

THÈSE

présentée à

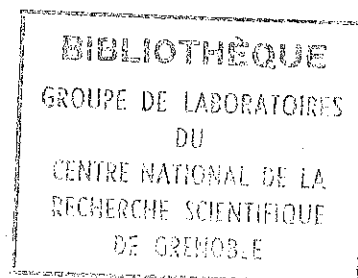
L'UNIVERSITÉ SCIENTIFIQUE ET MÉDICALE
DE GRENOBLE

pour obtenir le grade de
DOCTEUR-INGÉNIEUR

par

Roland MAURY

Ingénieur I.E.G.



MESURES DILATOMETRIQUES PAR JAUGES DE CONTRAINTE APPLICATION A LA MESURE DES COMPRESSIBILITES ET A L'ETUDE DES PROPRIETES MAGNETOELASTIQUES DE L'OXYDE DE MANGANESE

Soutenu le 14 décembre 1973 devant la Commission d'Examen

MM. L. NÉEL

Président

D. BLOCH
P. CARRARA
F. CHAISSÉ
R. GEORGES
R. PAUTHENET

} *Examineurs*

LISTE DES PROFESSEURS

UNIVERSITE SCIENTIFIQUE
ET MEDICALE DE GRENOBLE

et

INSTITUT NATIONAL
POLYTECHNIQUE DE GRENOBLE

- Président : Monsieur Michel SOUTIF

- Président : Monsieur Louis NEEL

PROFESSEURS TITULAIRES

MM.	ANGLES D'AURIAC Paul	Mécanique des fluides
	ARNAUD Georges	Clinique des maladies infectieuses
	ARNAUD Paul	Chimie
	AUBERT Guy	Physique
	AYANT Yves	Physique approfondie
Mme	BARBIER Marie-Jeanne	Electrochimie
MM.	BARBIER Jean-Claude	Physique expérimentale
	BARBIER Reynold	Géologie appliquée
	BARJON Robert	Physique nucléaire
	BARNOUD Fernand	Biosynthèse de la cellulose
	BARRA Jean-René	Statistiques
	BARRIE Joseph	Clinique chirurgicale
	BEAUDOING André	Pédiatrie
	BENOIT Jean	Radioélectricité
	BERNARD Alain	Mathématiques Pures
Mme	BERTRANDIAS Françoise	Mathématiques Pures
MM.	BESSON Jean	Electrochimie
	BEZES Henri	Chirurgie générale
	BLAMBERT Maurice	Mathématiques Pures
	BOLLIET Louis	Informatique (IUT B)
	BONNET Georges	Electrotechnique
	BONNET Jean-Louis	Clinique ophtalmologique
	BONNETAIN Lucien	Chimie minérale
	BONNET-EYMARD Joseph	Pathologie médicale
	BONNIER Etienne	Electrochimie Electrometallurgie
	BOUCHERLE André	Chimie et Toxicologie
	BOUCHEZ Robert	Physique nucléaire
	BOUSSARD Jean-Claude	Mathématiques Appliquées
	BRAVARD Yves	Géographie
	BRISSONNEAU Pierre	Physique du Solide
	BUYLE-BODIN Maurice	Electronique
	CABANAC Jean	Pathologie chirurgicale
	CABANEL Guy	Clinique rhumatologique et hydrologie
	CALAS François	Anatomie
	CARRAZ Gilbert	Biologie animale et pharmacodynamie
	CAU Gabriel	Médecine légale et Toxicologie
	CAUQUIS Georges	Chimie organique
	CHABAUTY Claude	Mathématiques Pures
	CHARACHON Robert	Oto-Rhino-Laryngologie
	CHATEAU Robert	Thérapeutique
	CHENE Marcel	Chimie papetière
	CHIBON Pierre	Biologie animale
	COEUR André	Pharmacie chimique
	CONTAMIN Robert	Clinique gynécologique
	COUDERC Pierre	Anatomie Pathologique
	COUMES André	Radioélectricité
	CRAYA Antoine	Mécanique
Mme	DEBELMAS Anne-Marie	Matière médicale
MM.	DEBELMAS Jacques	Géologie générale
	DEGRANGE Charles	Zoologie
	DEPORTES Charles	Chimie minérale
	DESRE Pierre	Métallurgie
	DESSAUX Georges	Physiologie animale

