Dépôt d'alliages amorphes NixAg1 - x par pulvérisation RF ; étude en temps réel de leurs cinétiques de cristallisation

L. Protin, J. Grenet, G. Fleury

► To cite this version:

L. Protin, J. Grenet, G. Fleury. Dépôt d'alliages amorphes NixAg1 - x par pulvérisation RF ; étude en temps réel de leurs cinétiques de cristallisation. *Revue de Physique Appliquée*, 1986, 21 (12), pp.775-784. 10.1051/rphysap:019860021012077500 . jpa-00245498

HAL Id: jpa-00245498

<https://hal.science/jpa-00245498>

Submitted on 1 Jan 1986

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Classification
Physics Abstracts
81.15C — 81.10J — 72.10G

Dépôt d'alliages amorphes $\text{Ni}_x\text{Ag}_{1-x}$ par pulvérisation RF ; étude en temps réel de leurs cinétiques de cristallisation

L. Protin ⁽¹⁾, J. Grenet ⁽¹⁾ et G. Fleury ⁽²⁾

⁽¹⁾ Laboratoire d'Etude des Couches Minces Amorphes et Polycristallines, Faculté des Sciences, B.P. 67, 76130 Mont-Saint-Aignan, France

⁽²⁾ Laboratoire d'Electronique et d'Automatique, Composants de l'Université du Havre, place Robert-Schumann, 76600 Le Havre, France

(Reçu le 19 décembre 1985, révisé le 19 juin 1986, accepté le 25 août 1986)

Résumé. — Le dispositif expérimental d'obtention reproductible de couches minces d'alliages métalliques amorphes $\text{Ni}_x\text{Ag}_{1-x}$ est décrit ainsi que le matériel d'étude en temps réel de leurs cinétiques de cristallisation. On montre l'influence du processus expérimental d'obtention des couches sur la reproductibilité. L'étude, en temps réel, des cinétiques de cristallisation en régime isotherme de quelques échantillons permet une certaine caractérisation de l'état initial des couches obtenues.

Abstract. — The experimental system performed to obtain reproducible amorphous $\text{Ni}_x\text{Ag}_{1-x}$ thin films and the apparatus used to study the crystallization kinetics in real-time are here described. We show the effect of the experimental deposition processus on the reproducibility. The studies, in real-time, of the isothermal crystallization kinetics for some samples lead to a certain characterization of the initial state of the samples.

1. Introduction.

Les applications industrielles existantes et potentielles des composés métalliques amorphes ont montré l'intérêt de développer des techniques de fabrication permettant une meilleure reproductibilité de leur composition et de leurs paramètres électriques.

Nous avons adopté un dispositif de pulvérisation cathodique RF en ultra-vide à la fabrication de couches minces amorphes du composé binaire métallique $\text{Ni}_x\text{Ag}_{1-x}$. Ce composé, très peu étudié jusqu'alors parce que difficile à obtenir à l'état amorphe, a été choisi dans le but de réaliser des couches minces amorphes ferromagnétiques à la température ambiante.

Dans un premier temps, nous nous sommes attachés à la reproductibilité des paramètres de ces couches ; puis par des mesures de résistivité *in situ*, nous avons montré que l'étude des cinétiques de cristallisation en régime isotherme permet une certaine caractérisation de l'état initial des échantillons.

2. Dispositif expérimental.

2.1 OBTENTION DES COUCHES. — Le dispositif de pulvérisation diode RF, décrit précédemment [1, 2], monté dans une enceinte ultra-vide a été modifié

pour permettre le dépôt d'alliages métalliques amorphes. Il comprend (Fig. 1) :

— le plateau d'anode (Fig. 2) régulé à $\pm 0,2$ K de 88 K à 673 K [3] permettant la fabrication simultanée de trois échantillons lors de chaque dépôt effectué à une température de 88 K :

- i) un échantillon déposé sur sel pour l'étude de la structure,
- ii) un échantillon déposé sur verre vycor pour l'étude des propriétés magnétiques [4],
- iii) un échantillon déposé sur verre vycor pour l'étude des cinétiques de cristallisation ;

— la cathode, collée sur un bloc de cuivre refroidi à l'eau, constituée d'un disque de nickel (pureté 99,9 %) de diamètre 120 mm sur lequel est également rapporté, par collage, un nombre variable de pastilles d'argent (10×10 mm, pureté 99,95 %).

