. Spectroscopie par Rétrodiffusion de Rutherford (RBS)

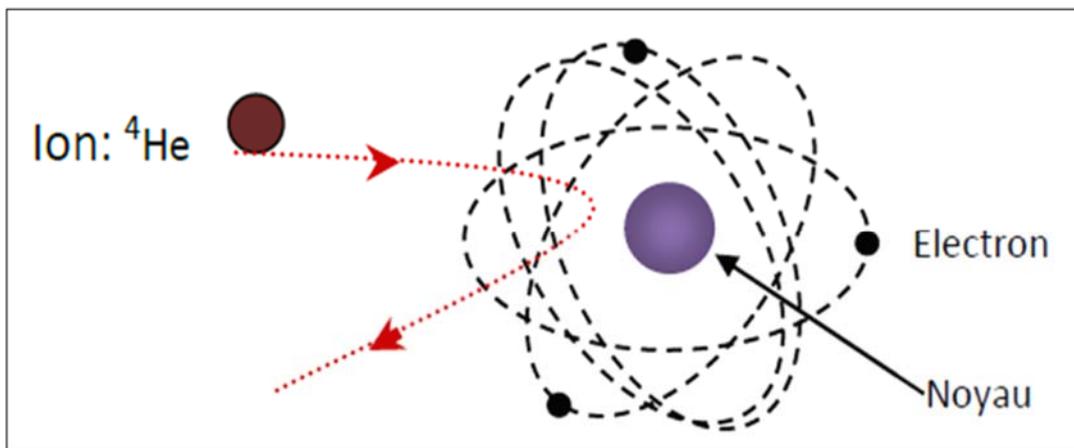
Les méthodes d'analyse par faisceaux d'ions, désignées fréquemment par l'acronyme *IBA pour Ion Beam Analysis*, constituent un ensemble de méthodes dérivées à partir des expériences de la physique nucléaire. Elles reposent sur l'interaction de nature atomique ou nucléaire entre des ions légers rapides ( $\sim$  MeV) produits par un accélérateur de particules et des atomes constituant le matériau à analyser. Les effets induits lors du passage de l'ion incident à travers la matière sont un ralentissement et une modification de sa trajectoire (rétrodiffusion) accompagnés de l'émission de rayonnements X,  $\gamma$  ou de particules corpusculaires légères constituant l'échantillon cible. La détection et l'analyse

spectroscopique de ces produits secondaires permettent d'avoir plusieurs informations sur le matériau bombardé telles que son épaisseur, sa stœchiométrie, l'identification des éléments présents en surface ou en profondeur et le dosage des constituants légers à l'état de traces [7]. Les principaux avantages de l'analyse par faisceaux d'ions sont le fait d'être non destructive pour la plupart des matériaux, peu sensible aux effets de matrice et quantitative absolue. Une de ces méthodes est la RBS (Rutherford Backscattering Spectroscopy). Elle permet dans notre étude de mesurer les épaisseurs et la composition (teneur en fer) de nos couches minces de  $Fe_xNi_{100-x}$ . Soulignons que ces deux paramètres sont un facteur important dans l'étude des propriétés physiques des couches minces. Les expériences de RBS ont été faites au niveau du CRNA à Alger (Centre de Recherche Nucléaire d'Alger).

### 5.1.1. Principe de la technique RBS

La spectroscopie par rétrodiffusion de Rutherford (RBS) est une méthode d'analyse largement utilisée en science des matériaux pour des analyses à la fois qualitative et quantitative de la composition du matériau solide avec une bonne résolution en profondeur et une excellente sensibilité de détection surtout pour les éléments lourds [15-16].

Le principe de cette technique repose sur la diffusion élastique des ions incidents ayant une énergie de quelques MeV due à l'interaction coulombienne entre les noyaux du projectile et des atomes cibles. Lors de l'interaction, l'ion incident est dévié de sa trajectoire ce qui diminue son énergie initiale  $E_0$ . Les ions rétrodiffusés seront, par la suite, détectés à l'aide d'un détecteur, typiquement un semi-conducteur à barrière de surface. Si les caractéristiques (masse, énergie, etc.) des particules incidentes sont connues, il est possible de déterminer la masse et donc la nature de chaque élément présent dans le matériau à analyser [17,18].

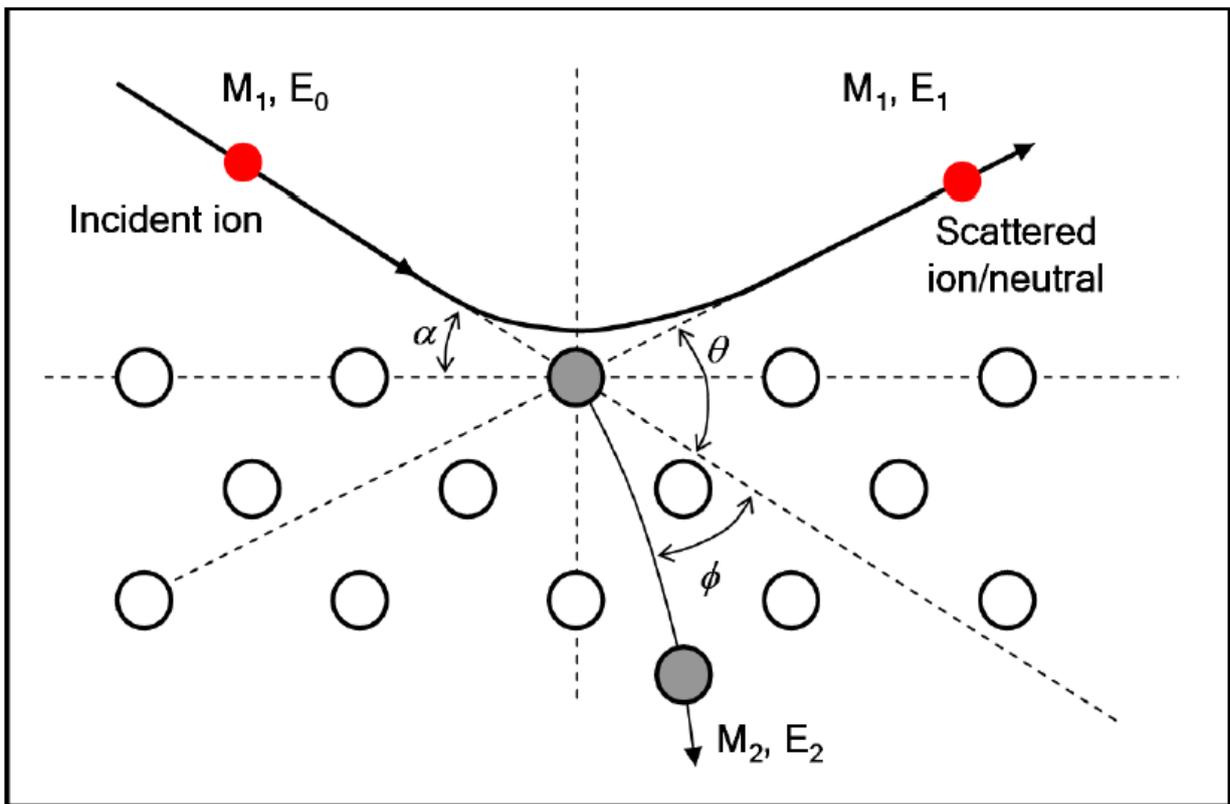


**Figure II. 8.** Schéma descriptif du principe physique de la méthode d'analyse RBS.

Le spectre RBS obtenu attribue, pour chaque élément, un pic dont l'aire est proportionnelle au nombre d'atomes par unité de surface. La largeur du pic qui représente la perte d'énergie de l'espèce incidente est proportionnelle à l'épaisseur de la couche mince analysée.

### 5.1.2. Cinématique de collisions

Soit une cible de masse atomique  $M_2$  et d'épaisseur  $X$  bombardée par un faisceau d'ions de masse atomique  $M_1$ , le plus souvent des particules monocinétiques alpha  $\text{He}^+$  dont l'énergie  $E_0$  est de l'ordre du MeV [19]. Les ions rétrodiffusés seront détectés à un angle  $\theta$  donné, choisi habituellement entre  $150^\circ$  et  $170^\circ$  par rapport à la direction initiale du faisceau incident.



**Figure II. 9.** Schéma descriptif de la cinématique de rétrodiffusion de la RBS.

Pour une collision élastique entre les noyaux du projectile et de l'atome cible  $M_1 \leq M_2$ , la relation de l'énergie de l'ion rétrodiffusé à la surface de la couche s'écrit selon le principe de conservation de l'énergie [20], soit :

$$E_1 = K_{cin} \times E_0 \quad (\text{II. 1})$$

Soit :

$$K_{cin} = \left( \frac{M_1 \cos \theta + \sqrt{M_2^2 - M_1^2 \sin^2 \theta}}{M_1 + M_2} \right)^2 \quad (\text{II. 3})$$

Où  $K_{cin} (< 1)$  est le facteur cinématique de rétrodiffusion qui dépend uniquement de l'angle de diffusion  $\theta$  et des masses atomiques  $M_1$  et  $M_2$  de l'ion incident et de la cible.

➤ **Section efficace de diffusion de Rutherford**

La section efficace ou la probabilité d'interaction d'une particule, est, par définition, la surface fictive des noyaux cibles vue par le faisceau incident (voir figure II. 10). Elle est habituellement exprimée en unité de barn ( $10^{-24} \text{ cm}^{-2}$ ) et qui correspond approximativement à l'ordre de grandeur de taille du noyau diffuseur [19-21].

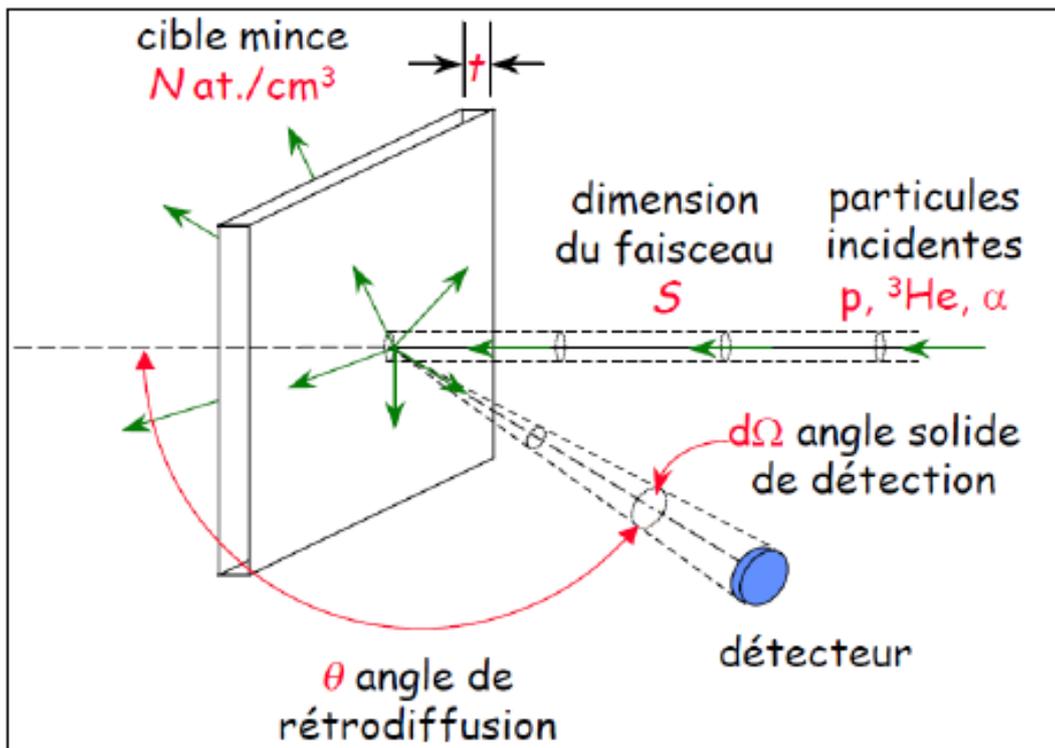


Figure II. 10. Schéma descriptif de la section efficace de Rutherford.

La probabilité de diffusion d'un ion incident sur surface est la section efficace différentielle de diffusion ( $d\sigma/d\Omega$ ) de Rutherford donnée par la relation suivante :

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \left( \frac{Z_1 Z_2 e^2}{2E} \right) \frac{1}{(\sin \theta)^4} \frac{(\cos \theta + \sqrt{1 - A^2 \sin^2 \theta})^2}{\sqrt{1 - A^2 \sin^2 \theta}} \quad \text{Eq II. 3}$$

Où  $A = M_1/M_2$  est le rapport des masses et  $e$  la charge électrique élémentaire de l'électron ( $1.602 \times 10^{-19} \text{ C}$ ).

La section efficace de Rutherford dépend de la nature du noyau cible, de la particule incidente et de son énergie, de la particule éjectée et de l'angle de détection  $\theta$ . Pour  $M_2 \gg M_1$ , la

relation devient proportionnelle à  $1/(\sin \theta)^4$ , ce qui montre que la sensibilité de la méthode RBS est meilleure pour une cible lourde, puisque la section efficace est proportionnelle à  $Z_2$ .

➤ **Perte d'énergie et pouvoir d'arrêt des ions dans la matière**

Lors du passage d'un ion énergétique à travers la matière, il perd son énergie en interagissant avec les atomes cibles via deux types de processus :

- Des collisions élastiques avec les noyaux cibles (perte d'énergie nucléaire).
- Des collisions inélastiques avec les électrons cibles (perte d'énergie électronique).

Dans le domaine d'analyse par RBS où l'énergie des ions incidents est de l'ordre de 1 jusqu'à 3 MeV, la perte d'énergie est principalement due aux collisions inélastiques électroniques qui conduisent à l'excitation et à l'ionisation des atomes cibles du matériau à analyser [22]. Un ion incident rétrodiffusé sur un élément à une profondeur donnée de la cible va perdre plus d'énergie qu'un autre ion rétrodiffusé en surface de la couche à analyser. L'énergie de l'ion stockée dans l'échantillon cible est généralement exprimée en termes de la perte d'énergie moyenne par unité de parcours ( $dx$ ) qui définit le pouvoir d'arrêt ou la section efficace d'arrêt donnée par la relation suivante [23]:

$$S(E) = -\frac{1}{\rho_{at}} \frac{dE}{dx} \quad (\text{II. 4})$$

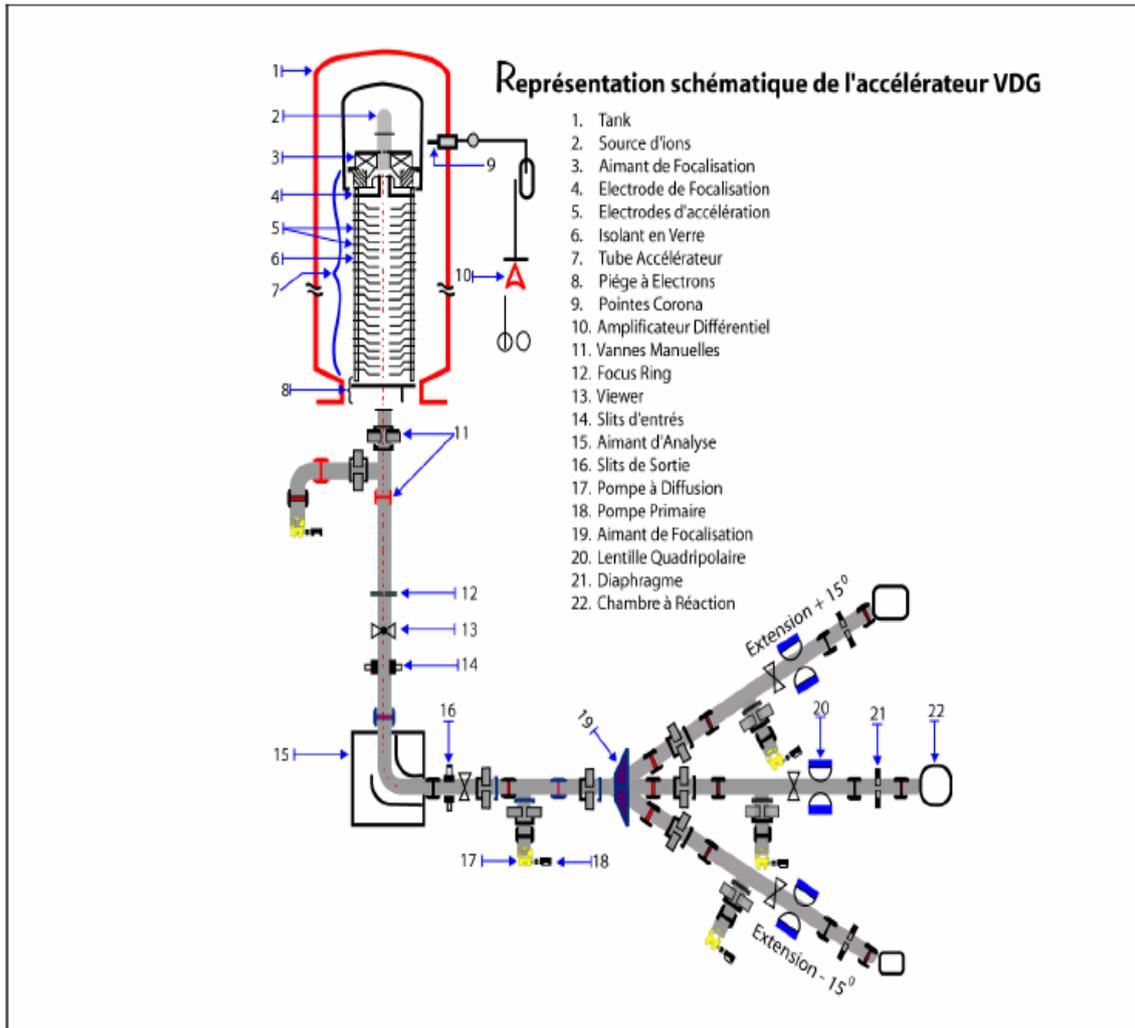
Où  $\rho_{at}$  est la densité atomique de la cible.

Le pouvoir d'arrêt dépend de la nature du projectile et de son énergie ainsi que de la nature des éléments constituant le matériau cible.

**5.1.3. Dispositif expérimental d'analyse**

Toutes les analyses par faisceaux d'ions RBS de nos échantillons ont été réalisées au Centre de Recherche Nucléaire d'Alger (C.R.N.A). Le dispositif expérimental (figure II. 11), contient principalement :

- L'accélérateur Van de Graaf V.D.G - 3.75 MeV avec trois extensions de ligne de faisceaux.
- La chambre à diffusion placée sur l'extension centrale de l'accélérateur V.D.G.
- Le système de détection composé d'un détecteur à semi-conducteur et de la chaîne électronique associée.



**Figure II. 11.** Représentation schématique de l'accélérateur Van de Graaf de 3.75 MV de C.N.R.A [24].

Le faisceau d'ions ( ${}^4\text{He}^{2+}$ ) pénètre verticalement sur la cible dans la chambre d'analyse avec une intensité variant de quelque  $n\text{A}$  à plusieurs  $\mu\text{A}$  et une précision de 0.3 % (figure II.12). L'énergie du faisceau des particules incidentes peut être déduite à partir d'une mesure précise du champ magnétique régnant dans l'entrefer de l'aimant d'analyseur. Les particules rétrodiffusées sont détectées par un détecteur de silicium à barrière de surface. Le signal fourni par le détecteur est traité par une chaîne électronique afin de collecter des données expérimentales.



**Figure II. 12.** Une vue intérieure de la chambre à réaction.

L'utilisation d'un logiciel de traitement est indispensable pour l'exploitation des données. Nous avons utilisé tout au long de ce travail le logiciel SIMNRA, qui est fonction de toutes les données expérimentales, des banques de données du facteur d'arrêt et des sections efficaces de rétrodiffusion et d'une cible virtuelle donnée par l'utilisateur. C'est à l'utilisateur de modifier la cible virtuelle jusqu'à ce que le spectre simulé corresponde le mieux possible au spectre expérimental.