MM.	DODU Jacques	Mécanique appliquée
	DOLIQUE Jean-Michel	Physique des plasmas
	DREYFUS Bernard	Thermodynamique
	DUCROS Pierre	Cristallographie
	DUGOIS Pierre	Clinique de Dermatologie et Syphillographie
	FAU René	Clinique neuro-psychiatrique
	FELICI Noël	Electrostatique
	GAGNAIRE Didier	Chimie physique
	GALLISSOT François	Mathématiques Pures
	GALVANI Octave	Mathématiques Pures
	GASTINEL Noël	Analyse numérique
	GAVEND Michel	Pharmacologie
	GEINDRE Michel	Electroradiologie
	GERBER Robert	Mathématiques Pures
	GERMAIN Jean-Pierre	Mécanique
	GIRAUD Pierre	Géologie
	KAHANE André	Physique générale
	KLEIN Joseph	Mathématiques Pures
	KOSZUL Jean-Louis	Mathématiques Pures
	KRAVTCHEKOV Julien	Mécanique
	KUNTZMANN Jean	Mathématiques Appliquées
	LACAZE Albert	Thermodynamique
	LACHARME Jean	Biologie végétale
	LAJZEROWICZ Joseph	Physique
	LATREILLE René	Chirurgie générale
	LATURAZE Jean	Biochimie pharmaceutique
	LAURENT Pierre	Mathématiques Appliquées
	LEDRU Jean	Clinique médicale B
	LLIBOUTRY Louis	Géophysique
	LONGEQUEUE Jean-Pierre	Physique nucléaire
	LOUP Jean	Géographie
Mlle	LUTZ Elisabeth	Mathématiques Pures
	MALGRANGE Bernard	Mathématiques Pures
	MALINAS Yves	Clinique obstétricale
	MARTIN-NOEL Pierre	Seméiologie médicale
	MAZARE Yves	Clinique médicale A
	MICHEL Robert	Minéralogie et Pétrographie
	MOURIQUAND Claude	Histologie
	MOUSSA André	Chimie nucléaire
	NEEL Louis	Physique du Solide
	OZENDA Paul	Botanique
	PAUTHENET René	Electrotechnique
	PAYAN Jean-Jacques	Mathématiques Pures
	PEBAY-PEYROULA Jean-Claude	Physique
	PERRET René	Servomécanismes
	RASSAT André	Chimie systématique
	RENARD Michel	Thermodynamique
	REULOS René	Physique Industrielle
	RINALDI Renaud	Physique
	ROGET Jean	Clinique de pédiatrie et de puériculture
	DE ROUEMONT Jacques	Neurologie
	SANTON Lucien	Mécanique
	SEIGNEURIN Raymond	Microbiologie et Hygiène
	SENGEL Philippe	Zoologie
	SILBERT Robert	Mécanique des fluides
	SOUTIE Michel	Physique générale
	TANCHE Maurice	Physiologie
	TRAYNARD Philippe	Chimie générale
	VAILLANT François	Zoologie
	VALENTIN Jacques	Physique Nucléaire
	VAUQUOIS Bernard	Calcul électronique
Mme	VERAIN Alice	Pharmacie galénique
M.	VERAIN André	Physique
MM.	VEYRET Paul	Géographie
	VIGNAIS Pierre	Biochimie médicale
	YOCOZ Jean	Physique nucléaire théorique

PROFESSEURS ASSOCIES

MM. CHEEKE John	Thermodynamique
GILLESPIE John	I.S.N.
ROCKAFELLAR Ralph	Mathématiques appliquées
WOHLFARTH Erich	Physique du solide