La figure 3 montre la répartition des pastilles d'argent sur le disque de nickel en fonction du pourcentage atomique d'argent des échantillons pulvérisés (le dosage est effectué par fluorescence X).

Des contacts en nickel de 5 000 Å d'épaisseur sont déposés par pulvérisation RF sur les substrats en verre, préalablement au dépôt de l'alliage $\text{Ni}_x\text{Ag}_{1-x}$. L'étude des propriétés électriques des couches déposées à 88 K puis recuites à 673 K a demandé une

Fig. 1. — Enceinte de pulvérisation.

[Sputtering chamber.]

prise de contacts à quatre fils (Fig. 4) ; cette technique de contacts sur des couches minces s'est avérée très fiable malgré les variations importantes de la température.

2.2 MESURE EN TEMPS RÉEL DE L'ÉPAISSEUR DES COUCHES. — Nous avons adopté les méthodes de mesure par microbalance à quartz vibrant [5-7] au dépôt d'alliages sur support froid. Pour cela, nous avons mis au point une méthode de mesure différentielle [8] qui utilise deux quartz placés dans les mêmes conditions thermiques que le porte-substrat. La mesure de la variation de fréquence due au

dépôt, par battement et fréquencesmètre numérique a été remplacée par une mesure séquentielle des périodes d'oscillation des quartz de mesure et de référence. La mémorisation de ces diverses périodes et le calcul de l'épaisseur du dépôt sont effectués par un microprocesseur. Ce dispositif permet la mesure en temps réel de l'épaisseur des couches déposées sur des substrats dont la température peut varier de 88 K à 676 K.

2.3 DISPOSITIF D'ACQUISITION EN TEMPS RÉEL DES CINÉTIQUES DE CRISTALLISATION. — Le dispositif expérimental décrit précédemment nous permet

Fig. 2. — Porte-substrats.
[Substrata holder.]

Fig. 3. — Disposition des pastilles d'argent sur la cible de nickel.
[Silver patch on the nickel target.]

Fig. 4. — Disposition des électrodes de mesure.

[Measurement electrodes arrangement.]

d'obtenir des couches minces de $\text{Ni}_x\text{Ag}_{1-x}$ dont la composition atomique en argent varie de 0 à 40 %. S'il est difficile de caractériser l'état amorphe, il est plus aisé d'observer sa disparition par cristallisation lors d'un traitement thermique.

Nous avons choisi de mesurer *in situ* les variations de la résistivité des composés $\text{Ni}_x\text{Ag}_{1-x}$ lors de recuits isothermes. Cette technique permet en effet :

- d'effectuer une étude sur un composé après son dépôt sans remise à l'air libre,

- de déduire certains paramètres de la phase initiale en appliquant les modèles développés en cristallisation isotherme par Germain *et al.* [9] pour

du germanium et du silicium dont les rapports des conductivités amorphe et cristalline sont de 10 à 20, puis par Fleury *et al.* [10] pour du sélénium et du sélénium-bismuth (rapports de conductivité de 10^3 à 10^5) et enfin par Grenet *et al.* [11] dans le cas d'un régime dynamique de température.

Les cinétiques de cristallisation pouvant, selon la température de recuit, être fort longues, nous avons réalisé un dispositif expérimental permettant, en temps réel, l'acquisition automatique des données et leur traitement.

Ce dispositif comprend :

- L'acquisition échantillonnée des cinétiques de

Fig. 5. — Schéma du système d'acquisition de données.

[Schematic diagram of the data acquisition system.]

cristallisation à l'aide d'un microordinateur réalisé au laboratoire et architecturé autour du microprocesseur 6800 de Motorola.