Faisceau incident	${}^4\text{He}^{2+}$
Energie de faisceau incident	$E = 2 \text{ MeV}$
L'angle d'incidence	$\theta_i = 0^\circ$
L'angle de détection	$\theta_{\text{det}} = 165^\circ$
Distance détecteur-cible	$d = 12 \text{ cm}$
Résolution du détecteur	$\delta E_{\text{det}} = 20 \text{ keV}$
Intensité du courant	$I = 25\text{-}45 \text{ nA}$
Tension de polarisation du détecteur	$V_{\text{pol}} = 60 \text{ V}$
Vide à l'intérieur de la chambre d'analyse	$10^{-6} \text{ mbar}$

**Tableau II. 2.** Tableau récapitulatif des conditions expérimentales utilisées lors de l'analyse RBS.

## 5.2. La diffraction des rayons X (DRX)

L'état cristallisé est un état ordonné, autour de chaque atome ou molécule, les voisins sont disposés suivant un schéma rigoureux, constant dans tout le cristal. La représentation géométrique de ce schéma est l'objet de la cristallographie [25].

L'outil principal d'analyse des structures cristallines est la diffraction de rayonnements électromagnétiques (rayons X) ou d'ondes associées à des particules élémentaires

(principalement électrons et neutrons). Ces méthodes de diffraction ne donnent pas une image de la structure cristalline mais elles permettent de la reconstituer [26]. Cette partie est consacrée à la description de ces techniques et à leur mise en œuvre pour l'étude de la structure des matériaux métalliques élaborés.

La cristallographie aux rayons X, radiocristallographie ou diffractométrie de rayons X (DRX, on utilise souvent l'abréviation anglaise XRD pour X-ray diffraction) est une technique non destructive permettant d'obtenir des informations détaillées sur la composition, la structure cristallographique ainsi que la microstructure des matériaux. En effet, grâce aux développements des diffractomètres et à l'amélioration des méthodes d'analyse des profils de raies, la DRX se positionne, de nos jours, comme un outil puissant pour la détermination de la microstructure des matériaux [27].

### 5.2.1. Principe de la technique

La DRX consiste à envoyer, avec un angle d'incidence  $\theta$ , un faisceau monochromatique de rayons X de longueur d'onde  $\lambda$  (du même ordre de grandeur que les distances interatomiques), focalisé sur le matériau cristallin à analyser (figure II. 13). Lorsque les rayons X entrent en contact avec la matière, plusieurs phénomènes peuvent se produire :

- L'absorption (transformation de l'énergie absorbée en chaleur par la vibration du réseau).
- La transmission, fraction des rayons X qui n'interagit pas avec l'échantillon (utilisée en imagerie).
- La fluorescence, émission d'un rayonnement X secondaire lors de l'excitation du matériau par le rayonnement X incident, utilisée pour déterminer la composition chimique des matériaux.
- La diffusion, phénomène consistant en un changement de direction d'une particule ou en l'émission d'un photon à la suite d'une collision avec un électron d'une orbitale atomique ; cette diffusion peut impliquer ou non un changement d'énergie. S'il n'y a pas de changement d'énergie, on parle de diffusion élastique (ou diffusion Rayleigh), dans le cas contraire, on parlera de diffusion inélastique (ou diffusion Compton).

Seuls les rayons diffusés par des plans successifs ont une interférence constructive, l'intensité présentant donc des maxima dans certaines directions ; on parlera de phénomène de « diffraction ». On enregistre l'intensité détectée en fonction de l'angle de déviation  $2\theta$  du faisceau ; la courbe obtenue s'appelle diffractogramme [28].

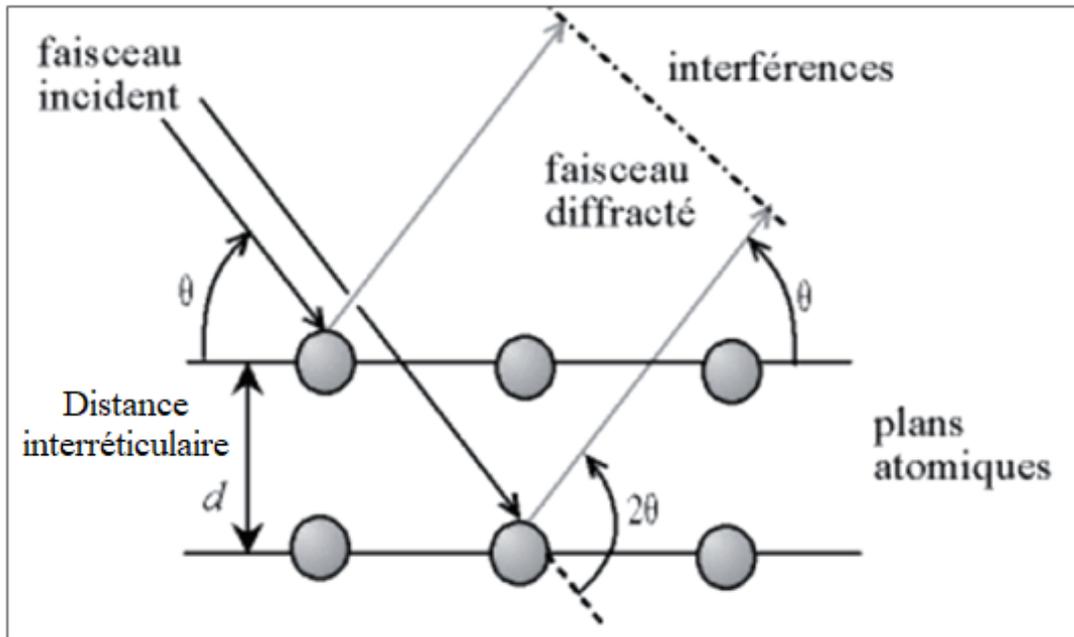


Figure II. 13. Principe de diffraction des rayons X.

Les directions dans lesquelles les interférences sont constructives, appelées pics de diffraction, peuvent être déterminées par la loi de Bragg [25] :

$$2d_{hkl} \sin \theta = n \lambda \quad (\text{II. 5})$$

Et le paramètre de maille  $a$  :

$$a = d_{hkl} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad (\text{II. 6})$$

- $d$  est la distance interréticulaire, c'est-à-dire la distance entre deux plans cristallographiques (hkl).
- $\theta$  est l'angle d'incidence des rayons X.
- $n$  est l'ordre de réflexion (nombre entier).
- $\lambda$  est la longueur d'onde des rayons X.

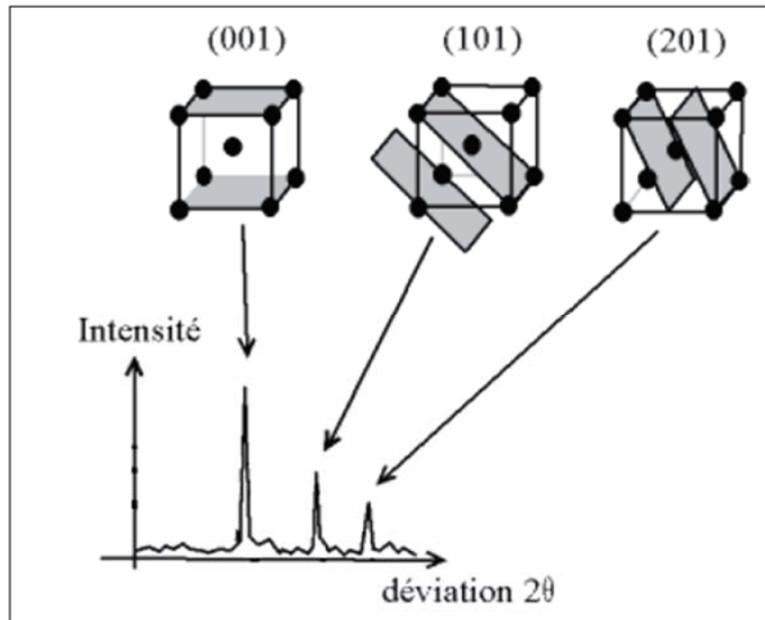
La relation de Bragg est vérifiée seulement si  $\lambda \leq 2d_{hkl}$ .

Dans un même composé, plusieurs familles de plan peuvent être présentes, c'est pour cette raison qu'un balayage angulaire assez large est effectué. La variation de l'angle permet de déterminer les angles pour lesquels  $n$  est entier dans l'équation de Bragg. L'angle étant ainsi connu et la longueur d'onde étant prédéterminée et constante, il est alors possible de déterminer la distance réticulaire.

Le spectre de diffraction est spécifique et unique à une seule phase, même si des phases ont la même composition chimique. La position des pics ainsi que leurs intensités relatives servent à

des comparaisons dans des bases de données menant ainsi à l'identification des phases présentes (figure II.14).

La première étape consiste à chercher des spectres compatibles dans des bases de données (Fiche JCPDS). Une comparaison est ensuite faite entre les résultats expérimentaux et le spectre de référence. La dernière étape consiste en l'identification des phases en acceptant ou non la comparaison.



**Figure II. 14.** Exemple d'une l'identification des phases présentes pour un diffractogramme expérimental.

Actuellement, il existe plusieurs méthodes d'analyse des profils de raies de diffraction des rayons X. Parmi les méthodes les plus utilisées, on cite la méthode de Scherrer-Wilson, cette méthode, incorporée actuellement dans un logiciel d'ajustement des spectres de diffraction X, basées sur des fonctions mathématiques (Lorentzienne, Gaussienne, ...) pour bien décrire le profil des raies de diffraction X et faire une analyse qualitative et quantitative d'un matériau donné. Parmi les logiciels les plus utilisés, on cite le HighScore Plus [29].

Au fil du temps, différentes méthodes ont été développées pour étudier la diffraction des rayons X sur les cristaux. Aujourd'hui, des diffractomètres automatiques sont généralement utilisés car l'usage en est plus simple ; différents montages sont disponibles, le plus commun étant le montage Bragg-Brentano :

- Type  $\theta$ - $\theta$ , où le tube et le détecteur se déplacent simultanément selon un angle  $\theta$ , l'échantillon restant fixe.

- Type  $\theta$ - $2\theta$ , où le tube reste fixe, l'échantillon et le détecteur se déplaçant respectivement d'un angle  $\theta$  et d'un angle  $2\theta$  (figure II.15).

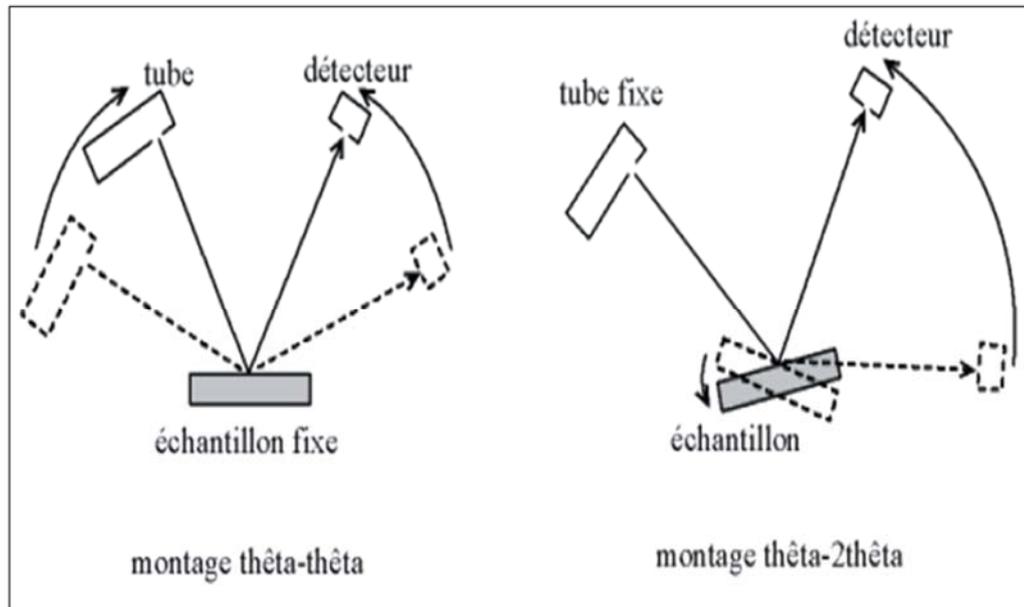


Figure II. 15. Modèles de fonctionnement des diffractomètres.

### 5.2.2. Quelques définitions

#### ➤ Le fond continu

Le bruit de fond ou le fond continu des diagrammes de diffraction est la somme de deux contributions, la contribution de l'échantillon et la contribution instrumentale, l'origine de ces deux contributions est multiple. En effet, le fond instrumental provient du rayonnement utilisé (résidus d'autres longueurs d'ondes) du diffractomètre ou de l'environnement d'échantillon (diffusion d'air ou raies de diffractions parasites).

Le fond continu peut indiquer la présence de composantes amorphes dans la cible étudiée. Il peut aussi être le résultat de certaines interactions (fluorescence X, diffusion Compton...).

#### ➤ Le profil des raies

La distribution d'intensités autour de la position de diffraction définit, comme nous l'avons dit, un pic de diffraction. Cette distribution dépend de la résolution instrumentale du diffractomètre et de la microstructure du composé à étudier [30-31]. La courbe correspondant à un pic est appelée profil de raie. Chaque profil de raie de diffraction peut être défini par les paramètres de position, le paramètre de dispersion, la surface du pic et le paramètre de forme, ce dernier étant défini seulement dans le cas d'un profil du type Voigt [32].

#### ➤ Position définie par le maximum d'intensité

La position  $2\theta$  maximale est l'angle  $2\theta$  pour lequel l'intensité est maximale dans chaque pic du diffractogramme.

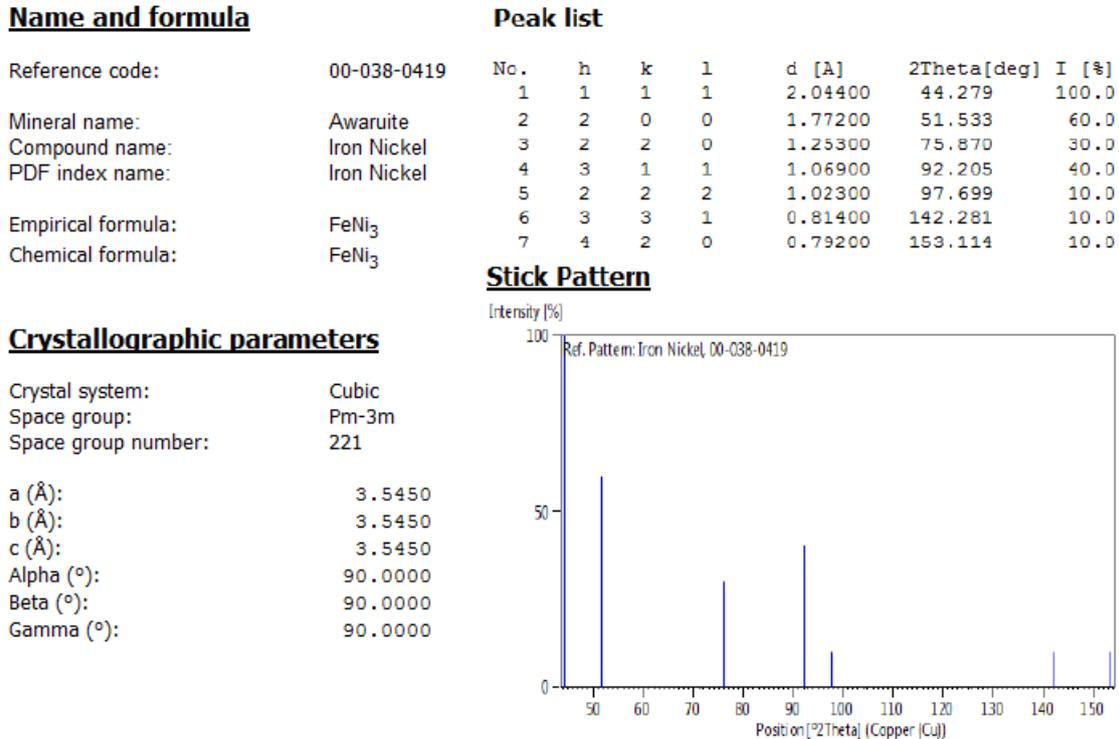
➤ **Largeur à mi-hauteur (FWHM)**

La largeur à mi-hauteur notée  $2\omega$  ou plus souvent FWHM (*Full Width at Half Maximum*) est une distance angulaire entre deux points pour lesquels l'intensité vaut la moitié de l'intensité maximale. La droite horizontale passant par la moitié de l'intensité maximale coupe le profil en deux points d'angles respectifs  $2\theta_1$  et  $2\theta_2$  et on a [33] :

$$FWHM = \Delta(2\theta) = 2\omega = 2\theta_2 - 2\theta_1 \quad (\text{II. 7})$$

**5.2.3. Recherche et sélection de phases**

Si l'on prend une phase pure, alors le diffractogramme (courbe  $I = f(2\theta)$ ) est toujours le même, il s'agit donc d'une véritable signature de la phase. Une base de données dite ICDD (International Centre for Diffraction Data) regroupe des phases (produits chimiques artificiels ou naturels cristallisés) en fiches, et permet le dépouillement des diagrammes de diffraction de rayons X. Ces fiches (voir la figure II. 16), indiquent plusieurs informations structurales [28].



**Figure II. 16.** Fiche JCPDS de la phase FeNi<sub>3</sub> [34].

La recherche de phases nécessite fréquemment une connaissance a priori de l'échantillon comme la composition élémentaire, phases attendues, domaine d'application (par

exemple : géologie, cimenterie, métallurgie...). Le logiciel informatique (HighScore Plus) extrait quelques dizaines de fiches parmi plus de cent mille, aidant l'utilisateur à choisir celles qui correspondent le mieux à la problématique, c'est-à-dire dont la signature colle au diffractogramme et qui sont cohérentes avec la nature supposée de l'échantillon.

L'identification des phases peut être compliquée en raison du possible décalage de pics, de variation des hauteurs relatives, de la faible quantité de certaines phases, de possibles superpositions de pics et de signatures semblables (isotypes).

L'analyse des phases d'un échantillon repose donc sur trois points importants :

- Une mesure de qualité (bonne préparation de l'échantillon, bons paramètres de mesure, appareil bien réglé) ;
- Une base de données adaptée au problème ("complète" dans le cas d'un échantillon totalement inconnu) et un algorithme de présélection performant ;
- La compétence et l'expérience de l'utilisateur pour le choix des phases.

La qualité du diffractogramme dépend, en plus du choix des paramètres opératoires d'acquisition tels que la gamme de balayage en  $2\theta$ , le pas de balayage  $\Delta(2\theta)$  et le temps de comptage par pas.

#### 5.2.4. Détermination de la taille des cristallites

Dans l'analyse de diffraction, la largeur des pics apporte des informations sur la structure du matériau étudié. On peut ainsi déterminer la taille des cristallites et les microcontraintes présentes dans le matériau. En général, la taille des cristallites est déterminée en mesurant la largeur à mi-hauteur du pic de Bragg et en utilisant la formule de Scherrer [29], en première approximation donnée ci-dessous. Cette formule montre que l'élargissement (caractérisé par la largeur intégrale) est inversement proportionnel à la dimension apparente des domaines de diffraction cohérente (D) :

$$D = \frac{K\lambda}{\Delta(2\theta) \cos \theta} \quad (\text{II. 8})$$

D : la taille des cristallites.

K : constante de Scherrer dont la valeur dépend de la forme des cristallites (généralement proche de 1).

$\lambda$  : la longueur d'onde.

$\Delta(2\theta)$  : largeur à mi-hauteur du pic de Bragg d'intensité maximale.

$\theta$  : position du pic.

La microcontrainte peut aussi être évaluée selon la relation de Stokes-Wilson [30] :

$$\varepsilon = \frac{\Delta d}{d} = \frac{\Delta(2\theta)}{4 \tan \theta} \quad (\text{II.9})$$

Les analyses de nos échantillons par la diffraction des rayons X ont été effectuées par un diffractomètre du type X'Pert Pro de Philips avec une géométrie Bragg-Brentano ( $\theta$ - $\theta$ ), au sein du Centre de Recherche Nucléaire d'Alger (CRNA) représentée sur la figure II.17.