PROFESSEURS SANS CHAIRE

MM. BELORIZKY Elie	Physique
BENZAKEN Claude	Mathématiques appliquées
BERTRANDIAS Jean-Paul	Mathématiques appliquées
BIAREZ Jean-Pierre	Mécanique
Mme BONNIER Jane	Chimie générale
MM. CARLIER Georges	Biologie végétale
COHEN Joseph	Electrotechnique
DEPASSEL Roger	Mécanique des Fluides
DURAND Francis	Métallurgie
GAUTHIER Yves	Sciences biologiques
GAUTRON René	Chimie
GIDON Paul	Géologie et Minéralogie
GLENAT René	Chimie organique
HACQUES Gérard	Calcul numérique
IDELMAN Simon	Physiologie animale
JANIN Bernard	Géographie
JOLY Jean-René	Mathématiques pures
JULLIEN Pierre	Mathématiques appliquées
Mme KAHANE Josette	Physique
MM. MAYNARD Roger	Physique du solide
MULLER Jean-Michel	Thérapeutique
PERRIAUX Jean-Jacques	Géologie et minéralogie
PFISTER Jean-Claude	Physique du solide
PIERY Yvette	Physiologie animale
POULOUJADOFF Michel	Electrotechnique
REBECQ Jacques	Biologie (CUS)
REVOL Michel	Urologie
REYMOND Jean-Charles	Chirurgie générale
ROBERT André	Chimie papetière
SARRAZIN Roger	Anatomie et chirurgie
SARROT-REYNAULD Jean	Géologie
SIBILLE Robert	Construction Mécanique
SIROT Louis	Chirurgie générale
Mme SOUTIF Jeanne	Physique générale
MM. VIALON Pierre	Géologie
VAN CUTSEM Bernard	Mathématiques appliquées
ZADWORNÝ François	Electronique

MAITRES DE CONFERENCES ET MAITRES DE CONFERENCES AGREGES

Mie AGNIUS-DELORD Claudine	Physique pharmaceutique
ALARY Josette	Chimie analytique
MM. AMBLARD Pierre	Dermatologie
AMBROISE-THOMAS Pierre	Parasitologie
ARMAND Yves	Chimie

MM.	BEGUIN Claude	Chimie organique
	BILLET Jean	Géographie
	BLIMAN Samuel	Electronique (EIE)
	BLOCH Daniel	Electrotechnique
Mme	BOUCHE Liane	Mathématiques (CUS)
MM.	BOUCHET Yves	Anatomie
	BOUVARD Maurice	Mécanique des Fluides
	BRODEAU François	Mathématiques (IUT B)
	BRUGEL Lucien	Energétique
	BUISSON Roger	Physique
	BUTEL Jean	Orthopédie
	CHAMBAZ Edmond	Biochimie médicale
	CHAMPETIER Jean	Anatomie et organogénèse
	CHERADAME Hervé	Chimie papetière
	CHIAVERINA Jean	Biologie appliquée (EFP)
	COHEN-ADDAD Jean-Pierre	Spectrométrie physique
	COLOMB Maurice	Biochimie médicale
	CONTE René	Physique
	COULOMB Max	Radiologie
	CROUZET Guy	Radiologie
	CYROT Michel	Physique du solide
	DELOBEL Claude	M.I.A.G.
	DUSSAUD René	Mathématiques (CUS)
Mme	ETERRADOSSI Jacqueline	Physiologie
MM.	FAURE Jacques	Médecine légale
	FONTAINE Jean-Marc	Mathématiques Pures
	GENSAC Pierre	Botanique
	GIDON Maurice	Géologie
	GRIFFITHS Michaël	Mathématiques Appliquées
	GROULADE Joseph	Biochimie médicale
	GUITTON Jacques	Chimie
	HOLLARD Daniel	Hématologie
	HUGONOT Robert	Hygiène et Médecine préventive
	IVANES Marcel	Electricité
	JALBERT Pierre	Histologie
	JOUBERT Jean-Claude	Physique du Solide
	KRAKOWIAK Sacha	Mathématiques appliquées
	KUHN Gérard	Physique
	LACOURME Jean-Louis	Physique
Mme	LAJZEROWICZ Jeannine	Physique
MM.	LANCIA Roland	Physique atomique
	LE JUNTER Noël	Electronique
	LEROY Philippe	Mathématiques
	LOISEAUX Jean-Marie	Physique Nucléaire
	LUU DUC Cuong	Chimie Organique
	MACHE Régis	Physiologie végétale
	MAGNIN Robert	Hygiène et Médecine préventive
	MARECHAL Jean	Mécanique
	MARTIN-BOUYER Michel	Chimie (CUS)
	MICHOULIER Jean	Physique (I.U.T. "A")
	MICOUD Max	Maladies Infectieuses
	MOREAU René	Hydraulique (INP)
	NEGRE Robert	Mécanique
	PARAMELLE Bernard	Pneumologie
	PECCOUD François	Analyse (IUT B)
	PEFFEN René	Métallurgie
	PELMONT Jean	Physiologie animale
	PERRET Jean	Neurologie
	PERRIN Louis	Pathologie expérimentale
	PHELIP Xavier	Rhumatologie