— La mémorisation des paramètres temps et résistance des couches, température de recuit à l'aide d'un logiciel temps réel en assembleur.

— Le calcul de la fraction cristallisée.

— Le tracé automatique sur table traçante des courbes montrant l'évolution de la fraction cristallisée et l'évolution du rapport R_a/R_m (résistance amorphe/résistance à l'instant t) avec le temps pendant un recuit isotherme.

— Le calcul à partir de ces courbes (en utilisant les modèles cités précédemment) des paramètres des couches amorphes : rayon moyen et densité moyenne des cristallites initiaux, vitesse de croissance.

Le logiciel utilisé pour l'ensemble de ces calculs et le tracé automatique a été réalisé en Basic. Le schéma synoptique de l'ensemble d'acquisition est donné par la figure 5.

3. Résultats expérimentaux.

3.1 INFLUENCE DE LA COMPOSITION SUR LA RÉSISTIVITÉ. — Les couches sont préparées par pulvérisation cathodique RF sous atmosphère d'Argon N60 (Air Liquide) à une pression de 10^{-3} torr. La puissance RF utilisée est de $1,5 \text{ W cm}^{-2}$; une induction longitudinale de 10^{-2} T est appliquée pendant le dépôt. Les substrats sont maintenus à la température de 88 K pendant le dépôt.

La figure 6 montre la variation de la résistivité de

Fig. 6. — Résistivité du $\text{Ni}_x\text{Ag}_{1-x}$ à 300 K en fonction de la composition des couches.

[$\text{Ni}_x\text{Ag}_{1-x}$ resistivity (at 300 K) versus composition of films.]

l'alliage $\text{Ni}_x\text{Ag}_{1-x}$ obtenu, à 300 K, avec le pourcentage atomique d'argent.

3.2 INFLUENCE DES CONDITIONS DE PRÉPARATION.

— La figure 7 montre une évolution irréversible de la résistivité vers 180 K lors d'un retour à la température ambiante. Cette variation de résistivité corrélée à une remontée importante de pression dans l'enceinte (Fig. 8) est due à la désorption de vapeur d'eau absorbée sur la surface du substrat pendant la phase de refroidissement. En effet cette variation de résistivité est d'autant plus importante que le temps de mise en froid du porte-substrat est long et que la

Fig. 7. — Variation de la résistivité avec la température.
[Evolution of the resistivity with the temperature.]

Fig. 8. — Corrélation entre la désorption d'eau et la résistivité.

[Correlation between the water desorption and the resistivity.]

pression dans l'enceinte est élevée. De plus, l'étude des tensions de vapeur des différents gaz présents dans l'enceinte (détectés par un analyseur de gaz) montre que la tension de vapeur d'eau à 175 K se situe aux environs de 10^{-5} torr.

Nous avons réduit fortement ce phénomène en utilisant un processus de fabrication très strict où les pressions dans l'enceinte, les durées de dégazage et les temps de mise en froid des substrats sont fixés impérativement pour tous les dépôts. Cette technique a permis de diminuer d'un facteur 5 d'une part l'amplitude du pic de remontée de pression et d'autre part d'obtenir des couches de comportement reproductible à partir de 15 % d'argent.

3.3 CINÉTIQUES DE TRANSFORMATION EN RÉGIME NON ISOTHERME. — La figure 9 montre l'évolution de la résistivité des couches pour des pourcentages atomiques d'argent variant de 0 à 39 % et pour des traitements thermiques identiques.

Les couches (5) et (6) (Fig. 9) sont amorphes au sens de la microscopie électronique (halos annulaires diffus dont l'épaisseur diminue avec l'angle de diffraction, Fig. 10 (a)) alors que les autres (composition inférieure à 20 %) sont microcristallisées.

Le retour à la température ambiante (zone AD) s'effectue avec un coefficient de température faible pour les couches amorphes. Les variations de la résistivité dans la zone BC (180 K) ne sont significatives que pour les couches microcristallisées. Elles doivent être reliées à la désorption de l'eau du substrat (cf. § 3.2).