**Figure II. 17.** Photo du Diffractomètre X' Pert Pro de Philips du CRNA.

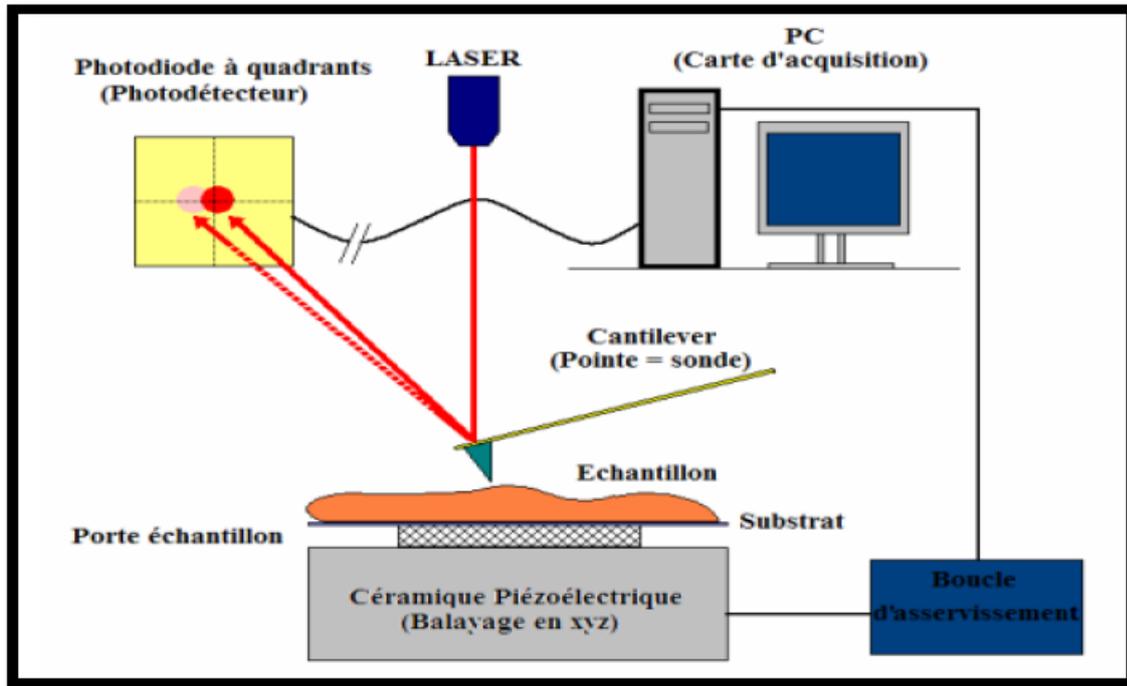
Les RX sont produits par une anticathode en cuivre ( $\lambda = 1.540598 \text{ \AA}$ ). Le diffractomètre fonctionnant à température ambiante avec une tension d'accélération de 45 kV et un courant de 40 mA. Les spectres de diffraction des rayons X sont enregistrés dans la

plage d'angle  $2\theta$  allant de  $30^\circ$  à  $90^\circ$ , avec un pas de  $0,02^\circ$  et une durée de 3,6 secondes par pas.

### 5.3. Microscopie à Force Atomique (AFM)

La microscopie à force atomique (AFM) est une technique d'observation qui permet de visualiser de manière quantitative la surface des couches superficielles de  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}$ . C'est-à-dire que l'on peut obtenir la valeur moyenne RMS (Root Mean Square) de la rugosité de surface de ces couches. Cette valeur RMS est en fait la moyenne géométrique des hauteurs de tous les points de la surface balayée par le microscope.

Le microscope AFM permet de caractériser l'état de surface d'un échantillon à l'échelle nanométrique. Le principe du microscope AFM repose sur la mesure des forces atomiques qui s'exercent entre une pointe d'un levier et la surface de l'échantillon. Ces forces sont très faibles, de  $10^{-12}$  à  $10^{-6}$  N selon les cas, et elles sont de différentes natures : Van der Waals, coulombiennes et autres. Quand le système enregistre un changement dans la force entre la pointe et la surface, une tension est appliquée sur une céramique piézoélectrique, située sous l'échantillon, pour conserver une force constante et mesurer ainsi la topographie de la surface. Son principe repose sur la mesure des interactions entre le matériau et une pointe microscopique. Un balayage de cette pointe permet alors de cartographier la surface du matériau étudié. Deux modes opératoires sont possibles : soit, la pointe est en contact avec la surface, soit la pointe est à une distance fixe du matériau. Le premier mode est caractérisé par une grande résolution, mais il est inadapté à l'étude de surfaces fragiles. Concernant le second mode, les interactions entre la pointe et la surface dépendent principalement de la nature du matériau et de la distance entre la surface de l'échantillon et l'extrémité de la pointe. On mesure alors les changements d'amplitudes de ces interactions. Ces mesures sont réalisées grâce à la déviation d'un faisceau laser lors de sa réflexion sur la pointe fixée à un bras, plus communément appelé « cantilever ». Une photodiode permet alors la mesure de la déviation. Le principe de la mesure est schématisé sur la figure II. 18.



**Figure II. 18.** Schéma de principe du microscope à force atomique.

Dans ce travail de thèse, l'état des surfaces des couches minces élaborées ont été observé par un microscope à force atomique au Laboratoire de Chimie, Ingénierie des Matériaux et Nanostructures (LCIMN) de l'Université Ferhat ABBAS Sétif1. Le microscope utilisé pour l'acquisition des images AFM en mode non contact, est de type (Asylum Research AFM MFP- 3D) opérant à l'air ambiant (figure II. 19).



**Figure II. 19.** Microscope à Force Atomique de (LCIMN), Université Ferhat ABBAS Sétif1.

#### 5.4. Le magnétomètre à échantillon vibrant (VSM)

La magnétométrie à échantillon vibrant -Vibrating Sample Magnetometry (VSM) en anglais- est une technique de caractérisation des propriétés magnétiques des couches minces permettant la mesure directe de l'aimantation de l'échantillon en fonction du champ magnétique appliqué. L'analyse magnétique dans cette étude a été réalisée à l'aide d'un magnétomètre à échantillon vibrant Microsense EZ7, à la température ambiante, en appliquant un champ magnétique extérieur jusqu'à 20 kOe, parallèle et perpendiculaire à l'échantillon, avec un pas qui varie de 5 à 1000 Oe pendant 15 minutes pour chaque échantillon (figure II. 20).



*Figure II. 20* Magnétomètre à échantillon vibrant (VSM).

Le principe de l'appareil permet de mesurer le flux  $F$  induit lorsqu'un échantillon magnétique mis en place verticalement au centre d'un bobinage (selon l'axe  $Z$ ) à une fréquence  $f$  et à une amplitude constante, en faisant vibrer cet échantillon lors de la mesure (figure II. 21). La

mesure consiste à détecter une tension induite  $e$  proportionnelle au moment magnétique du matériau, donnée par la relation suivante [31] :

$$e = \frac{dF}{dt} = -\mu \frac{d\left(\frac{B}{I}\right)}{dz} \frac{dz}{dt} \quad (\text{II. 10})$$

Le flux magnétique  $F$  est donné par le théorème suivant :

$$F = \frac{B}{I} \mu \quad (\text{II. 11})$$

Où  $B$  représente le champ magnétique produit par un courant électrique  $I$  qui circule dans les bobines,  $\mu$  est le moment magnétique de l'échantillon.

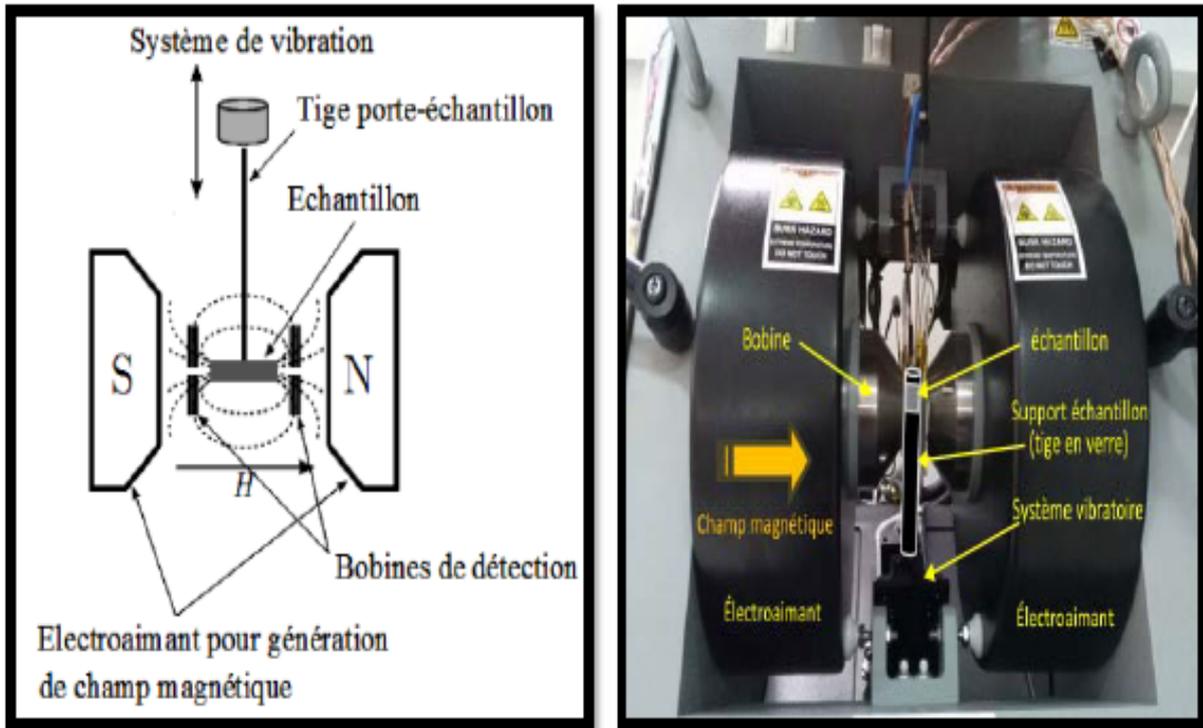


Figure II. 21. Schéma de principe d'un magnétomètre à échantillon vibrant (VSM).

Nous distinguons deux types de configuration de mesure dans le magnétomètre à échantillon vibrant (figure II. 22), selon l'application du champ magnétique extérieur. Ce dernier peut être appliqué dans le plan du film selon une configuration longitudinale, où perpendiculairement au plan du film selon une configuration perpendiculaire dite polaire.

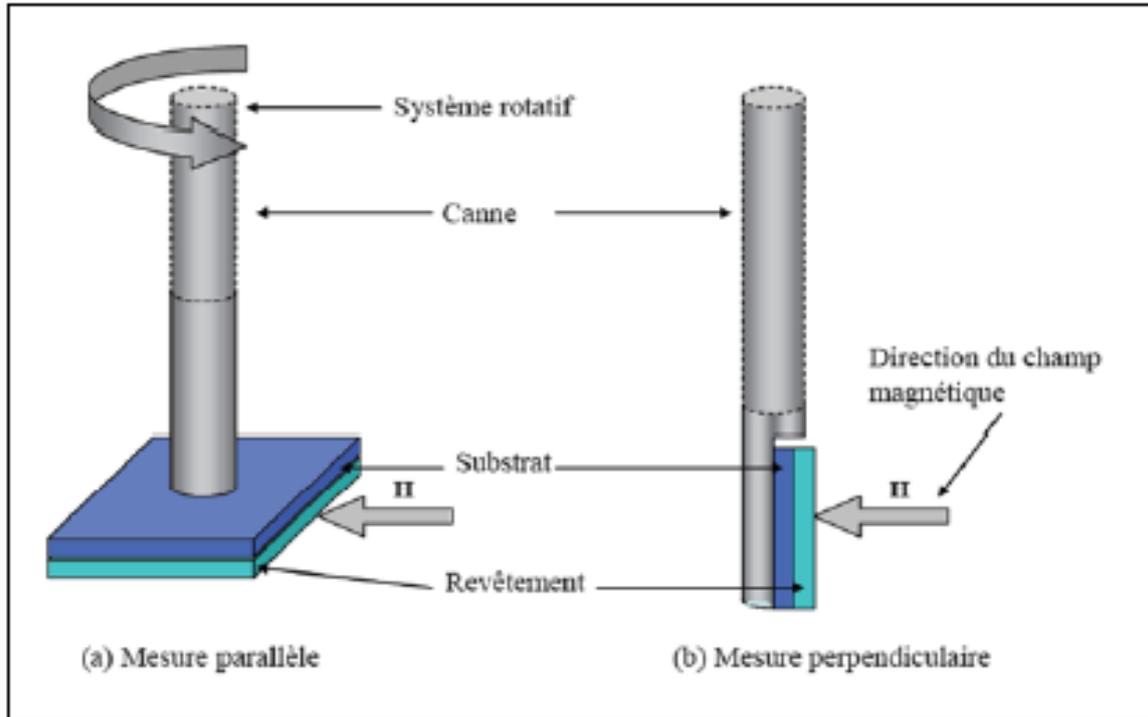


Figure II. 22. Les types de configurations de mesure par un VSM.

### 5.5. Caractérisation électrique par effet Hall (HMS)

Ce qu'on appelle *Effet Hall* est l'apparition d'une différence de potentiel et d'un champ électrique transversal dans un conducteur, lorsque celui-ci est parcouru par un courant électrique et plongé dans une induction magnétique perpendiculaire  $B$  à la direction de ce courant. Cette méthode permet de mesurer directement toutes les propriétés électriques telles que la concentration des porteurs de charges ( $N_H$ ), le type de conduction, la mobilité ( $\mu_H$ ), la résistivité ( $\rho$ ), la magnétorésistance ( $\Delta R$ ) et le coefficient de Hall ( $R_H$ ). La force de Lorentz est le principe physique de base de l'effet Hall. Lorsqu'un courant électrique ( $I$ ) traverse une plaque de semi-conducteur suivant l'axe  $x$ , et si elle est soumise à un champ magnétique ( $B$ ) perpendiculaire au courant électrique selon l'axe  $Z$  comme il est reporté dans la figure II. 23, les électrons subissant la force de Lorentz perpendiculaire au plan formé par leurs trajectoires, s'écartent de la ligne de courant, selon la direction  $y$ . Cette dérive des électrons provoque un excès de charges sur le côté de l'échantillon, induisant une chute de potentiel entre les deux côtés de l'échantillon. Cette chute de potentiel est appelée la tension de Hall ( $V_H$ ), et son amplitude est donnée par l'équation suivante [32] :

$$V_H = \frac{IB}{qN_H d} \quad (\text{II. 12})$$

Où  $N_H$  est la concentration des porteurs de charges,  $q$  la charge de l'électron et  $d$ , l'épaisseur de l'échantillon.

D'autre part, la résistivité  $\rho$  est évaluée par l'équation suivante [33] :

$$\rho = \frac{1}{q\mu_H N_H} \quad (\text{II. 13})$$

Où  $\mu_H$  est la mobilité des porteurs de charges.

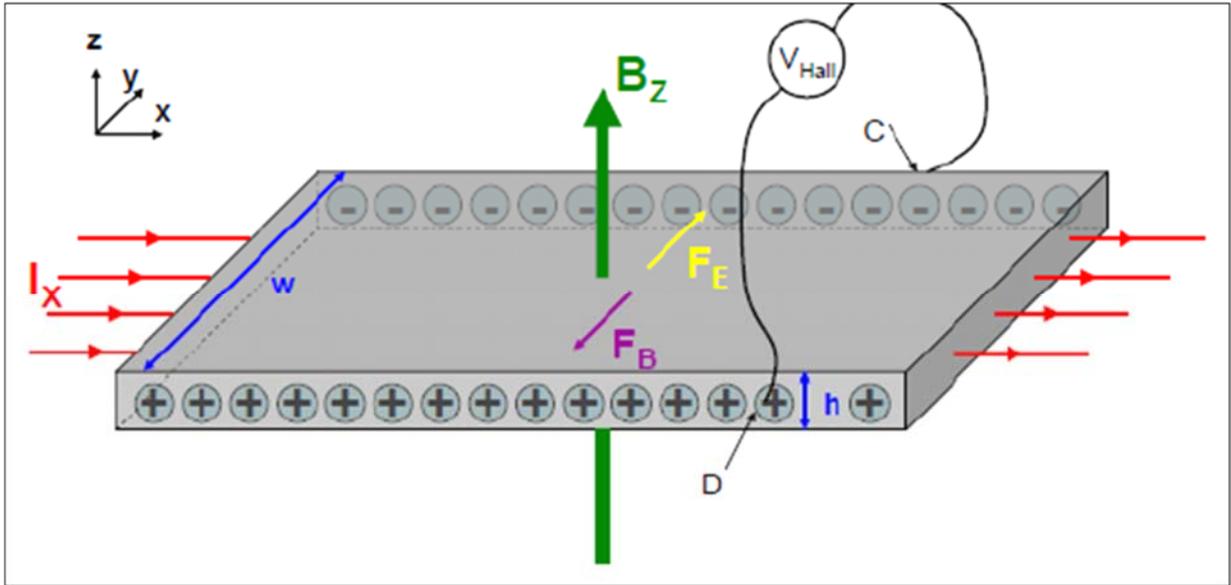


Figure II. 23. Schéma de principe de l'effet Hall.

Ce système se base sur la méthode de Van der Pauw. On fait passer un courant  $I_{12}$  qui est injecté entre deux points consécutifs (1, 2) (figure II. 24) et on mesure la tension  $V_{43}$  entre les deux autres points (3, 4). La résistance carrée est donnée par [34] :

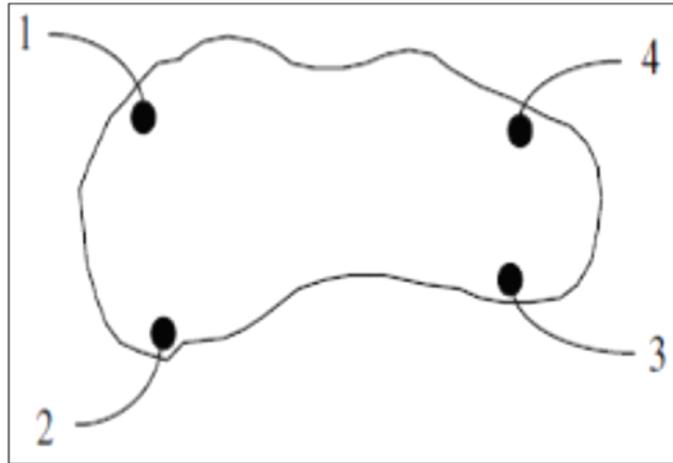
$$R_{\square} = \frac{\pi}{\ln(2)} \frac{(R_{12,34} + R_{23,41})}{2} F \quad (\text{II. 14})$$

Avec  $R_{12,34} = V_{34} / I_{12}$  ;  $R_{23,41} = V_{41} / I_{23}$  et  $F$  est un facteur correctif compris entre 0 et 1.

La résistivité  $\rho$  est déterminé par la relation suivante :

$$\rho = R_{\square} \times t \quad (\text{II. 15})$$

Où  $t$  représente l'épaisseur de la couche mince.



**Figure II. 24.** Schéma de principe de la méthode Van der Pauw.

L'appareil de mesure utilisé pour la caractérisation électrique des films  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}$  est le système HMS 3000 d'ECOPIA (figure II. 25) où nous avons utilisé un champ magnétique  $B = 0,58 \text{ T}$  et un courant électrique  $I = 1 \text{ mA}$ . L'appareil, propriété du laboratoire LESIMS de l'Université Sétif 1 Ferhat ABBAS, est situé au 2<sup>ème</sup> étage du bloc de recherche sis au campus Maâbouda.



**Figure II. 25.** Dispositif des mesures électriques par effet Hall HMS 3000.

## Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons donné un aperçu global sur la plupart des techniques expérimentales, physiques et chimiques, d'élaboration des couches minces. Des détails exhaustifs ont été présentés concernant la technique de dépôt d'évaporation sous vide par effet Joule, utilisée pour l'élaboration de nos couches minces  $Fe_xNi_{100-x}$  déposées sur des substrats en silicium monocristallin Si (111). Comme nous avons également présenté l'ensemble des techniques que nous avons exploitées pour les caractérisations structurales, électriques et magnétiques.