MM. RACHAIL Michel	Médecine Interne
RACINET Claude	Gynécologie et obstétrique
RAYNAUD Hervé	M.I.A.G.
RENAUD Maurice	Chimie
RICHARD Lucien	Botanique
Mme RINAUDO Marguerite	Chimie macromoléculaire
MM. ROMIER Guy	Mathématiques (IUT B)
SHOM Jean Claude	Chimie Générale
STIEGLITZ Paul	Anesthésiologie
STOEBNER Pierre	Anatomie pathologique
VEILLON Gérard	Mathématiques Appliquées (INP)
VOOG Robert	Médecine Interne
VROUSSOS Constantin	Radiologie

MAITRES DE CONFERENCES ASSOCIES

MM. CRABLEE Pierre	C.E.R.M.O.
CURRIE Jan	Mathématiques appliquées
YACOUD Mahmoud	Médecine légale

CHARGES DE FONCTIONS DE MAITRES DE CONFERENCES

Mme BERIEL Héliène	Physiologie
Mme RENAUDET Jacqueline	Microbiologie

Les travaux présentés dans ce Mémoire ont été effectués au Laboratoire de Magnétisme de Grenoble. Monsieur Louis Néel, Membre de l'Institut, Prix Nobel de Physique, Directeur du Laboratoire, me fait l'honneur de présider ce jury d'examen, Je tiens à lui témoigner ma profonde et respectueuse reconnaissance.

Je remercie très vivement Monsieur le Professeur D. Bloch, qui a proposé et dirigé cette étude, pour son aide et ses conseils de tous les jours. Je lui exprime ma profonde reconnaissance pour la formation scientifique qu'il m'a donnée.

J'exprime toute ma gratitude à Monsieur le Professeur R. Pauthenet, pour m'avoir permis d'utiliser les installations des champs forts du Laboratoire et celles du Service National des Champs Intenses. Je le remercie d'avoir accepté de faire partie de ce jury.

Je suis très sensible à la présence de Monsieur Chaissé dans ce jury d'examen. Il a été mon coéquipier tout au long de ces travaux et son aide amicale m'a été souvent précieuse, Je lui en suis très reconnaissant.

Que Monsieur R. Georges, Professeur à Bordeaux, et Monsieur P. Carrara, Professeur à Toulouse, qui ont bien voulu faire partie de ce jury, trouve ici l'expression de ma gratitude.

Messieurs G. Dampne et A. Draperi, techniciens attachés à notre groupe, ont participé avec une très grande efficacité à la réussite de ce travail. Je les en remercie très sincèrement.