La transformation amorphe cristal (cf. § 3.4) est mise en évidence par la décroissance rapide de la résistivité (zone EF) dans une zone étroite de température autour de 400 K (analogue, par exemple, à celle observée sur les alliages métalliques du type cuivre-argent [12]).

La diffraction électronique pratiquée sur des échantillons dans la zone FG met en évidence un diagramme de points correspondant à une démixtion en deux phases cristallines d'argent et de nickel (Figs. 10 (b) et 10 (c)).

3.4 CINÉTIQUE DE CRISTALLISATION ISOTHERME.

— Cette étude est menée sur des couches amorphes reproductibles (composition : 30 % atomique d'argent), entre 373 K et 398 K (plage de température fixée par l'étude en régime non isotherme). Le protocole d'étude est le suivant :

— Montée en température : à $t = 0$, on porte rapidement le substrat à la température T de recuit.

— Régime isotherme : on enregistre les variations des différents paramètres jusqu'à ce que la résistance R_m de l'échantillon n'évolue plus.

— Retour à l'ambiante : ce retour permet de mesurer la résistance R_a de la couche après cristallisation isotherme. Cette quantité permet de comparer l'état des couches après différents recuits.

— Second recuit de la couche : la couche est portée pendant 2 heures à la température de 673 K pour obtenir le maximum de cristallisation (minimum de résistance R_c).

Fig. 9. — Variations de la résistivité avec la température en fonction de la composition de l'alliage.

[Effects of the composition on the variations of the resistivity with the temperature.]

Fig. 10. — Diffraction et microscopie électronique sur un film $\text{Ni}_{0.61}\text{Ag}_{0.39}$: (a) Avant recuit (amorphe) ; (b) après recuit (cristallisé) ; (c) un champ sombre sur le 1^{er} anneau montre la démixtion en deux phases.

[Electron micrographs and diffraction patterns from a $\text{Ni}_{0.61}\text{Ag}_{0.39}$ film : (a) before annealing (amorphous) ; (b) after annealing (crystallized) ; (c) a dark field micrograph on the first ring showing the demixtion in two phases.]

Fig. 11. — Variations de la résistance d'une couche de $\text{Ni}_{61}\text{Ag}_{39}$ pendant la cristallisation.

[The resistance of a $\text{Ni}_{61}\text{Ag}_{39}$ film during the crystallization.]

La figure 11 rassemble les diverses phases de ce protocole d'étude.

Selon le modèle de Germain, l'évolution de la conductivité pendant le recuit isotherme est lié à une transformation amorphe-cristal, l'évolution de la fraction cristallisée $x(t)$ étant donnée par l'équation de transformation de Johnson-Mehl et Avrami [13, 14] :

$$x(t) = 1 - \exp(-Kt^n) = V_e(t)/V,$$

avec

n : paramètre dépendant de la vitesse et du type de croissance ;

K : fonction de la température, dépend en général de la germination et de la croissance ;

$V_e(t)$: volume étendu au sens d'Avrami ;

V : volume total de l'échantillon.

Pour une couche mince, Landauer [15] a montré que la fraction cristallisée $x(t)$ peut se calculer à partir des conductivités amorphe, cristallisée et à l'instant t : σ_a , σ_c et σ . Exprimée en fonction des résistances, la relation de Landauer s'écrit :

$$\begin{aligned} \text{Ln} \left(\frac{1}{1-x} \right) &= \\ &= \text{Ln} \left[1 - \left(\frac{R_m - R_a}{R_m + 2R_a} \right) \left(\frac{R_m - R_c}{R_m + 2R_c} \right)^{-1} \right], \end{aligned}$$

Tableau I.

[The different ways of crystallization (x : the crystallized fraction).]