## Références

- [1] A. Richard et I. Richard, *Les évaporations sous vide*, Paris, 2000.
- [2] Kasturi L. CHOPRA, *Thin Film Phenomena*, M.G.H.Company, New York, 1975.
- [3] L. Bahadur, M. Hamdani, J. F. Koenig and P. Chartier, *Solar Energy Materials* 14 (1986) 107-120.
- [4] Chris Eberspacher, A.L. Fahrenbruch, R.H.Bube, *Properties of ZnO films deposited onto InP by spray pyrolysis*, *Thin Solid Films* 136 (1986) 1-10.
- [5] H.H. Gatzert, *Micro and Nano Fabrication*, Springer, 2015.
- [6] K. Wasa, M. Kitabatake, H. Adachi, *Thin film materials technology sputtering of compound materials*, William Andrew, Inc, 2004.
- [7] J.P. Eberhart, *Analyse Structurale et Chimiques des Matériaux*, Bordas, Paris, 1989.
- [8] H.H. Gatzert, *Micro and Nano Fabrication*, Springer, 2015.
- [9] J.J. Bessot, S. Audisio, G. Couderchon, G. Béeranger, J-F.Tiers, F. Dffaut, *Technique de l'ingénieur* (M1655, M1657, M1660).
- [10] M. Ohring, *The materials science of thin films*, Academic press, San Diego (N.Y), 1992.
- [11] Milton Ohring, *The materials science of thin films*, Academic press, 1992.
- [12] A. Marty et S. Andrieu, *Croissance et structure des couches minces*, *Journal de physique* 06 (1996) C7.3 - C7.11.
- [13] A. Melloul, *Élaboration de couches minces ferromagnétiques de  $Co_xFe_{100-x}$  et investigations de leurs propriétés physiques*, Thèse de Doctorat de l'Université Ferhat Abbas Sétif1, 2019.
- [14] H-R. Verma, *"Atomic and nuclear analytical methods"*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg (2007).
- [15] H. Bubert and H. Jenett, *Surface and Thin Film Analysis*, Wiley-VCH 2002.

- [16] W.K. Chu, J.W. Mayer and M.A. Nicolet, *Backscattering Spectroscopy*, Academic press (1978).
- [17] L. Lopez, *Fondements de la physique atomique*, Ed. Hermann Paris (1968) p129.
- [18] H-R. Verma, *Atomic and nuclear analytical methods*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg (2007).
- [19] H.R. Verma, *Atomic and Nuclear Analytical Methods*, Springer (2007).
- [20] J. M. Poate, K. N. Tu and J. W. Mayer, *Thin Films-Interdiffusion and Reactions*, John Wiley & Sons 1978.
- [21] M. Nastasi, J.W. Mayer, Y. Wang, *Ion Beam Analysis Fundamentals and Applications*, CRC Press, New York, 2014.
- [22] N. Motta et N. E. Christensen, *Phase diagram of the  $Fe_{1-x}Co_xSi_2$  alloy in the fluorite form*, Phys. Rev. B 43 (1991) 4902.
- [23] C. KITTEL, *Introduction à la physique de l'état solide*, Dunod (1970).
- [24] A. GUINIER, *La structure de la matière, du ciel bleu à la matière plastique*. 288 p., Éditions Hachette - CNRS (1980).
- [25] L. E. Alexander, *Geometrical Factors Affecting the Contours of X-Ray Spectrometer Maxima. II. Factors Causing Broadening*, J.Appl. Phys. 21 (1950) 126.
- [26] L. E. Alexander, H. P. Kluy, "X. R. Diffraction procédures", 2nd Ed. New York, (1974).
- [27] J. I. Langford, D. Louer, *Powder diffraction*, Reports on Progress in Physics 59 (1996) 131-234.
- [28] N. Guechi, A. Bourzami, A. Guittoum, A. Kharmouche, S. Colis, N. Meni, *Structural, magnetic and electrical properties of  $Fe_xNi_{100-x}/Si(100)$  films*, Physica B 441 (2014) 47–53.
- [29] R.J. Wakelin, E.L. Yates, Proc. Phys. Soc., London, Sect. B B66 (1953) 221. ICOD card number 03-065-3244.
- [30] R.E. Smallman, R. J. Bishop, *Modern Physical Metallurgy and Materials Engineering*, Elsevier Science Ltd, 1999.
- [31] A. Bourezg, *Propriétés physiques de couches minces de  $Co_{100-x}Pd_x$  élaborées sous vide par évaporation thermique*, Thèse de Doctorat de l'Université Ferhat Abbas Sétif1, 2018.
- [32] G. Kaur, A. Mitra, K. L. Yadav, *Influence of oxygen pressure on the growth and physical properties of pulsed laser deposited  $Cu_2O$  thin films*, J. Mater. Sci: Mater. Electron, 26 (2015) 9689-9699.

- [33] A. J. Bard, R. Faulkner, *Electrochemical Methods: Fundamentals and Applications*, Wiley, New York, (1980).
- [34] D. K, Schroder, *Semiconductor material and device characterization*, by John Wiley and Sons, Inc (2006).

# *Chapitre 3*

## *Propriétés structurales*

## 1. Introduction

Les propriétés physiques d'un alliage dépendent étroitement de la composition de ses constituants et de l'épaisseur du film. Pour mieux comprendre ces propriétés, il est indispensable de faire, au préalable, une étude structurale et morphologique approfondie de ces couches minces avant d'étudier les propriétés magnétiques et électriques. Cette étude comprend une gamme de paramètres tels que la composition, l'épaisseur, la texture cristalline, le paramètre de maille, la taille des grains, la microdéformation, la rugosité des surfaces....

Dans ce chapitre, nous allons présenter les résultats structuraux et morphologiques obtenus dans le cadre de cette thèse, partant de l'élaboration des couches minces de  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}$  déposées sur un substrat en silicium orienté (111).

Dans une première partie, nous présenterons une caractérisation physico-chimique des couches minces par la technique de rétrodiffusion de Rutherford (RBS). Cette technique nous permet de déterminer l'épaisseur et la composition des couches minces avec une précision suffisante.

Dans la deuxième partie de ce chapitre, nous aborderons l'étude de la structure cristalline de nos couches minces par la méthode de la diffraction des rayons X (DRX). Cette technique permet de déterminer les différentes informations sur la structure cristalline de nos couches (la texture, le paramètre de maille et la taille moyenne des grains). Nous présenterons aussi les différents résultats obtenus, avec une étude détaillée du paramètre de maille et de la taille moyenne des grains en fonction de la teneur de fer. Nous terminerons chaque partie par une petite conclusion et une conclusion finale sur ce chapitre.

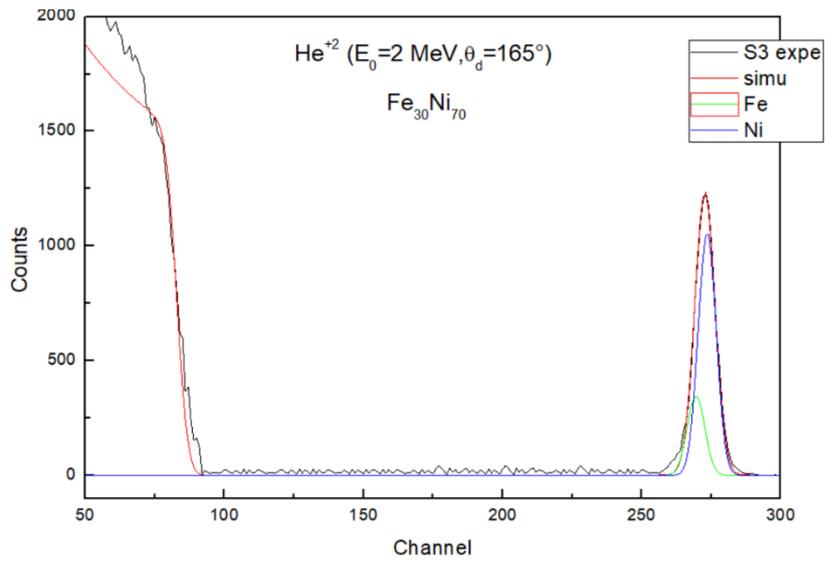
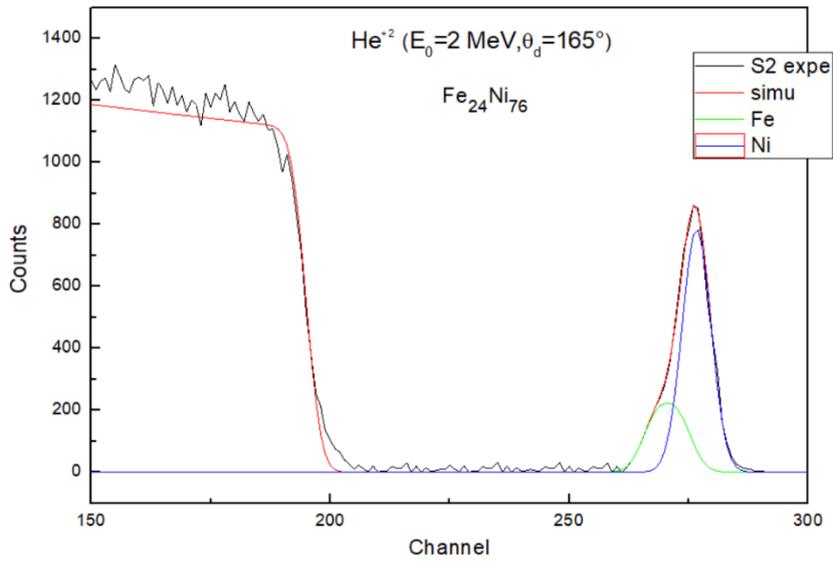
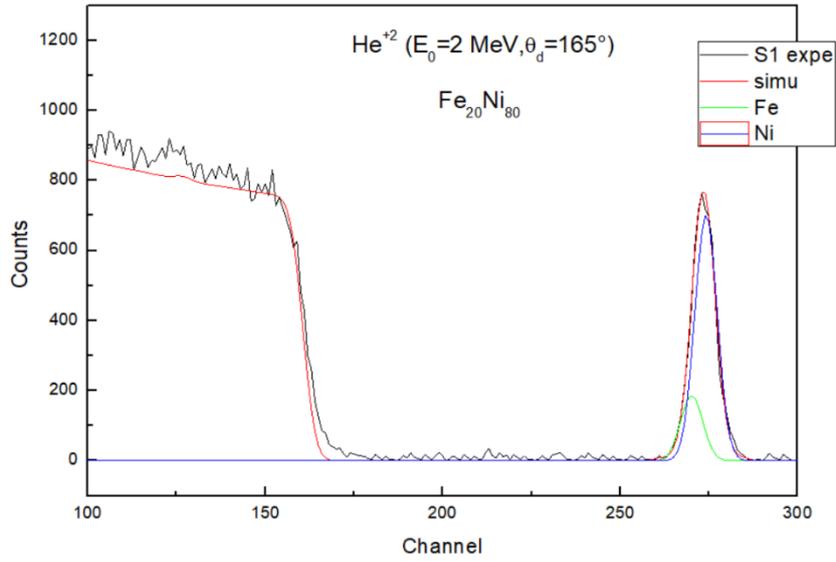
## 2. Procédures expérimentales

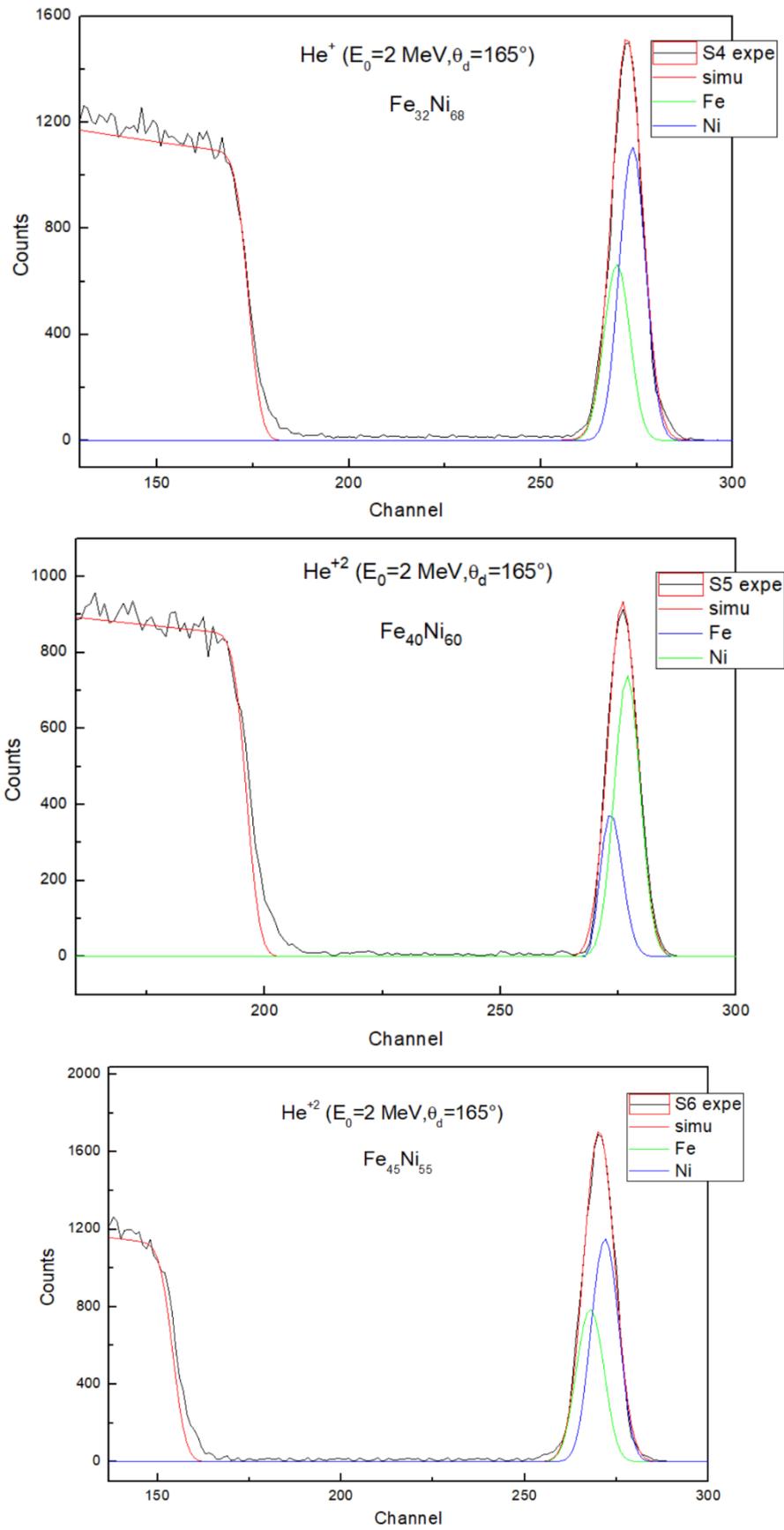
Une série de films minces  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}$  ( $20 < x < 45$ ) a été élaborée par coévaporation du fer et du nickel sur des substrats de  $1\text{cm}^2$  environ, en silicium monocristallin Si (111). Les nacelles sont en tungstène, ont une forme de calotte sphérique enrobée d'alumine. La pression de base était de  $10^{-7}$  mbar et la pression de travail a été maintenue, au cours de l'évaporation, proche de  $4 \times 10^{-6}$  mbar. La vitesse moyenne de dépôt était voisine de  $2 \text{ \AA/s}$ . La quantification des éléments présents dans chaque échantillon et la mesure des épaisseurs ainsi que l'interdiffusion atomique au niveau du substrat/interface de nos films ont été faites par la technique d'analyse de rétrodiffusion de Rutherford (RBS). Un faisceau monochromatique d'ions ( $\text{He}^{++}$ ) d'une énergie de 2 MeV et de section de  $1 \text{ mm}^2$  a été guidé sous une incidence

normale sur la cible. Celle-ci est placée au centre de la chambre à réaction. Les ions rétrodiffusés sont collectés avec un détecteur placé à 12 cm de l'échantillon suivant la direction de rétrodiffusion  $\theta = 165^\circ$ . La surface sensible du détecteur est égale à 25 mm<sup>2</sup> et il est caractérisé par une résolution de l'ordre de 20 keV. Les spectres RBS ont été dépouillés à l'aide du code SIMNRA qui contient la banque de données des pouvoirs d'arrêt et des sections efficaces. La structure cristalline et la microstructure ont été examinées par diffraction des rayons X produits par une anticathode en cuivre ( $\lambda = 1.54060 \text{ \AA}$ ), le diffractomètre fonctionnant à température ambiante avec une tension d'accélération de 45 kV et un courant de 40 mA. Les spectres de diffraction des rayons X sont enregistrés dans la plage d'angle  $2\theta$  allant de  $30^\circ$  à  $65^\circ$ , avec un pas de  $0,02^\circ$  et une durée de 3,6 secondes par pas. L'identification des phases cristallines et l'orientation des pics, ont été évaluées à l'aide du logiciel X'Pert High Score et aussi et par comparaison aux données des fiches ICDD (International Center for Diffraction Data). Tous les profils de diffraction ont été analysés avec le logiciel High Score. La topographie des surfaces des couches minces déposées a été observée à l'aide d'un microscope à force atomique (AFM) classique de marque MFP-3D travaillant en mode non contact (AC-MODE), à la température ambiante et avec une vitesse de balayage surfacique de 01 Hz.

### 3. Détermination de la composition chimique et mesure des épaisseurs

Les résultats des expériences d'analyse RBS nous ont permis de quantifier les éléments de composition et l'épaisseur de nos films. La figure III.1 représente les spectres d'énergie obtenus par la technique (RBS), des couches minces de  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}$  déposées sur Si. Tous les spectres RBS présentent la même forme. Les pics des couches minces sont nettement séparés du palier du substrat de silicium indiquant qu'il n'y a pas d'interdiffusion entre le substrat et la couche déposée dans le cadre de la sensibilité de la méthode. Le Tableau III. 1 représente les valeurs de la composition atomique des films extraits des spectres RBS expérimentaux simulés à l'aide d'un programme informatique, en l'occurrence le logiciel SIMNRA. Cependant, les résultats obtenus indiquent l'existence d'une contamination minimale ( $\leq 3 \%$ ) d'oxygène et de carbone due essentiellement de l'utilisation de la pompe à diffusion d'huile, et aussi l'oxydation (poudre ou substrat). Les épaisseurs des films ont été estimées égales à 45 nm.