Je remercie le Bureau d'Etudes et l'Atelier Central du Groupe des Laboratoires de Grenoble, et en particulier Messieurs Rey, Rosa et Trévisson qui ont participé activement à la réalisation de l'appareillage expérimental.

Messieurs Haen et Texeira m'ont fait profiter de leur expérience pour la conception du cryostat, je tiens à les remercier de leurs conseils avisés.

Je remercie également Messieurs Siegfried, Beille et Fillion pour leur collaboration lors de la mise au point des divers programmes d'ordinateur utilisés dans cette étude.

Mademoiselle Menéroud a eu la responsabilité de dactylographier ce Mémoire. Elle l'a assumée avec beaucoup de diligence et de compréhension. Je l'en remercie.

A la mémoire de mes Parents,

A ma Femme.

I N T R O D U C T I O N

Les interactions magnétoélastiques proviennent de la modulation avec les distances interatomiques des énergies magnétiques et élastiques. De nombreuses propriétés physiques de substances magnétiques sont attribuées à ces interactions.

Cependant, l'analyse de ces propriétés à l'aide de coefficients magnétoélastiques ajustables ne suffit pas à prouver le caractère magnétoélastique de ces interactions, d'autres mécanismes physiques étant également possibles dans certains cas.

Afin de permettre l'étude quantitative des interactions magnétoélastiques, il importe de déterminer expérimentalement les variations avec les distances des énergies élastiques et des énergies magnétiques.

Plusieurs techniques expérimentales permettent de mesurer ces quantités. Nous avons choisi de développer une méthode de mesures dilatométriques par jauges de contrainte. Cette méthode est en effet très simple à utiliser et donne de bons résultats, même dans des conditions extrêmes de champ magnétique, de température et de pression hydrostatique.

Dans le premier chapitre nous discutons de l'utilisation des jauges de contrainte ainsi que des précisions et des sensibilités obtenues.

Dans le deuxième chapitre nous présentons des résultats expérimentaux obtenus lors de mesures de compressibilité par jauges de contrainte.

Dans le troisième chapitre, nous décrivons les dispositifs expérimentaux mis au point pour mesurer les variations des températures d'ordre magnétique de monocristaux soumis à une contrainte uniaxiale.

Dans le quatrième chapitre nous étudions à l'aide des jauges de contrainte, la dilatation thermique d'un monocristal d'oxyde de manganèse soumis à une contrainte uniaxiale, ainsi que la variation correspondante de la température de Néel. Nous donnons les résultats de mesures de magnétostriction forcée par jauges de contraintes effectuées sur l'oxyde de manganèse et nous discutons de l'ensemble des résultats obtenus.

Dans le cinquième chapitre nous présentons un modèle magnétoélastique thermodynamique permettant d'interpréter les résultats expérimentaux obtenus.

CHAPITRE I

LES JAUGES DE CONTRAINTE - TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES

INTRODUCTION

L'état de contrainte en un point d'un matériau peut se déduire de la grandeur et de la direction des déformations en ce point. Les contraintes sont en effet, dans le domaine des déformations élastiques, reliées de façon linéaires aux déformations. Une des techniques les plus utilisées pour la mesure des déformations superficielles dans les matériaux massifs homogènes repose sur l'utilisation des jauges de contrainte. Lorsque ces jauges sont collées sur un matériau, les variations de longueur de celui-ci se traduisent par une variation de la résistance des jauges. Lorsqu'elles sont suffisamment faibles, ces deux variations sont proportionnelles.

Les techniques des jauges de contrainte peuvent être utilisées pour mesurer des déformations avec une très grande sensibilité et une bonne précision, y compris dans des conditions extrêmes telles que sous champs magnétiques intenses, sous hautes pressions ou à très basses températures.

Dans ce chapitre, nous montrerons comment réaliser de telles mesures et nous discuterons des sensibilités et des précisions qui peuvent être espérées.