	HOMOGENE			HETEROGENE							
				C.I.V.			C.I.S.				
				$a_o > e$	$a_o < e$		$a_o >> e$		$a_o = e$		
	$t < t_1$	$t > t_1$		$t < t_1$	$t > t_1$		$t < t_1$	$t > t_1$		$t < t_1$	$t > t_1$
y	$\frac{\pi}{3} N v^3 t^3$	$\frac{\pi}{3} N v^2 t^3$	$\frac{\pi P}{S} (a_o + vt)^2$	$\frac{4}{3} \frac{\pi P}{S e} (a_o + vt)^3$	$\frac{\pi P}{S} (a_o + vt)^2$		$\frac{\pi P}{S e} a_o^2 vt$	$\frac{\pi P}{S} (a_o + vt)^2$		$\frac{\pi P}{S e} (a_o^2 vt + \frac{2}{3} v^3 t^3)$	$\frac{\pi P}{S} (a_o + vt)^2$
	HOMOGENE			+ C.I.V.							
	$a_o > e$			$a_o < e$							
	$t < t_1$	$t > t_1$		$t < t_1$	$t_1 < t < t_1$	$t > t_1$					
y	$\frac{\pi}{3} N v^3 t^3 + \frac{\pi P}{S} (a_o + vt)^2$	$\frac{\pi}{3} N v^2 t^3 + \frac{\pi P}{S} (a_o + vt)^2$		$\frac{\pi}{3} N v^3 t^3 + \frac{4}{3} \frac{\pi P}{S e} (a_o + vt)^3$	$\frac{\pi}{3} N v^3 t^3 + \frac{\pi P}{S} (a_o + vt)^2$	$\frac{\pi}{3} N v^2 t^3 + \frac{\pi P}{S} (a_o + vt)^2$					
	HOMOGENE			+ C.I.S.							
	$t < t_1$			$t > t_1$							
	$a_o >> e$		$a_o = e$								
y	$\frac{\pi}{3} N v^3 t^3 + \frac{\pi P}{S e} a_o^2 vt$	$\frac{\pi}{3} N v^3 t^3 + \frac{\pi P}{S e} (a_o^2 vt + \frac{2}{3} v^3 t^3)$	$\frac{\pi}{3} N v^2 t^3 + \frac{\pi P}{S} (a_o + vt)^2$								

C.I.V. : Cristallisation induite en volume

C.I.S. : Cristallisation induite en surface

 v : vitesse de croissance (V_g)

$$y = \text{Log} \left(\frac{1}{1-x} \right).$$

avec R_a , R_c et R_m résistance à l'état amorphe, cristallisé et à l'instant t .

Suivant la nature de la germination (homogène ou hétérogène), l'origine des cristallites dans la couche (volume ou interface), le type de croissance, il est possible de déterminer la valeur de $\text{Ln} \left(\frac{1}{1-x} \right)$ en fonction du rayon initial des cristallites a_0 , de leur concentration P/S , de la vitesse de croissance cristalline V_g et de l'épaisseur de l'échantillon e [9, 10]. L'ensemble des résultats est résumé dans le tableau I.

L'évolution de la fraction cristallisée avec le temps est alors décrite par l'expression générale

$$\text{Ln} \left(\frac{1}{1-x} \right) = \sum \lambda_i t^i.$$

Le tracé expérimental de $\text{Ln} \left[\text{Ln} \left(\frac{1}{1-x} \right) \right]$ en fonction de $\text{Ln}(t)$ fait apparaître plusieurs portions linéaires (voir par exemple la Fig. 12) dont chacune reflète un régime de croissance développé dans le tableau I. A partir des pentes r_i de chacune de ces portions linéaires et des expressions de croissance cristalline, nous pouvons déterminer les valeurs des expressions λ_i et par suite les paramètres V_g , a_0 , P/S de la cristallisation.

Selon le type de cristallisation déterminé — hétérogène de volume et de surface dans le cas de nos couches —, les paramètres sont calculés à partir des résultats rassemblés dans les tableaux II et III.

Fig. 12. — Variations du rapport R_a/R_m et de la fraction cristallisée x avec le temps (couche CB1).

[Variations of R_a/R_m and of the crystallization part with time (film CB1).]