**Figure III. 1.** Spectres RBS des films  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}/\text{Si}$  (111).

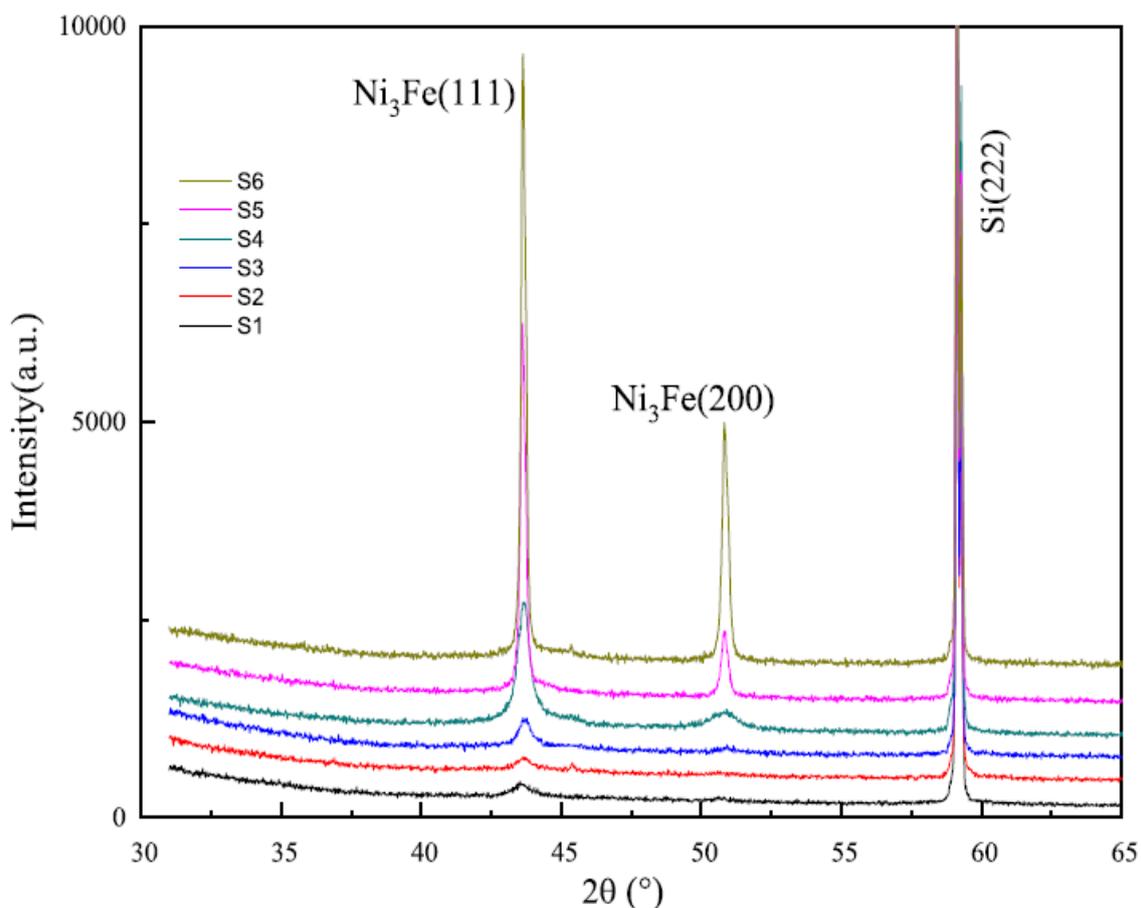
Echantillon	S1	S2	S3	S4	S5	S6
Composition	Fe (20,21%)	Fe (23,93%)	Fe (30,33%)	Fe (31,67%)	Fe (39,75%)	Fe (45,46%)
	Ni (79,79%)	Ni (76,07%)	Ni (69,67%)	Ni (68,33%)	Ni (60,25%)	Ni (54,54%)

**Tableau III. 1.** Composition atomique des couches minces  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}/\text{Si}$  (111) déduites des spectres de simulation RBS.

#### 4. Analyse structurale des couches minces de $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}$

Nous avons effectué des mesures de diffraction des rayons X sur des échantillons  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}$ , dans les conditions détaillées dans la section II. 2. L'analyse des spectres permet d'estimer la position et l'intensité des pics de Bragg, une fois l'impact de la contribution instrumentale et de la raie  $K\alpha_2$  débarrassé analytiquement. La figure III. 2 illustre les diagrammes de diffraction de nos films  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}$  pour les pourcentages  $x$  de fer suivants :  $x = 20, 24, 30, 32, 40$  et  $45 \%$ , dans l'angle de diffraction  $2\theta$  réduit de  $30$  à  $65^\circ$ .

Ensuite, on exploite les spectres expérimentaux pour obtenir l'identification et la cristallinité des phases  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}/\text{Si}$  (111), le paramètre de maille ainsi que la taille moyenne des cristallites et les contraintes auxquelles sont soumis les films minces. Pour cela, nous utilisons le logiciel X'Pert High Score Plus de Philips, le logiciel Origin 2019 d'OriginLab, et par composition des données des fiches ICDD (International Center for Diffraction Data) pour le dépouillement des spectres expérimentaux.



**Figure III. 2.** Spectres de diffraction des couches minces  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}/\text{Si}$  (111).

Les spectres  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}$  présentent des pics de haute intensité à  $2\theta = 43,76^\circ$  correspondant au plan de diffraction  $\text{FeNi}_3$  (111) avec une structure cubique face centrée (fcc) associée au groupe d'espace Pm-3m [1]. Par ailleurs, un deuxième pic bas et relativement large est observé à  $2\theta = 51,14^\circ$ , pour  $x$  supérieur à 30 %, et identifié comme diffractant du plan  $\text{FeNi}_3$ (200). Plus loin, on observe le pic de diffraction Si (222) de très forte intensité, lié au substrat de silicium et situé à  $2\theta = 59.15^\circ$ .

Ces résultats confirment que toutes les couches minces de  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}$  sont polycristallines, principalement de structure fcc, et selon le rapport de l'intensité intégrale de ces deux pics de diffraction ( $I_{111}/I_{200}$ ) la texture est  $\langle 111 \rangle$ .

De nombreux auteurs ont rapporté des résultats similaires, notamment pour un alliage électrodéposé sur un substrat de titane par S. Naiz et al. en 2021 [2], dans des films de FeNi pulvérisés au magnétron par A. V. Svalov et al. en 2015 [3] et dans des alliages synthétisés par co-précipitation, par M. Kishimoto et al. en 2022 [4].

#### 4.1. Paramètres de maille et microdéformation $\varepsilon$

Le paramètre de maille  $a$ , exprimé en Angstrom (Å), a été estimé à partir des mesures de la diffraction des rayons X. Il est calculé en utilisant la formule de Bragg (Eq III.1), qui relie l'angle  $\theta$ , la distance inter-réticulaire  $d_{hkl}$  et la longueur d'onde  $\lambda$  des rayons X :

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

Pour une structure cubique :

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

Où  $h$ ,  $k$  et  $l$  représentent les indices de Miller. La longueur d'onde  $\lambda_{\text{Cu}}$  utilisée est égale à 1,54060 Å.

On peut aussi évaluer la microcontrainte  $\varepsilon$  ou le stress mécanique exercée sur les films, selon la relation

$$\varepsilon = \frac{a - a_0}{a_0} \quad (\text{III.3})$$

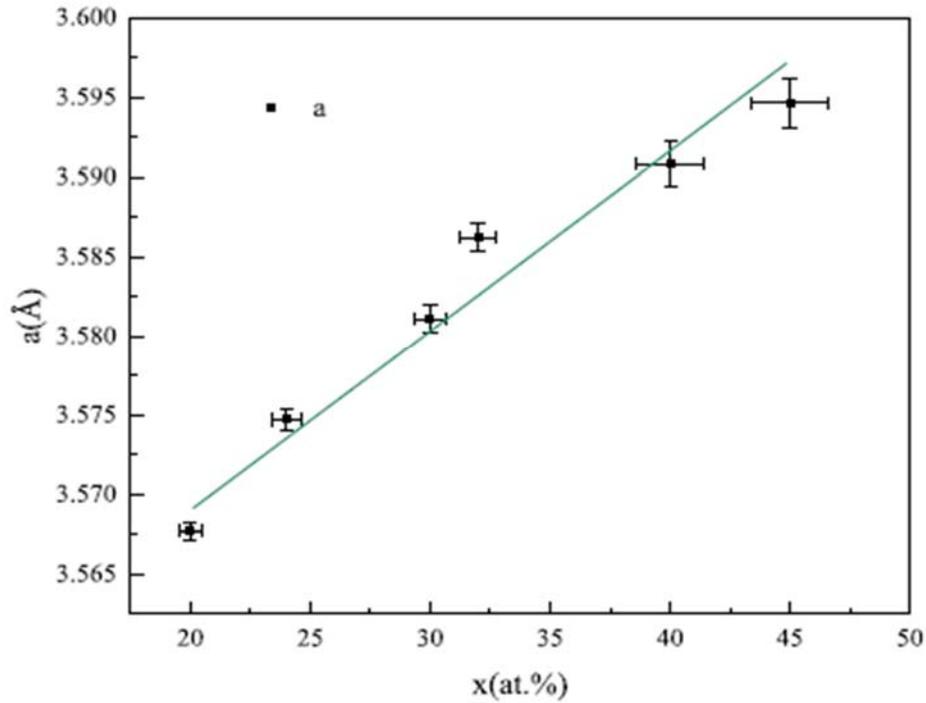
Où  $a$  est le paramètre de maille mesuré, et  $a_0$  est la valeur théorique (souvent celle du massif) trouvée dans la littérature  $a_0 = 3,5450$  Å [1].

Les valeurs du paramètre de maille  $a$  et de la microcontrainte  $\varepsilon$  des couches minces de  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}$ , déposées sur Si (111), sont représentées dans le tableau III. 2, en fonction de la teneur  $x$  en fer.

Echantillons	1	2	3	4	5	6
x (% Fe)	20	24	30	32	40	45
a (Å)	3.5677	3.5747	3.5811	3.5862	3.5908	3.5946
$\varepsilon$ (%)	0.43	0.63	0.81	0.95	1.08	1.19

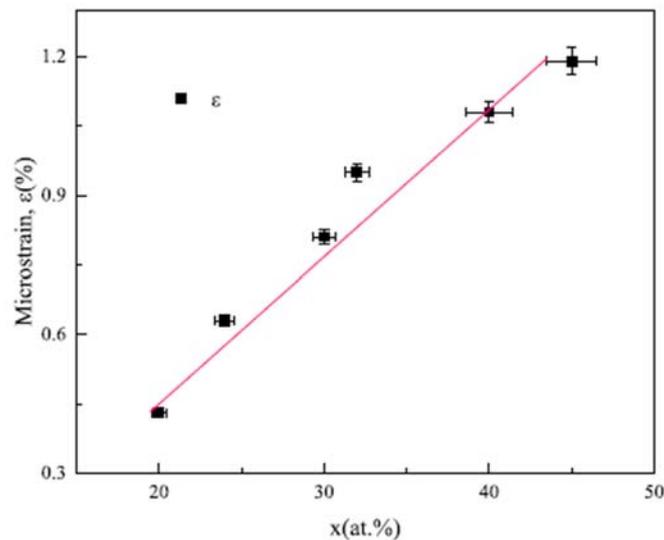
**Tableau III. 2.** Paramètres de maille et microdéformation des films de  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}$  / Si (111).

Sur la figure 3, nous présentons les variations du paramètre de maille  $a$ , en fonction de la teneur en fer. On observe que le paramètre de maille augmente de façon quasi linéaire, lorsque la teneur en fer augmente, de 20 à 45 at %. Cette variation est cohérente avec les résultats rapportés par R. BOZORTH [5]. Néanmoins, nos constantes de réseau sont légèrement supérieures à celles rapportées dans la Réf. [5] et allant de 3,5465 à 3,5775 Å, car ces films de  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{1-x}$  sont soumis à une contrainte de dilatation.



**Figure III.3.** Evolution du paramètre de maille en fonction de la teneur  $x$  en fer pour les films  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}/\text{Si}(111)$ .

L'évolution de la microcontrainte en fonction de la teneur en fer est représentée sur la figure III. 4, où l'on observe clairement que  $\varepsilon$  augmente avec la teneur en fer, de 0,43 à 1,19 %, toutes ces valeurs étant positives ce qui implique que les films sont sous une contrainte de dilatation.



**Figure III.4** Evolution de la microdéformation en fonction de la teneur de fer  $x$  pour les films  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}/\text{Si}(111)$ .

## 4.2. Taille des cristallites

La taille des cristallites joue un rôle prépondérant dans l'étude des couches minces, en raison de la dépendance très importante qui relie celle-ci au champ coercitif  $H_c$ .

Afin d'examiner la cristallinité des films de  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}$ , nous avons étudié l'évolution de la taille des cristallites en fonction de la teneur en fer. En utilisant la formule de Scherrer, nous avons calculé la taille moyenne des cristallites  $D$ , en nous basant sur l'élargissement du pic de Bragg de diffraction le plus élevé (111) [6-7] :

$$D = \frac{K \lambda}{\Delta(2\theta) \cos \theta} \quad \text{Eq III. 4}$$

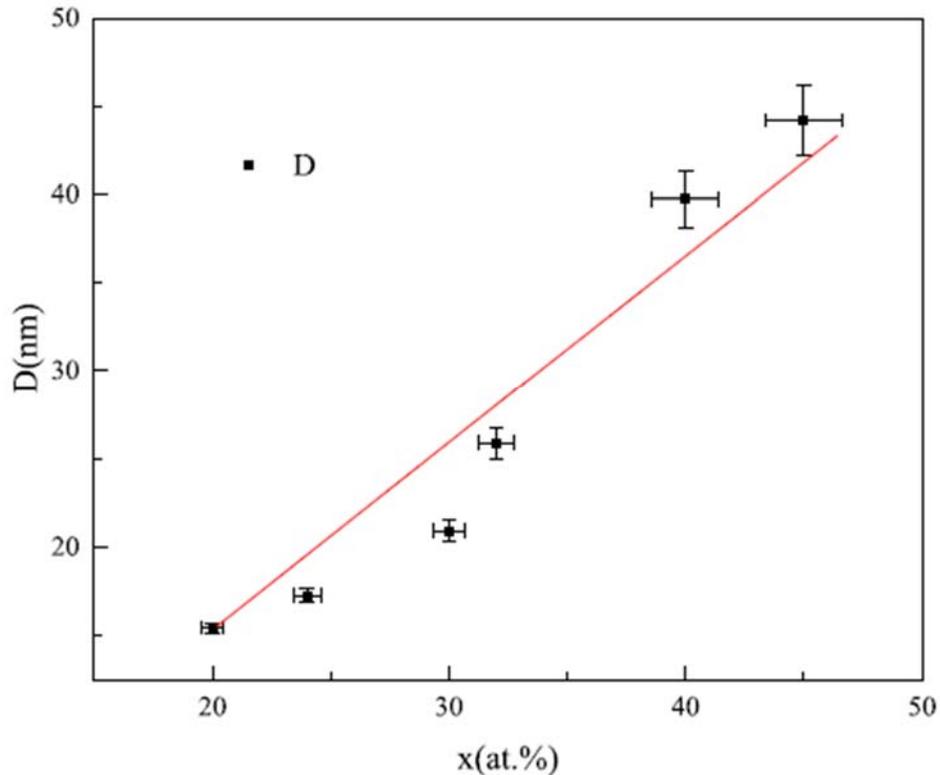
Où  $k$  est la constante de Scherrer, dont la valeur est proche de 0,9 ;  $\lambda$  est la longueur d'onde monochromatique de la raie  $K\alpha_1$ , dont la valeur dans ce travail est  $\lambda_{\text{Cu}} = 1,54060 \text{ \AA}$ .  $\Delta(2\theta)$  est la pleine largeur angulaire à mi-hauteur, FWHM, du pic de diffraction le plus intense (111).  $\theta$  est l'angle de diffraction de Bragg au sommet du pic.

Les résultats de mesures de la taille des cristallites pour la série des films minces de  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}$  déposées sur de Si (111) sont représentés dans le tableau III. 3.

Echantillons	1	2	3	4	5	6
x (% Fe)	20	24	30	32	40	45
D (nm)	15.42	17.26	20.91	25.89	39.74	44.18

**Tableau III. 3.** Taille des cristallites des films  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}$  selon l'orientation préférentielle (111).

La figure III. 5 illustre l'évolution de la taille des cristallites en fonction de la teneur en fer, où l'on observe que  $D$  augmente de 15,42 à 44,18 nm. Une grande taille de cristallites est une signature de bonnes cristallinités et textures, ce qui rend les films adaptés à une application dans des capteurs magnétiques.



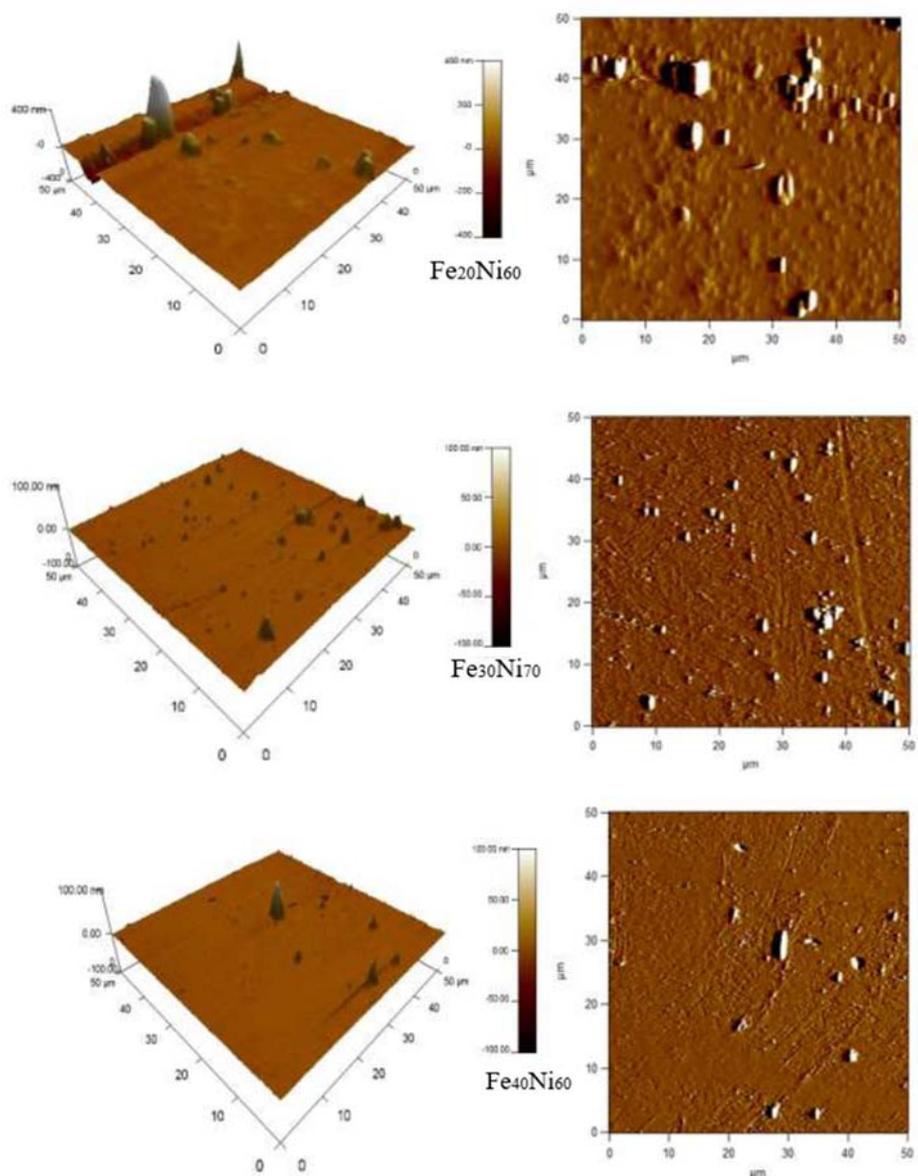
**Figure III. 5.** Evolution de la taille des cristallites en fonction de la teneur  $x$  en fer pour les films  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}/\text{Si}(111)$ .

## 5. Topographie des surfaces des films

En général, la rugosité de surface est une propriété inévitable dans la plupart des solides et joue un rôle très important dans la physique des couches minces. La rugosité « *rms* » (root mean square, en anglais) modifie les caractéristiques ferromagnétiques des couches minces et perturbe les processus de retournement de l'aimantation [8].

Du point de vue industriel, il est important de limiter et contrôler la rugosité de surface des alliages ferromagnétiques dans la mesure où ils servent de supports magnétiques de l'information (bandes magnétiques). En effet, pour limiter les pertes magnétiques par hystérésis, il est nécessaire de réduire au maximum la rugosité. Ainsi, dans le domaine de l'information, il est préférable d'avoir des couches planes plutôt que des couches texturées et rugueuses [9].

La morphologie de surface des films minces  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}/\text{Si}(111)$  a été examinée au moyen d'un microscope à force atomique (AFM) en mode non contact. Des exemples d'images donnant la topographie des surfaces sont représentés sur la figure III.6. La moyenne efficace (*rms*) de la rugosité a été déduite pour tous les échantillons. Ces valeurs sont consignées dans le tableau III.4.

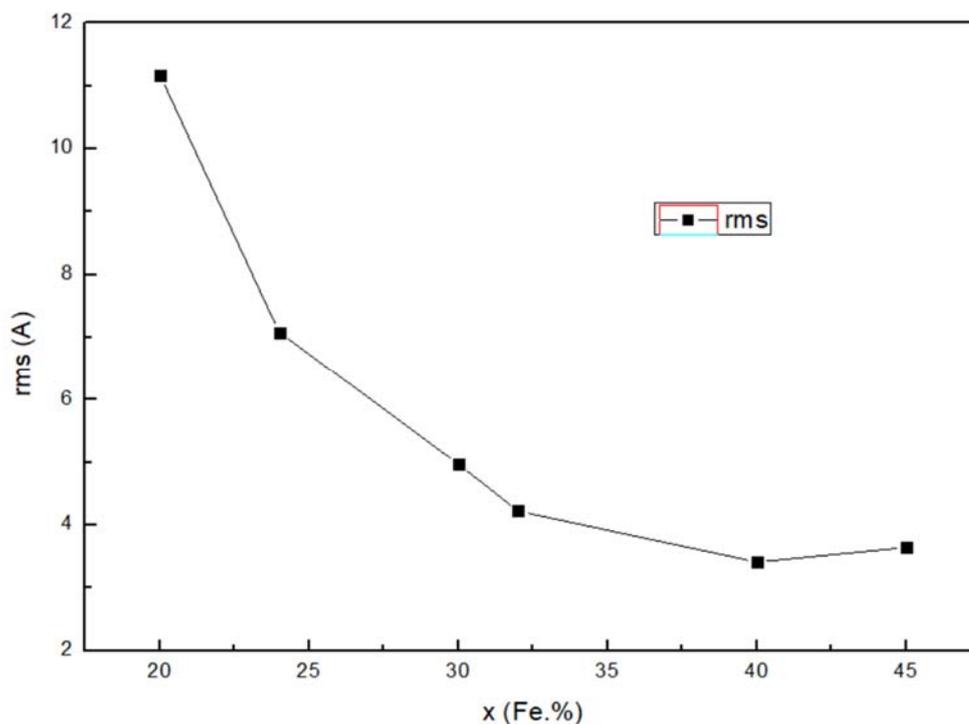


**Figure III. 6.** Exemples d'images AFM 2D et 3D des couches minces  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}/\text{Si}$  (111).

La figure III. 7 illustre l'évolution de la rugosité en fonction de la teneur  $x$  en fer, pour la série des films  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}/\text{Si}(111)$ . Les valeurs de la rms qui sont confinées entre 11,17 Å et 3,41 Å, présentent une diminution monotone en fonction de la teneur en Fe.

Echantillons	1	2	3	4	5	6
$x$ (% Fe)	20	24	30	32	40	45
rms (Å)	11	7	5	4	3	4

**Tableau III. 4.** Rugosité des surfaces dans les échantillons  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}/\text{Si}$  (111).



**Figure III. 7.** Evolution de la rugosité rms en fonction de la teneur x en Fe pour les films  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}/\text{Si}(111)$ .

## 6. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté les différents résultats structuraux et morphologiques des couches minces  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}$ , déposées sur Si (111), élaborés par évaporation sous vide par effet Joule dans des conditions précises. La simulation des spectres RBS montre qu'il n'y a pas eu d'interdiffusion au niveau de l'interface film/substrat, et que nos échantillons sont riches en nickel, la composition chimique étant comprise entre 20 et 45%.at de fer. L'analyse structurale par diffraction des rayons X, montre que toutes les couches  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}$  sont polycristallines et cristallisent dans la structure cubique à faces centrées avec une texture  $\langle 111 \rangle$ . Les films sont sous contrainte de dilatation et le paramètre de maille dépend fortement de la composition chimique. Les valeurs de la taille des cristallites varient entre 15,42 et 44,18 nm. Les images AFM montrent que la rugosité des surfaces diminue en fonction de la teneur en Fe, les valeurs de la rms variant entre 11,2 et 3,4 Å.

**Références**

- [1] R.J. Wakelin, E.L. Yates, Proc. Phys. Soc., London, Sect. B B66 (1953) 221. ICOD card number 03-065-3244.
- [2] Sara Niaz, Saidi Ali, Magnetic and chemical properties investigation of Fe–Ni electrodeposited alloy on titanium substrate at the presence of alumina, J. Mater. Sci. Mater. Electron. **32** (2021), 22013.
- [3] A.V. Svalov, B. Gonzalez Asensio, A.A. Chlenova, P.A. Savin, A. Larranaga, J. M. Gonzalez, G.V. Kurlyandskaya, Study of the effect of the deposition rate and seed layers on structure and magnetic properties of magnetron sputtered FeNi films, Vacuum (2015) 245-249.
- [4] Mikio Kishimoto, Eiji Kita, Hideto Yanagihara, Structure and magnetic properties of nitrides in FeNi and FeNiCo alloy particles synthesized via co-precipitation, reduction, and nitriding, J. Magn. Magn Mater. **548** (2022), 168970.
- [5] M. Richard BOZORTH, Ferromagnetism, D. Van Nostrand Comany, New York, 1951.
- [6] A. Bourezg, A. Kharmouche, *Synthesis, structural and magnetic properties of Co<sub>100-x</sub>Pd<sub>x</sub>/GaAs thin films*, Vacuum **155** (2018) 612–618,
- [7] B.D. Cullity, Elements of X-Ray Diffraction, Addison-Wesley, Reading, MA, 1978.
- [8] H. Nathani, S. Gubbala, R.D.K. Misra, Materials Science and Engineering B **121** (2005) 126–136.
- [9] A. Bourezg, Propriétés physiques de couches minces de Co<sub>100-x</sub>Pd<sub>x</sub>, *Thèse de Doctorat de l'Université Ferhat Abbas Sétif1*, 2018.

# *Chapitre 4*

## *Propriétés magnétiques et électriques*

## 1. Introduction

Ce chapitre présente l'étude des propriétés magnétiques (aimantation à saturation, champ coercitif, squareness, ...) et électriques (mobilité ( $\mu$ ), résistivité ( $\rho$ ), magnétorésistance( $\Delta R$ ), ...), des films  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}$  d'épaisseur 45 nm déposés sur des substrats de Si (111) par évaporation sous vide, par effet Joule, en fonction du pourcentage atomique  $x$  du fer ( $20 < x < 45$ ). Ainsi que l'influence des propriétés structurales (la taille des cristallites, le stress, la rugosité, ...) sur les propriétés magnétiques obtenues. Les courbes d'aimantation ont été enregistrées à l'aide d'un magnétomètre à échantillon vibrant (VSM) Microsense EZ7. Les mesures électriques ont été faites à l'aide du système HMS 3000 d'ECOPIA, dont le principe a été décrit dans le chapitre II.

## 2. Analyse magnétique des films de $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}$

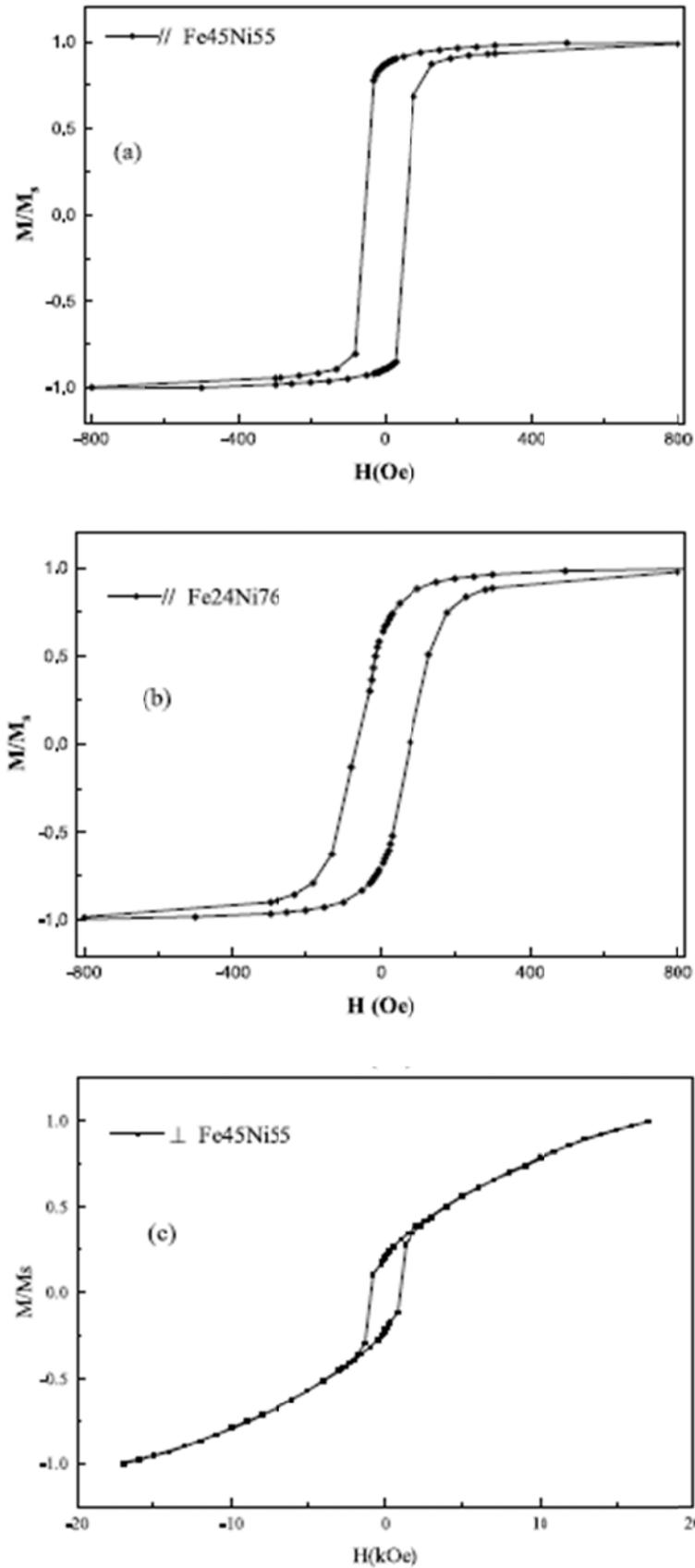
Les propriétés magnétiques des couches minces sont généralement influencées par plusieurs facteurs dont les conditions d'élaborations, la rugosité de surface, l'épaisseur, le type de substrat, la composition de l'alliage. Dans cette étude, nous nous concentrons sur l'influence de la teneur en fer sur les principales propriétés magnétiques des couches minces de  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}$  évaporées sur des substrats de Si (111). Nous avons enregistré, à température ambiante, la dépendance au champ magnétique des courbes d'aimantation des couches minces de  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}$  dans les conditions expérimentales décrites précédemment dans la section II.5.4.

Les courbes d'aimantation des films minces  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}$  ont été enregistrées selon deux configurations, la configuration parallèle et la configuration perpendiculaire. Pour la configuration perpendiculaire, dans le cas où le champ magnétique externe  $H$  est appliqué perpendiculairement au plan du film, l'aimantation n'est pas saturée même pour un champ magnétique de grande intensité appliqué jusqu'à 18 kOe, ce qui confirme que cette direction constitue un axe d'aimantation difficile. Les mesures en configuration longitudinale n'ont, par contre, pas nécessité de grands champs pour que l'aimantation atteigne la saturation, ce qui suggère que l'axe facile de l'aimantation se trouve dans le plan du film. Afin d'étudier cette anisotropie planaire, la courbe d'aimantation a été enregistrée une nouvelle fois, après avoir fait tourner le film perpendiculairement dans son plan, et les mêmes cycles d'hystérésis ont été enregistrés, ce qui témoigne de l'absence d'anisotropie magnétique dans le plan. Cette propriété typique confirme que nos échantillons ont un comportement ferromagnétique.

### 2.1. Courbe d'hystérésis

Dans nos mesures pour obtenir les cycles d'hystérésis des échantillons, on fait varier continuellement le champ magnétique externe  $H$  entre deux valeurs extrêmes,  $-1$  kOe et  $+1$  kOe, ces valeurs permettant d'atteindre l'aimantation à saturation du matériau. A l'annulation progressive du champ magnétique extérieur, le matériau reste dans un état métastable d'aimantation rémanente, ensuite à mesure que le champ magnétique extérieur appliqué dans la direction opposée augmente, l'aimantation parvient petit à petit à l'état de saturation inverse. Pour une valeur particulière du champ appliqué, appelé champ coercitif  $H_c$ , l'aimantation s'annule. Plusieurs paramètres, tels que le champ coercitif  $H_c$ , le moment magnétique  $m$ , et par suite l'aimantation à saturation  $M_s$ , et l'aimantation rémanente  $M_r$ , sont extraits des courbes d'hystérésis.

La figure IV.1 montre les cycles d'hystérésis pour deux échantillons de films  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}$ , avec  $x$  égal à 45 et 24%, en configuration longitudinale, et en configuration polaire pour  $x$  égal à 45%. En scrutant ces courbes, on peut évidemment en déduire que l'axe facile se situe dans le plan du film. Les boucles dans la configuration longitudinale sont assez rectangulaires, ce qui permet de suggérer un axe facile situé dans ce plan, tandis que la configuration polaire, caractérisée par une faible hystérésis et une faible aimantation rémanente, présente une large portion linéaire, suivie à des champs plus importants, par une courbure allant jusqu'à la saturation qui n'est atteinte qu'à très haute intensité de champ.



**Figure IV. 1.** Exemple de courbes d'aimantation : (a) et (b) dans la configuration longitudinale ; (c) dans la configuration polaire.

## 2.2. Aimantation à saturation $M_s$

L'aimantation à saturation  $M_s$  est définie comme étant le moment magnétique par unité de volume. Elle est une grandeur magnétique essentielle, caractéristique du matériau étudié. Dans les cas des alliages magnétiques, cette grandeur dépend également de la composition de l'alliage. Cette dépendance est d'autant plus importante lorsqu'il s'agit d'un alliage composé d'un élément magnétique et d'un autre élément magnétique tel que l'alliage  $Fe_xNi_{100-x}$ .

Plusieurs paramètres, tels que le champ coercitif  $H_c$ , l'aimantation à saturation  $M_s$ , l'aimantation rémanente  $M_r$  et le rapport de squareness  $SQR$  sont extraits des boucles d'hystérésis.

Les mesures magnétiques effectuées à l'aide d'un VSM exhibent des cycles d'hystérésis qui représentent les variations du moment magnétique en emu (electromagnetic unity, en anglais), en fonction du champ magnétique appliqué  $H(Oe)$ . Pour obtenir les valeurs de l'aimantation des films, nous avons divisé ce moment par le volume de la couche mince ( $cm^3$ ), le volume étant le produit de l'épaisseur de la couche magnétique par la surface du film. L'épaisseur de la couche mince (45 nm) a été mesurée par l'analyse RBS tandis que les surfaces des films, elles ont été mesurées par le logiciel Auto CAD. Les résultats obtenus sont reportés sur le tableau IV. 1.

Echantillons	1	2	3	4	5	6
x (% Fe)	20	24	30	32	40	45
$M_s$ (emu/cm <sup>3</sup> )	50	140	290	310	550	750

**Tableau IV. 1.** Valeurs de l'aimantation à saturation des échantillons  $Fe_xNi_{100-x}/Si(111)$ .

L'évolution de l'aimantation à saturation  $M_s$  en fonction du pourcentage x de fer est représentée sur la figure IV. 2. Dans la région riche en nickel, l'aimantation suit la courbe de Slater-Pauling (figure IV. 3) ; elle augmente quasi linéairement avec l'augmentation du pourcentage de fer jusqu'à  $x = 45$ . Il semble que dans cette région, les éléments Fe et Ni conservent leurs moments magnétiques atomiques respectifs  $2,2 \mu_B$  et  $0,6 \mu_B$  [1-3], où  $\mu_B$  étant le magnétron de Bohr, l'ajout d'atomes de Fe augmente l'aimantation de façon presque linéairement jusqu' à saturation. Cette augmentation a été également observé par N. Guechi et al. en 2014 [4].

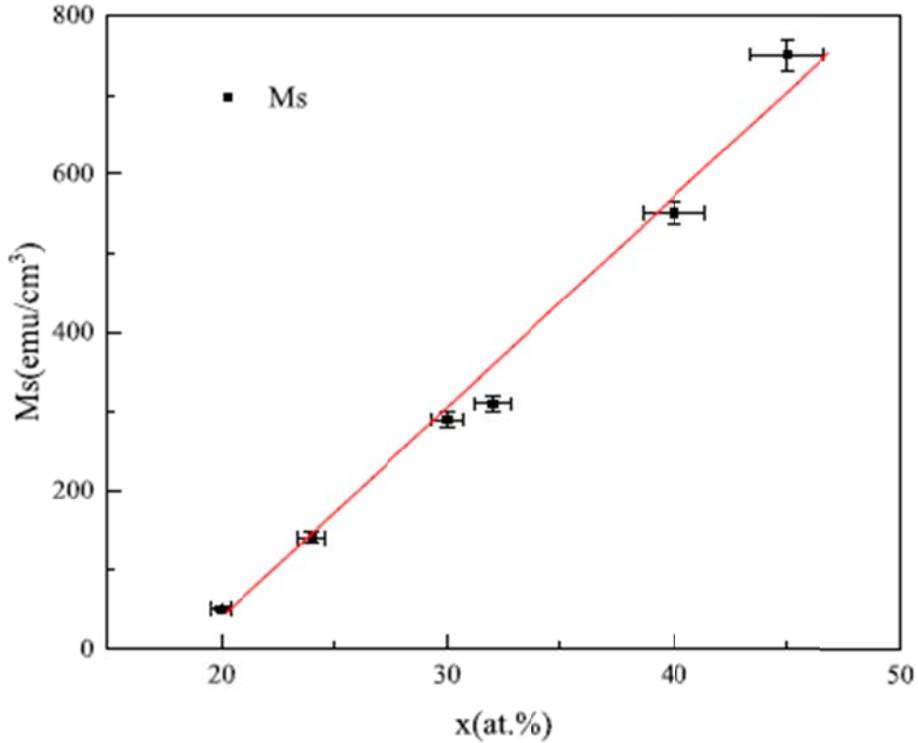


Figure IV. 2. Évolution de l'aimantation à saturation en fonction de la composition de Fe.

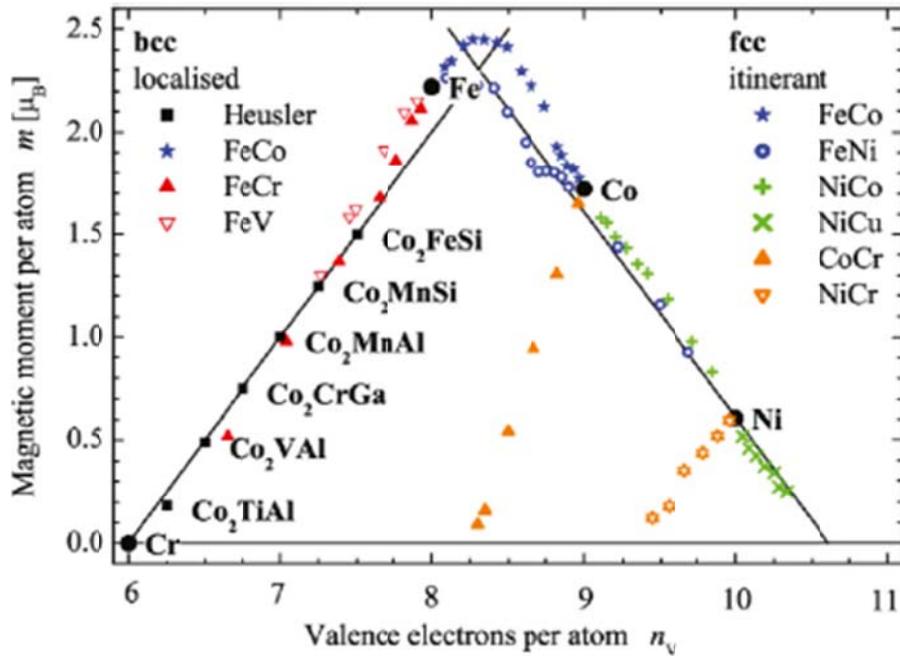


Figure IV. 3. Courbe de Slater-Pauling.