Le dispositif expérimental réalisé (cf. § 2.3) permet, à partir des fichiers de mesure de R_a , R_m , R_c et t , de tracer $\text{Ln} \left[\text{Ln} \left(\frac{1}{1-x} \right) \right]$ en fonction de $\text{Ln} t$ et R_a/R_m en fonction de t , puis de calculer les diverses pentes λ_i et suivant le modèle retenu de calculer les paramètres a_0 , P/S et V_g .

Les figures 12, 13 et 14 présentent les résultats obtenus pour des températures de recuit de 390, 392

Tableau II. — *Cristallisation hétérogène de volume.*
 τ : temps critique = temps au bout duquel on passe d'une croissance sphérique à une croissance cylindrique.

[Heterogeneous crystallization in bulk. τ = critical time = elapsed time when the spherical growing becomes cylindrical.]

	v_g	P/S	a_o
$a_o < e$	$\frac{e}{2} - \frac{a_o}{\tau}$	$\frac{3 e \lambda_3}{4 \pi v_g^3}$	$\left(\frac{\lambda_1 e}{4 \pi v_g P/S}\right)^{1/2}$
$a_o > e$	$\frac{e}{2} - \frac{a_o}{\tau}$	$\frac{\lambda_2}{\pi v_g^2}$	$\frac{\lambda_1}{2 \pi v_g P/S}$

Tableau III. — *Cristallisation hétérogène de surface.*
 τ : temps critique.

[Heterogeneous crystallization from the surface. τ : critical time.]

	v_g	P/S	a_o
$a_o \approx e$ $0 < t < \tau$	$\frac{e}{\tau}$	$\frac{3 \lambda_3 e}{2 \pi v_g^3}$	$\left(\frac{\lambda_1 e}{\pi P/S v_g}\right)^{1/2}$
$a_o \approx e$ $t > \tau$	$\frac{e}{\tau}$	$\frac{\lambda_2}{\pi v_g^2}$	$\frac{\lambda_1}{2 \pi v_g P/S}$
$a_o \gg e$ $0 < t < \tau$	$\frac{e}{\tau}$	Impossible	$\frac{\lambda_1 e}{\pi v_g P/S}$
$a_o \gg e$ $t > \tau$	$\frac{e}{\tau}$	$\frac{\lambda_2}{\pi v_g^2}$	$\frac{\lambda_1}{2 \pi v_g P/S}$

et 398 K. Elles font apparaître des régimes en 1-2-3 et 2. En dessous d'une température de 385 K, on trouve des régimes en 1 et 2 pour lesquels aucun modèle ne s'applique ; dans ce cas, aucun type de transformation n'est prépondérant.

Les différents régimes observés sur les figures sont caractéristiques d'une cristallisation hétérogène en volume quand $a_0 < e$. Le tableau IV regroupe les différents résultats obtenus.

Ce tableau fait apparaître l'influence des paramètres de la pulvérisation sur l'état initial des couches. Les couches D1 (épaisseur 490 Å) et D2 (épaisseur 500 Å) (Figs. 13 et 14) fabriquées dans les mêmes

Fig. 13. — Variations du rapport R_a/R_m et de la fraction cristallisée x avec le temps (couche CD1).
[Variations of R_a/R_m and of the crystallization part with time (film CD1).]

Fig. 14. — Variations du rapport R_a/R_m et de la fraction cristallisée x avec le temps (couche CD2).
[Variations of R_a/R_m and of the crystallization part with time (film CD2).]

Tableau IV. — *Ensemble de résultats pour différents échantillons.*
[Set of results for different samples.]