### 2.3. Aimantation rémanente et squareness

L'aimantation rémanente, ou résiduelle,  $M_r$ , est une propriété technique du matériau ferromagnétique. C'est l'aimantation à champ nul. L'aimantation rémanente est l'un des paramètres physiques essentiels dans l'enregistrement magnétique. Effectivement, si cette

aimantation était nulle, cela signifierait que le matériau n'a aucune capacité de mémoire et ne peut donc servir pour l'enregistrement magnétique. Les matériaux utilisés pour le stockage magnétique doivent présenter une aimantation rémanente planaire élevée pour accroître l'efficacité de lecture des champs émis par les bits. Généralement, dans la littérature, on utilise le rapport  $S = M_r/M_s$  appelé "rectangularité", en anglais squareness [5].

Le tableau IV. 2 présente les valeurs de la rectangularité des couches minces de  $Fe_xNi_{100-x}/Si(111)$  dans la configuration parallèle. Les valeurs de la squareness sont comprises entre une valeur minimale 0.33 pour la couche  $Fe_{30}Ni_{70}/Si(111)$  et une valeur maximale égale 0.86 pour l'échantillon  $Fe_{45}Ni_{55}/Si(111)$ . Parmi nos échantillons, l'échantillon  $Fe_{45}Ni_{55}/Si(111)$  est le plus approprié pour l'enregistrement magnétique.

Echantillons	1	2	3	4	5	6
x (% Fe)	20	24	30	32	40	45
$S = M_r/M_s$	0.39	0.64	0.33	0.77	0.78	0.86

**Tableau IV. 2.** Valeurs de la rectangularité des échantillons  $Fe_xNi_{100-x}/Si(111)$ .

## 2.4. Champ coercitif $H_C$

Le champ coercitif  $H_c$  est un paramètre magnétique très important dans l'étude des couches minces ferromagnétiques. Il est défini comme le champ magnétique nécessaire pour annuler l'aimantation. Il représente aussi le champ minimal qu'il faut appliquer pour changer le sens de l'aimantation. Le champ coercitif est fortement influencé par les propriétés microstructurales de la couche telles que la taille et la forme des cristallites, la composition chimique, la rugosité de surface, l'épaisseur de la couche, ...etc., et dépend aussi des mécanismes d'aimantation et des mouvements des parois de domaines [6]. Ces propriétés sont directement liées aux conditions d'élaboration. Dans ce qui suit, nous allons présenter et discuter les résultats obtenus dans notre étude de l'effet de la teneur en Fe, de la taille des cristallites et de la rugosité surfacique sur le champ coercitif.

### 2.4.1. Effet de la composition chimique

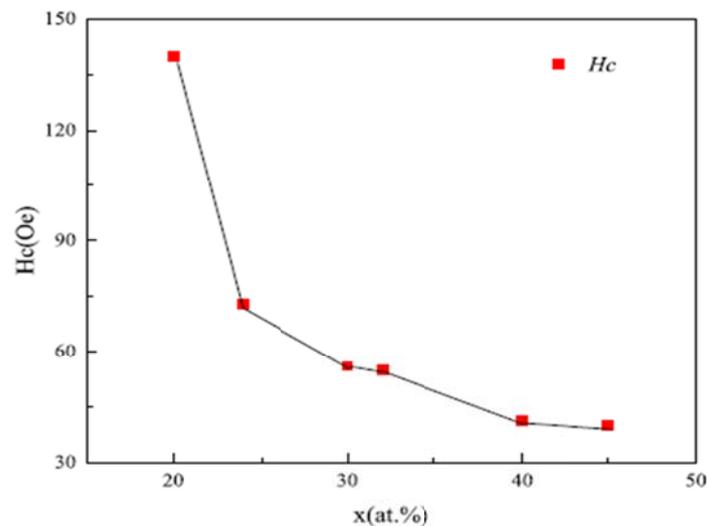
Les propriétés structurales (taille des cristallites, phase, texture...) et magnétiques (température de Curie, aimantation à saturation, champ coercitif...) d'un alliage dépendent étroitement de la composition des constituants du film.

Le tableau IV.3 représente les valeurs du champ coercitif extraites des cycles d'hystérésis des films  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}/\text{Si}$  (111) en fonction de la teneur en Fe.

Echantillons	1	2	3	4	5	6
x (% Fe)	20	24	30	32	40	45
$H_c$ (Oe)	140	73	56	55	41	40

**Tableau IV. 3.** Valeurs du champ coercitif des échantillons  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}/\text{Si}$  (111).

L'évolution du champ coercitif  $H_c$  en fonction de la teneur en Fe est représentée sur la figure IV.4. Les valeurs de  $H_c$  diminuent de 140 à 40 Oe lorsque x augmente de 20 à 45 at.%. La diminution de  $H_c$  peut-être corrélée à l'anisotropie de forme des couches minces, comme décrit dans la littérature [7].



**Figure IV. 4.** Évolution de champ coercitif  $H_c$  en fonction de la composition de Fe.

#### 2.4.2. Effet de la taille des cristallites $D$

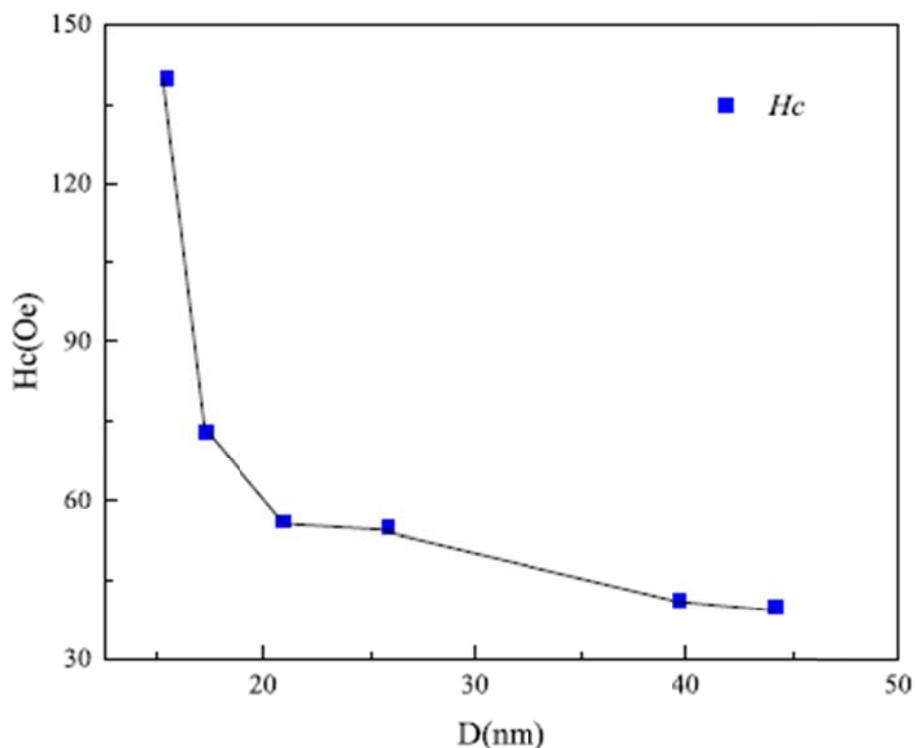
Les propriétés de la microstructure des films minces influent sur les différents paramètres magnétiques. Parmi ces propriétés, la taille des cristallites, calculée à l'aide des spectres de diffraction [8-9]. Dans le paragraphe suivant nous discuterons l'évolution de  $H_c$  en fonction de la taille des cristallites des couches minces  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}$  déposées sur un substrat monocristallin Si (111).

Le tableau IV.4 donne les valeurs du champ coercitif  $H_c$  en fonction de la taille  $D$  des cristallites, pour les films  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}/\text{Si}$  (111).

Echantillons	1	2	3	4	5	6
$D$ (nm)	15.42	17.26	20.91	25.89	39.74	44.18
$H_c$ (Oe)	140	73	56	55	41	40

**Tableau IV. 4.** Valeurs de champ coercitif des échantillons  $Fe_xNi_{100-x}/Si(111)$  en fonction de la taille des cristallites.

La figure IV.5 représente l'évolution du champ coercitif  $H_c$  en fonction de la taille des cristallites. On y observe une diminution de  $H_c$  de 140 à 40 Oe avec l'augmentation de  $D$  de 15.42 à 44.18 nm. Cette évolution du champ coercitif suit le modèle bien connu d'anisotropie aléatoire [10-11]. Une augmentation de la taille  $D$  des cristallites génère un nombre minimum de joints de grains, ce qui réduit le nombre de centres d'épinglage et donc abaisse le champ coercitif. Cette évolution a été déjà observé par d'autres auteurs. A. Benhamoud et al. [12], Q.Zeng et al. [13], G.Herzer et al. [14-15], M. Mebarki et al. [16] et par A.R. Deshpande et al. [17].



**Figure IV. 5.** Évolution de champ coercitif  $H_c$  en fonction de la taille des cristallites  $D$ .

### 2.4.3. Effet de la rugosité

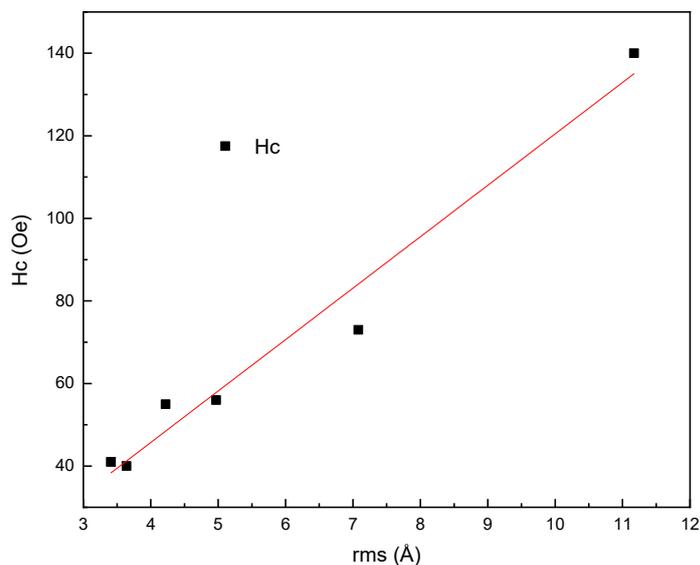
Nous avons déjà indiqué dans le chapitre III que les propriétés magnétiques des couches minces sont fortement corrélées à la rugosité des surfaces. Celle-ci est un paramètre topographique qui a un effet très important dans l'étude des propriétés magnétiques.

Les valeurs de la rugosité en fonction du champ coercitif des échantillons  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}/\text{Si}$  (111) sont rassemblées dans le tableau IV. 5 suivants :

Echantillons	1	2	3	4	5	6
rms (Å)	11.17	7.08	4.97	4.22	3.41	3.64
$H_c$ (Oe)	140	73	56	55	41	40

**Tableau IV.5.** Valeurs du champ coercitif des échantillons  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}/\text{Si}$  (111) en fonction de la rms.

Pour expliquer la corrélation entre la topographie de surface et les caractéristiques ferromagnétiques, et en particulier la coercivité, nous tracerons l'évolution de la coercivité  $H_c$  en fonction de la rugosité de surface rms. La figure IV. 6 montre l'évolution de  $H_c$  en fonction de la rugosité moyenne quadratique. Le champ coercitif augmente de façon linéaire en fonction de la rugosité. Cette tendance permet de conclure que la coercivité est influencée par la rugosité de surface, qui provoque une augmentation de la coercivité due à la rotation des parois des domaines magnétiques.



**Figure IV. 6.** Évolution de champ coercitif  $H_c$  en fonction de la rms.

La rugosité surfacique est une conséquence de la présence des défauts, comme les joints de grains qui apparaissent avec la morphologie granulaire, à la surface des films, ce qui engendre une augmentation du champ coercitif, celui-ci dépendant du mouvement des parois, due à la rotation des domaines magnétiques pour les parois de Néel [18-19].

L'influence de la rugosité des surfaces sur le champ coercitif est étudiée par plusieurs chercheurs, à l'instar de Zhao et al. qui rapportent que la coercivité des films magnétiques minces augmente avec la rugosité de surface pour la même épaisseur fixe des films [20], ce qui est cohérent avec de nombreux résultats expérimentaux rapportés par Malyutin et al. [18], Jiang et al. [21], M. Li et al. [22-23], A. Bourezg et al. [24] et A. Benhamoud et al. [25].

### 3. Analyse électrique des films de $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}$

Les propriétés électriques d'un alliage dépendent fortement des conditions d'élaboration, des propriétés structurales et morphologiques comme l'épaisseur du film, la composition de ses constituants, la taille des cristallites et la rugosité des surfaces.

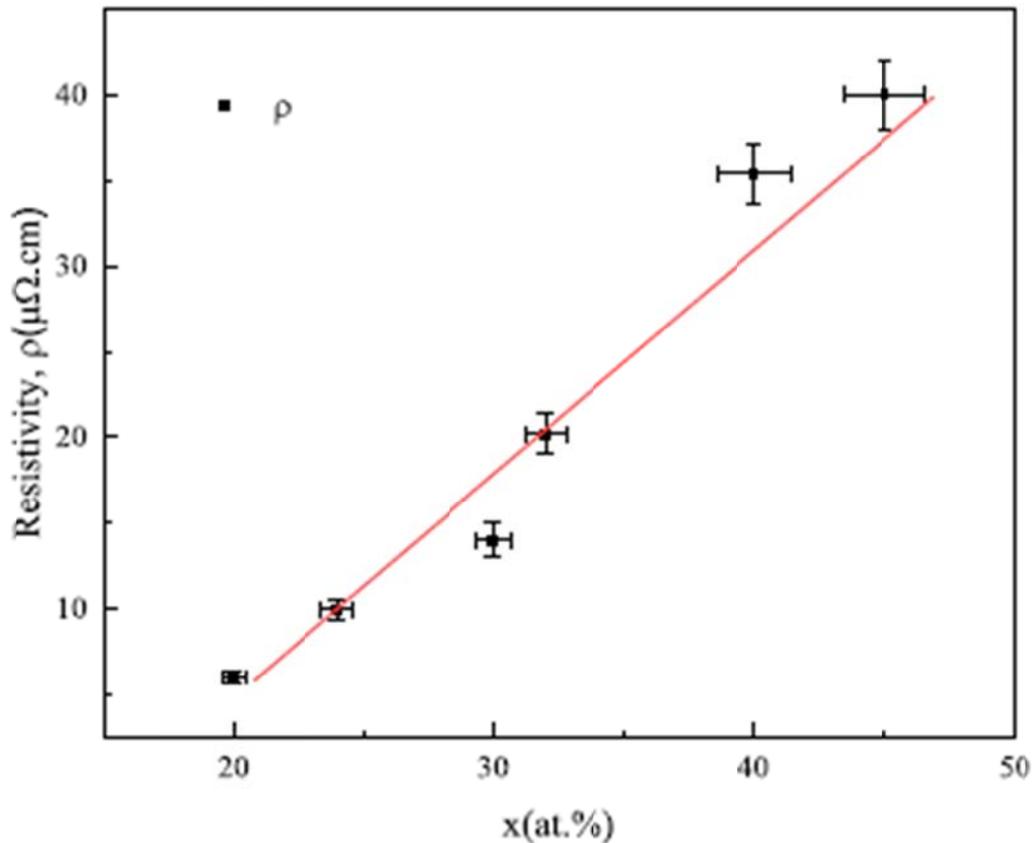
Dans ce chapitre, nous allons présenter les mesures de résistivité électrique  $\rho$  ainsi que de la magnétorésistance  $\Delta R$  et de la mobilité  $\mu$  des films  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}$  déposées sur un substrat en silicium orienté (111). Cette étude a été réalisée à l'aide du système de mesures à effet Hall (HMS-3000), basé sur la méthode Van der Pauw, sous l'excitation d'un champ magnétique d'intensité  $B = 0,56 \text{ T}$ , et un courant d'intensité  $I = 1 \text{ mA}$ .

Le tableau IV.6 présente leurs valeurs moyennes de résistivité électrique  $\rho$ , de magnétorésistance  $\Delta R$  et de mobilité  $\mu$ , en fonction de la teneur en fer  $x$ . Les valeurs de  $\rho$ ,  $\Delta R$  et  $\mu$  sont fournis de façon automatique par le dispositif HMS-3000.

Echantillons	x (%)	$\rho$ ( $\mu\Omega.\text{cm}$ )	$\Delta R$ (m $\Omega$ )	$\mu$ ( $\text{cm}^2/\text{V.s}$ )
S1	20	6	2.78	25
S2	24	10	3.35	21
S3	30	14	4.41	16
S4	32	20.2	5.44	14
S5	40	35.4	6.65	9
S6	45	40	7.50	5

**Tableau IV. 6.** Valeurs moyennes de la résistivité électrique  $\rho$ , de la magnétorésistance  $\Delta R$  et de la mobilité  $\mu$ , en fonction de la teneur  $x$  en fer.

La figure IV. 7 représente l'évolution de la résistivité électrique  $\rho$  en fonction de la teneur en fer. La résistivité électrique  $\rho$  est mesurée par le produit de la résistance carrée  $R$  et de l'épaisseur du film.



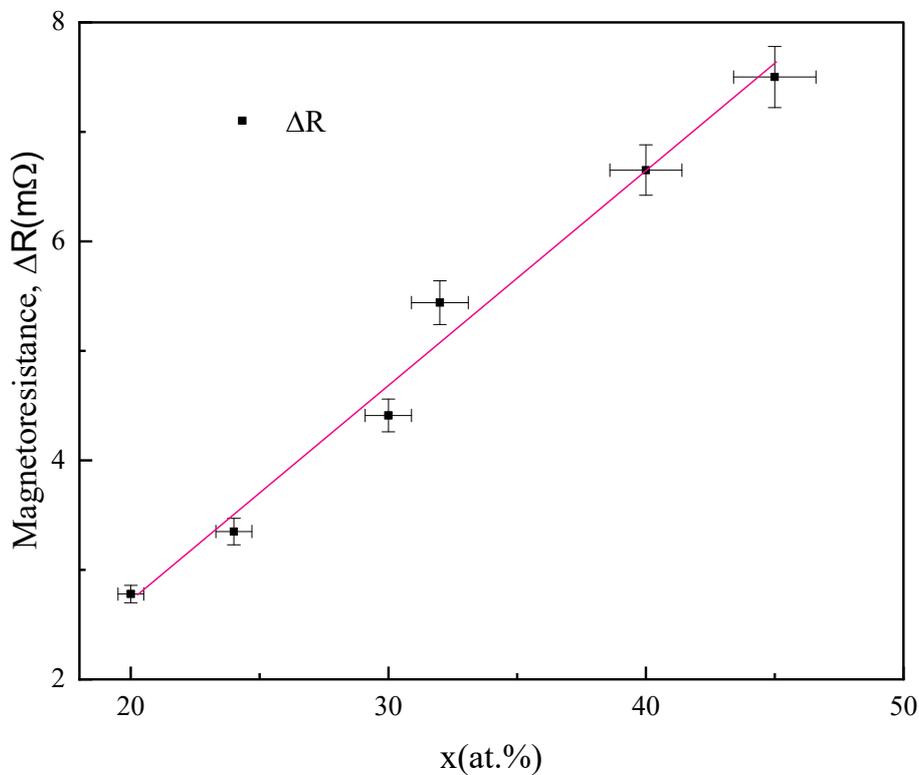
**Figure IV. 7.** Evolution de la résistivité électrique  $\rho$  en fonction de la teneur en fer.

On observe une augmentation monotone de la résistivité électrique  $\rho$ , de 6 à 40  $\mu\Omega\cdot\text{cm}$ , lorsque la teneur en fer  $x$  passe de 0,2 à 0,45. La résistivité électrique est la conséquence d'effets importants tels que ceux provoqués par la diffusion des électrons aux interfaces des films, les joints de grains, les impuretés... Dans nos couches, on peut dire que la diffusion des électrons n'a pas une conséquence majeure sur la résistivité car le libre parcours moyen des électrons de conduction est insignifiant devant la grande épaisseur des films, comme le rapporte la théorie de Fuchs-Sondheimer [26]. Il est connu que la résistivité électrique est très sensible aux propriétés structurales des films, notamment la taille des cristallites. Les grandes tailles de cristallites fournissent moins de joints de grains et réduisent donc la résistivité électrique. Dans le chapitre précédent (figure III. 5) nous avons observé que la taille des cristallites  $D$  augmente avec la teneur  $x$  en fer. On s'attendrait plutôt à une diminution de  $\rho$  avec l'augmentation de  $x$ . On observe le phénomène inverse. Nous concluons donc que cet élément n'est pas le facteur dominant dans l'évolution de la résistivité électrique. Cependant, lorsque  $x$  augmente, de 20 à 45 %, cela signifie que des atomes de fer viennent s'ajouter à la matrice constituée initialement à 80 % d'atomes de nickel. Les atomes de fer ajoutés pourraient être considérés comme des impuretés dans le cristal initial dominé par le nickel.