Paramètres	Couche CB1 T = 390K	Couche CD1 T = 392K	Couche CD2 T = 398K
e (Å)	800	490	500
λ_1	$6,318 \cdot 10^{-5}$	$1,355 \cdot 10^{-4}$	$1,173 \cdot 10^{-4}$
λ_3	$3,537 \cdot 10^{-11}$	$1,233 \cdot 10^{-10}$	$7,311 \cdot 10^{-11}$
τ (min)	35	25	30
v_g (Å/s)	0,138	0,12	0,10
a (Å)	106	71	73
P/S (cm ⁻²)	$4,5 \cdot 10^{10}$	$8,5 \cdot 10^{10}$	$9 \cdot 10^{10}$
R_a (Ω)	24,3	36	34

conditions et les mêmes paramètres de pulvérisation montrent :

- des concentrations moyennes de cristallites initiaux voisines,
- des rayons moyens de cristallites initiaux du même ordre de grandeur,
- une fraction volumique initialement cristallisée de l'ordre de 1 %.

La couche B1 (Fig. 12) fabriquée avec un temps de pulvérisation plus long (épaisseur 800 Å) montre que le diamètre moyen des cristallites initiaux est plus élevé, leur concentration étant du même ordre de grandeur, le volume initial cristallisé étant sensiblement plus important.

Conclusion.

Le dispositif expérimental de pulvérisation cathodique radiofréquence décrit a permis la fabrication de manière reproductible de couches minces amorphes de $\text{Ni}_x\text{Ag}_{1-x}$ pour des compositions atomiques d'argent variant de 20 à 40 % difficilement réalisables jusqu'alors.

L'étude *in situ* de la résistivité des dépôts a montré l'influence prépondérante du processus de fabrication et l'importance du réarrangement structural lors de la désorption de la vapeur d'eau. Elle a montré également le passage progressif en fonction du pourcentage d'argent de l'état microcristallisé à l'état amorphe suggérant ainsi l'interpénétration d'importance relative de deux matrices amorphe et cristallisée.

L'étude des cinétiques de cristallisation en régime isotherme a montré l'application possible sous certaines conditions de température de recuit du modèle de Germain *et al.* à l'alliage amorphe $\text{Ni}_{0,61}\text{Ag}_{0,39}$, la présence de cristallites initiaux dans le volume des couches pulvérisées contrairement aux observations effectuées sur des couches évaporées où la cristallisation se développe préférentiellement à l'interface couche substrat.

Elle a montré également une fraction cristallisée initiale inférieure à 1 % du volume total de la couche pour les films amorphes.

Enfin elle a montré l'intérêt du dispositif d'acquisition et de traitement automatisé qui a permis de mettre en évidence des changements de régime, même de courte durée.

Bibliographie

- [1] PROTIN, L., *Le Vide* **185** (1976) 167.
- [2] PROTIN, L., FLEURY, G., VAUTIER, C., *Vacuum* **34** (1984) 791.
- [3] LEFRANÇOIS, G., PROTIN, L., CARLES, D., *Le Vide* **6** (1981) 209.
- [4] LE BAS, J., PROTIN, L., DITTMAR, E., DUBOIS, D., *Thin Solid Films* **74** (1980) 35.
- [5] LOSTIS, P., *Rev. Opt.* **38** (1959) 1.
- [6] GOUAULT, J., *J. Phys. Radium, suppl.* n° 10, **24** (1963) 165.
- [7] KAUSHIK, D. K., CHATTOPADHYAYA, S. K., NATH, N., *J. Phys. E* **14** (1981) 345.
- [8] PROTIN, L., FLEURY, G., *Le Vide*, à paraître.
- [9] GERMAIN, P., ZELLAMA, K., SQUELARD, S., BOURGOIN, J. C., *J. Appl. Phys.* **50** (1979) 6986.
- [10] FLEURY, G., LHERMITTE, C., VIGER, C., *J. Non-Cryst. Solids* (1982).
- [11] GRENET, J., LARMAGNAC, J. P., MICHON, P., *J. of Therm. Anal.* **25** (1982) 539-62.
- [12] MADER, S., NOWICK, A. S., WIDMER, H., *Acta Metall.* **15** (1967) 203.
- [13] AVRAMI, M., *J. Chem. Phys.* **8** (1940) 212.
- [14] JOHNSON, W. A., MEHL, R. F., *Trans. Am. Inst. Min.* **168** (1939) 1068.
- [15] LANDAUER, R., *J. Appl. Phys.* **23** (1952) 779.