Ainsi, la résistivité de cet alliage en solution solide augmentera conformément à l'évolution décrite dans la figure IV. 7.

Brièvement, la magnétorésistance d'un matériau est la variation de sa résistivité lorsqu'il est soumis à l'action d'un champ magnétique. Le taux de magnétorésistance est influencé par les conditions d'élaboration des films, leur épaisseur, la taille des cristallites, la morphologie, les impuretés...

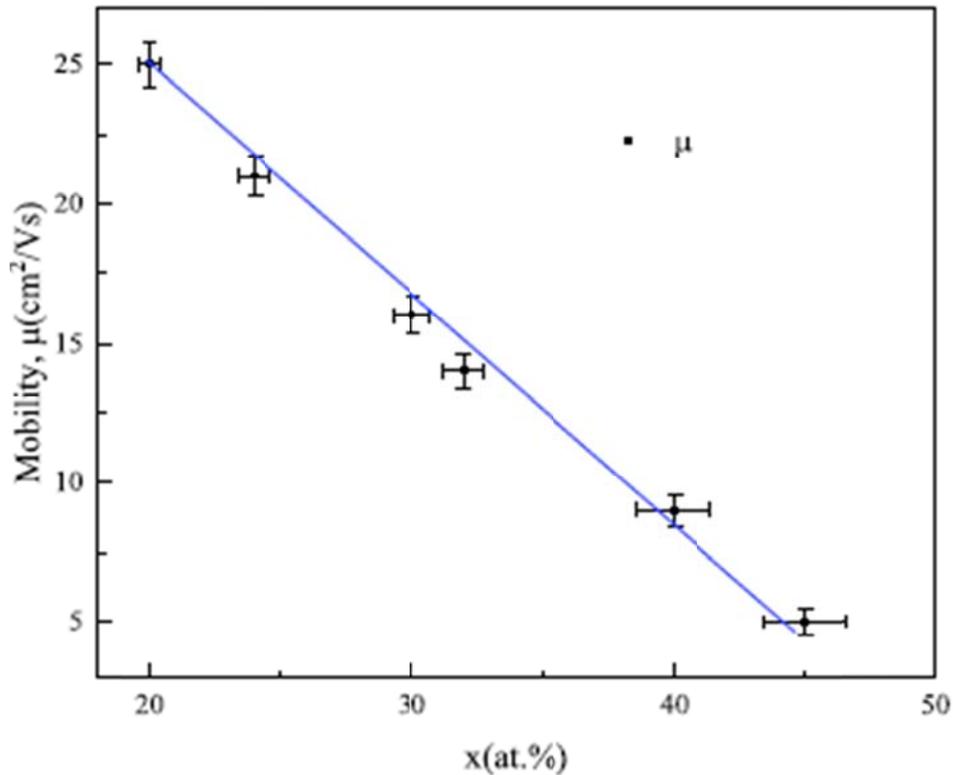
Les variations de la magnétorésistance de nos couches minces  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}$  en fonction de la teneur en fer sont présentées sur la figure IV. 8.



**Figure IV. 8.** Evolution de la magnétorésistance de nos couches minces  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}$  en fonction de la teneur en fer

La magnétorésistance  $\Delta R$  augmente de 2,78 à 7,50 m $\Omega$ , dans la plage d'incrément de  $x$ . Ici aussi, l'augmentation de la magnétorésistance avec l'augmentation de la teneur en fer peut être considérée comme due à l'ajout d'impuretés de fer dans la matrice de nickel.

Enfin, la figure IV. 9 décrit le comportement de la mobilité  $\mu$  avec la teneur en fer, qui montre une décroissance quasi linéaire de 25 à 5 cm<sup>2</sup>/V.s.



**Figure IV. 9.** Evolution de la mobilité  $\mu$  avec la teneur en fer.

La résistivité électrique étant l'inverse de la conductivité, leurs variations sont donc inversement proportionnelles. La mobilité des électrons est directement liée à la conductivité électrique et au nombre d'impuretés présentes dans ce matériau ; ainsi, lorsque la résistivité augmente, la mobilité diminue nécessairement, conformément à l'évolution de  $\mu$  représentée sur la figure précédente (figure IV.9).

Des valeurs comparables de résistivité et de magnétorésistance sont données dans la littérature. Une valeur maximale de résistivité électrique jusqu'à 45  $\mu\Omega$  cm, proche de la composition d'Anyster, a été mesurée [4], allant de 5 à 78  $\mu\Omega$  cm [27], et autour de 36  $\mu\Omega$  cm [28]. Aussi, une valeur moyenne de magnétorésistance autour de 200 m $\Omega$  [29] est rapportée pour Fe-50 at.%Ni, qui montre une décroissance quasi linéaire de 25 à 5 cm<sup>2</sup>/V.s.

#### 4. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté les différents résultats expérimentaux des propriétés magnétiques et électriques des couches minces Fe<sub>x</sub>Ni<sub>100-x</sub> coévaporées sous vide sur du silicium monocristallin Si (111). Le dépouillement des cycles d'hystérésis des films mesurés par la magnétométrie à échantillon vibrant (VSM), dans une configuration parallèle, nous a permis de déterminer les valeurs de l'aimantation à saturation, l'aimantation

rémanente, la squareness et le champ coercitif, et de mettre en évidence que l'axe de facile aimantation est dans le plan de la couche. L'aimantation à saturation  $M_s$  montre une augmentation linéaire progressive avec l'addition régulière d'atomes de Fe, suivant la courbe de Slater-Pauling, tandis que le champ coercitif  $H_c$  diminue. Cependant,  $H_c$  montre une augmentation monotone en fonction de la rugosité de surface. Cette évolution de  $H_c$  peut être liée à l'évolution de la taille des cristallites ainsi qu'à l'anisotropie de forme des couches minces de  $Fe_xNi_{100-x}$ . Les mesures électriques ont été faites à l'aide du système de mesures (HMS). La résistivité électrique ainsi que la magnétorésistance augmentent de manière monotone avec l'ajout des atomes de fer, ces derniers étant considérés comme des impuretés dans la première matrice contenant une majorité d'atomes de nickel.

## Référence

- [1] J.C. Slater, The ferromagnetism of Nickel.II. Temperature effects, Phys. Rev. **49** (1936) 931.
- [2] Pauling, The nature of the interatomic forces in metals, Phys. Rev. **54** (1938) 899.
- [3] Balke Benjamin, Sabine Wurmehl, Gerhard H. Fecher, Claudia Felser, Jürgen Kübler, Rational design of new materials for spintronics:  $Co_2FeZ$  ( $Z=Al, Ga, Si, Ge$ ), Sci. Technol. Adv. Mater. **9** (13pp) (2008), 014102.
- [4] N. Guechi, A.Bourzami, A.Guittoum, A.Kharmouche, S.Colis, N.Meni, *Structural, magnetic and electrical properties of  $Fe_xNi_{100-x}/Si(100)$  films*, Physica B **441**, 47-53 (2014).
- [5] I. Djouada, *Thèse de Doctorat de l'Université Ferhat Abbas Sétif1*, 2012.
- [6] A. Benhamoud, *Thèse de Doctorat de l'Université Ferhat Abbas Sétif1*, 2020.
- [7] Oana Dragos, Horia Chiriac, Nicoleta Lupu, Marian Grigoras, Ibro Tabakovic, *Anomalous codeposition of fcc NiFe nanowires with 5–55% Fe and their morphology, crystal structure and magnetic properties*, J. Electrochem. Soc. **163** (3) (2016) D83–D94,
- [8] K.H.G Buschow, *Handbook of magnetic materials, Volume 10*, Elsevier Science BV, 1997.
- [9] K. Buschow, F. De Boer, *Physics of Magnetism and Magnetic Materials*, Kluwer Academic, 2004.

- [10] F. Pfeifer, C. Radeloff, *Soft magnetic Ni-Fe and Co-Fe alloys - some physical and metallurgical aspects*, J. Magn. Magn Mater. **19**(1980)190-207;
- [11] Herzer, *Grain size dependence of coercivity and permeability in nanocrystalline ferromagnets*, IEEE Trans. Magn. 26 (5) (1990) 1397–1402.
- [12] A. Benhamoud, A. Kharmouche, *Synthesis, Structural, and Magnetic Properties of  $Fe_{100-x}Pd_x$  Thin Films*, Journal of Superconductivity and Novel Magnetism (2020) 33:1521–1526.
- [13] Q. Zeng, I. Baker, Y. McCreary, Z. Yan, J. Magn. Magn Mater **318** (2007) 28-38.
- [14] G. Herzer, IEEE Transactions on Magnetics, **26** (1990) 1397-1401.
- [15] Herzer, Journal of Magnetism and Magnetic Materials **157/158** (1996) 133-136.
- [16] M. Mebarki, A. Layadi, L. Kerkache, N. Tiercelin, V. Preobrazhensky, and P. Pernod, Journal of Applied Physics **120** (2015) 97–104.
- [17] A.R. Deshpande, H. Xu, J.M.K. Wiezorek, Acta Materialia **52** (2004) 2903–2911.
- [18] V. I. Malyutin, V. E. Osukhovskii, Yu. D. Vorobiev, A. G. Shishkov, and V. V. Yudin, Physics Status Solidi A **65** (1981) 45-52.
- [19] O.D-Pinzaru, M. Ghemes, H. Chiriac, N. Lupu, M. Grigoras, S. Riemer, I. Tabakovic, Journal of alloys and Compounds **718** (2017) 319-325.
- [20] Y.-P. Zhao, R.M. Gamache, G.-C. Wang, T.-M. Lu, G. Palasabtzas, J.Th M. De Hosson, J. Appl. Phys. **89** (2001) 1325.
- [21] Q. Jiang, H.-N. Yang, G.-C. Wang, Surf. Sci. **373** (1997) 181.
- [22] M. Li, G.-C. Wang, H.-G. Min, J. Appl. Phys. **83** (1998) 5313.
- [23] M. Li, Y.-P. Zhao, G.-C. Wang, H.-G. Min, J. Appl. Phys. **83** (1998) 6287.
- [24] A. Bourezg, A. Kharmouche, Vacuum **155** (2018) 612–618.
- [25] A. Benhamoud, A. Kharmouche, *Synthesis, Structural, and Magnetic Properties of  $Fe_{100-x}Pd_x$  Thin Films*, Journal of Superconductivity and Novel Magnetism **33** (2020) 1521-1526.
- [26] E.H. Sondheimer, The mean free path of electrons in metals, Adv. Phys. 1 (1952) 1–42.
- [27] M. Zhang, C. Deng, *Magnetic, optical and electrical properties of permalloy films by DC magnetron sputtering*, J. Mater. Sci. Mater. Electron. 32 (2021) 4949–4960.
- [28] M. Kateb, E. Jacobsen, S. Ingvarsson, *Application of an extended van der Pauw method to anisotropic magnetoresistance measurements of ferromagnetic films*, J. Phys. D Appl. Phys. **52** (12pp) (2019), 075002.

- [29] M. A. Shazni, M. Haniff, H. W. Lee, D. C. S. Bien, H. Ishak, A. Azid, M. W. Lee, S. S. Embong, Surface morphology, resistivity, and magnetoresistance of Co, Fe, Ni, Co–Fe, and Ni–Fe nanoparticles on TiN layers induced by hydrogen plasma treatment, *Thin Solid Films* **550** (2014) 22–26.

## *Conclusion générale*

## **Conclusion générale**

Le but de ce travail de thèse est l'étude de l'effet de la concentration de Fe sur les propriétés structurales et magnétiques des couches minces de  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}$ , d'épaisseur 45 nm, déposés par évaporation sous vide, par effet Joule sur des substrats de Si (111), au sein du Laboratoire d'Etude des Surfaces et Interfaces de Matériaux Solides (L.E.S.I.M.S) de l'Université Sétif1 Ferhat ABBAS.

L'identification des éléments chimiques composant l'alliage, a été effectuée à l'aide de la technique de rétrodiffusion de Rutherford (RBS), au Centre de Recherche Nucléaire d'Alger (C.R.N.A). Les concentrations atomiques du fer sont comprises entre 20 et 45%.

L'étude structurale des films  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}$  /Si (111), réalisée à l'aide d'un diffractomètre de rayons X (DRX) du (C.R.N.A), montre que tous les films minces sont polycristallins, avec une orientation préférentielle  $\langle 111 \rangle$  et une phase cristalline cubique à face centrée. Les spectres de diffraction DRX présentent des pics de haute intensité à  $2\theta = 43,76^\circ$  correspondant au plan de diffraction  $\text{FeNi}_3$  (111) avec une structure cubique à face centrée (cfc) associée au groupe d'espace Pm-3m. Par ailleurs, un deuxième pic bas et relativement large est observé à  $2\theta = 51,14^\circ$ , pour x supérieur à 30 %, et identifié comme diffractant du plan  $\text{FeNi}_3$ (200). Tous les films sont sous contrainte de dilatation. Le paramètre de maille  $a$  et la microdéformation  $\varepsilon$  augmentent de façon quasi linéaire avec la teneur x en fer. Les valeurs de la taille des cristallites  $D$  augmentent de manière monotone de 15,42 à 44,18 nm avec l'ajout des atomes de fer.

Les observations par la microscopie à force atomique (AFM) ont été réalisées au sein du Laboratoire de Chimie, Ingénierie des Matériaux et Nanostructures (LCIMN) de l'Université Sétif1 Ferhat ABBAS. Les images AFM montrent que la rugosité des surfaces diminue en fonction de la teneur en Fe de 11.17 à 3.41 Å.

L'étude des cycles d'hystérésis obtenues à l'aide d'un magnétomètre à échantillon vibrant (VSM) au niveau du Laboratoire de Physico-Chimie des Matériaux (LPCM) de l'Université Chadli Bendjedid *El-Tarf*, montre que les films sont ferromagnétiques avec une anisotropie planaire (l'axe de facile aimantation est dans le plan de la couche). Nous avons étudié l'évolution des principaux paramètres magnétiques (l'aimantation à saturation  $M_s$ , le champ coercitif  $H_c$  et la squareness  $S$ ) en fonction de la concentration de Fe. L'aimantation à saturation  $M_s$  montre une augmentation linéaire progressive avec l'addition régulière

## *Conclusion générale*

d'atomes de fer, suivant la courbe de Slater-Pauling, tandis que le champ coercitif  $H_c$  diminue. Cependant,  $H_c$  montre une augmentation monotone en fonction de la rugosité de surface. Les valeurs de la squareness sont comprises entre une valeur minimale 0.33 pour la couche  $Fe_{30}Ni_{70}/Si$  (111) et une valeur maximale égale 0.86 pour l'échantillon  $Fe_{45}Ni_{55}/Si$  (111). Nous avons également étudié l'influence de la teneur en fer sur les principales propriétés électriques (la résistivité électrique  $\rho$ , la magnétorésistance  $\Delta R$  et la mobilité  $\mu$ ) des couches minces de  $Fe_xNi_{100-x}$ .

Les résultats expérimentaux des propriétés électriques ont été obtenus à l'aide du système de mesures (HMS) au sein du Laboratoire (L.E.S.I.M.S) de l'Université Sétif1 Ferhat ABBAS. La résistivité électrique ainsi que la magnétorésistance augmentent de manière monotone avec l'ajout des atomes de fer.

Les études faites sur les corrélations entre les propriétés structurales, magnétiques et électriques des films minces de Fe et d'alliages à base de Fe sont loin d'être entièrement maîtrisées. Pour comprendre parfaitement les mécanismes et évolutions de ses propriétés, afin de les optimiser aux diverses applications technologiques, de nombreuses questions restent néanmoins en suspens, et donc à défricher.

## Résumé

Des couches minces polycristallines de  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{1-x}$  ont été synthétisées avec succès par dépôt physique en phase vapeur sous vide. La teneur atomique en fer varie de 20 à 45 %. Les propriétés physiques des couches minces sont étudiées ainsi que l'impact du pourcentage de Fe sur leurs propriétés structurales, électriques et magnétiques est examiné. Pour déterminer la structure, la microstructure, la morphologie de surface, les compositions chimiques, les propriétés électriques et magnétiques, les films déposés ont été analysés par spectrométrie de rétrodiffusion Rutherford, diffraction des rayons X, microscopie à force atomique, système de mesures à effet Hall (HMS-3000) et magnétomètre à échantillon vibrant. Les spectres de diffraction des rayons X obtenus présentaient une structure cubique à faces centrées avec une orientation préférentielle  $\langle 111 \rangle$ . La taille des cristallites et le paramètre de réseau augmentent avec l'augmentation de la teneur en fer. La résistivité électrique et la magnétorésistance augmentent avec l'augmentation de pourcentage du fer dans le film, tandis que la mobilité diminue. Les courbes d'aimantation induisent un axe facile dans le plan sans aucune direction préférentielle. On constate également que  $M_s$  augmente et  $H_c$  diminue avec l'augmentation de la teneur en fer.

Mots clés : FeNi, DRX, RBS, VSM, Magnétisation, Résistivité électrique

## ملخص

تم تصنيع سلسلة من الرقائق متعددة الكريستالات  $Fe_xNi_{1-x}$  بنجاح عن طريق التبخير الفيزيائي تحت التفريغ. المحتوى الذري للحديد يتراوح من 20 إلى 45%. تمت دراسة الخواص الفيزيائية للطبقة الرقيقة ودراسة تأثير نسبة الحديد على الخواص التركيبية والكهربائية والمغناطيسية للطبقة الرقيقة. لتحديد هيكلتها، وبنيتها المجهرية، ومورفولوجيا السطح، والتركيبات الكيميائية، والخصائص الكهربائية والمغناطيسية، تم تحليل رقائق بواسطة مطياف مقياس زدر فوررد للتشتت العكسي الطيفي RBS، وانحراف الأشعة السينية XRD، ومجهر القوة الذرية AFM، ونظام قياس تأثير هول (HMS-3000) و جهاز قياس الخواص المغناطيسية VSM. أظهرت أطياف حيود الأشعة السينية التي تم تحقيقها بنية مكعبة مركزية للوجه مع اتجاه مفضل  $\langle 111 \rangle$ . يزداد حجم البلورات ووسيط الشبكة مع زيادة محتوى الحديد. تزداد المقاومة الكهربائية والمقاومة المغناطيسية بزيادة نسبة الحديد، بينما تقل الحركة الكهربائية. تستنتج منحنيات المغنطة وجود محور سهل في المستوى دون أي اتجاه تفضيلي. وجد أيضاً أن  $M_s$  يزداد و  $H_c$  يتناقص مع زيادة محتوى الحديد.

الكلمات المفتاحية: FeNi، XRD، RBS، VSM، مغنطة، مقاومة كهربائية

## Abstract

Polycrystalline  $Fe_xNi_{1-x}$  thin films were successfully synthesized via physical vapor deposition under vacuum. The iron atomic content is ranging from 20 to 45%. The thin films physical properties are studied and the impact of Fe percentage on their structural, electrical and magnetic properties is examined. To determine their structure, microstructure, surface morphology, chemical compositions, electrical and magnetic properties, the deposited films were analyzed by Rutherford Backscattering Spectrometry, X-ray diffraction, atomic force microscopy, Hall Effect measurement system (HMS-3000) and Vibrating Sample Magnetometer tools. The achieved X-ray diffraction spectra exhibited face centered cubic structure with  $\langle 111 \rangle$  preferred orientation. The crystallite size and lattice parameter increase with increasing iron content. Both of electrical resistivity and magnetoresistance decrease with increasing iron percentage, whereas mobility decreases. Magnetization curves infer an in-plane easy axis without any preferential direction. It is also found that  $M_s$  increases and  $H_c$  decreases with iron content increase.

Keywords: FeNi, XRD, RBS, VSM, Magnetization, Electrical resistivity