I-1 - LES JAUGES DE CONTRAINTE

I-1-1 - Principe

Le principe de la méthode de mesure des variations de longueur par l'utilisation de jauges à fil résistant est bien connue. Lorsqu'on soumet un fil à un effort de traction, il

subit un allongement Δl et sa résistance varie de ΔR selon la loi expérimentale :

$$\frac{\Delta R}{R} = K \frac{\Delta l}{l} \quad (1)$$

Une mesure de variation de résistance permet de déduire ainsi la variation de longueur du fil. K est le facteur de sensibilité du fil, il dépend en première approximation uniquement de la nature de celui-ci. Un modèle simple permet de justifier cette loi. Soit L , r , ρ et R la longueur, le rayon, la résistivité et la résistance électrique d'un fil cylindrique :

$$R = \rho \frac{L}{\pi r^2} \quad (2)$$

Lorsque ces différentes grandeurs varient faiblement,

$$\frac{dR}{R} = \frac{d\rho}{\rho} + \frac{dL}{L} - 2 \frac{dr}{r} \quad (3)$$

Si η est le coefficient de Poisson, nous avons (La 67) :

$$\frac{dr}{r} = - \eta \frac{dL}{L} \quad (4)$$

(3) s'écrit donc :

$$\frac{dR}{R} = \frac{d\rho}{\rho} + (1+2\eta) \frac{dL}{L} \quad (5)$$

D'après Bridgman (Br 58), les variations relatives de résistivité et de volume d'un métal sont proportionnelles :

$$\frac{d\rho}{\rho} = C \frac{dV}{V} \quad (6)$$

Or

$$\frac{dV}{V} = \frac{dL}{L} + 2 \frac{dr}{r} = (1-2\eta) \frac{dL}{L} \quad (7)$$

Soit, en reportant (7) et (6) dans (5) :

$$\frac{dR}{R} = [1 + 2\eta + C(1 - 2\eta)] \frac{dL}{L} \quad (8)$$

$$\text{d'où : } K = 1 + 2\eta + C(1 - 2\eta) \quad (9)$$

Pour le constantan, C et η ont les valeurs suivantes (Br 58) :

$$C = 1,13 \quad ; \quad \eta = 0,3$$

On en déduit : $K = 2,052$

La valeur de K ainsi calculée est très voisine des résultats expérimentaux.

Cette loi est valable dans le domaine élastique, correspondant à un allongement relatif inférieur à 5.10^{-3} , en pratique 3.10^{-3} .

1-1-2 - Effet transversal

Une jauge de contrainte est constituée d'un fil résistant obtenu par photogravure et replié en forme d'accordéon (figure 1). Les extrémités de chaque brin, disposé dans la direction de l'allongement $\frac{dl}{l}$ à mesurer, sont reliées par des boucles qui sont sensibles aux variations de longueur dans la direction perpendiculaire.

La variation relative de résistance $\frac{dR}{R}$ peut donc s'écrire :

$$\frac{dR}{R} = \frac{d(R_x + R_y)}{R_x + R_y} \quad (10)$$

où R_x est la résistance globale des brins longitudinaux et R_y la résistance globale des boucles.

On choisit les largeurs des brins des boucles et leurs longueurs de telle sorte que :

$$R_y \ll R_x.$$

Dans ces conditions, nous avons :

$$\frac{dR}{R} = \left(1 - \frac{R_y}{R_x}\right) \frac{dR_x}{R_x} + \frac{R_y}{R_x} \frac{dR_y}{R_y} \quad (11)$$

Si K est le facteur de sensibilité défini au paragraphe 1.1.1, et μ le coefficient de Poisson du matériau sur lequel la jauge est collée, on a :

$$\frac{dR}{R} = K \left[1 - \frac{R_y}{R_x} (1 + \mu) \right] \frac{dl}{l} \quad (12)$$

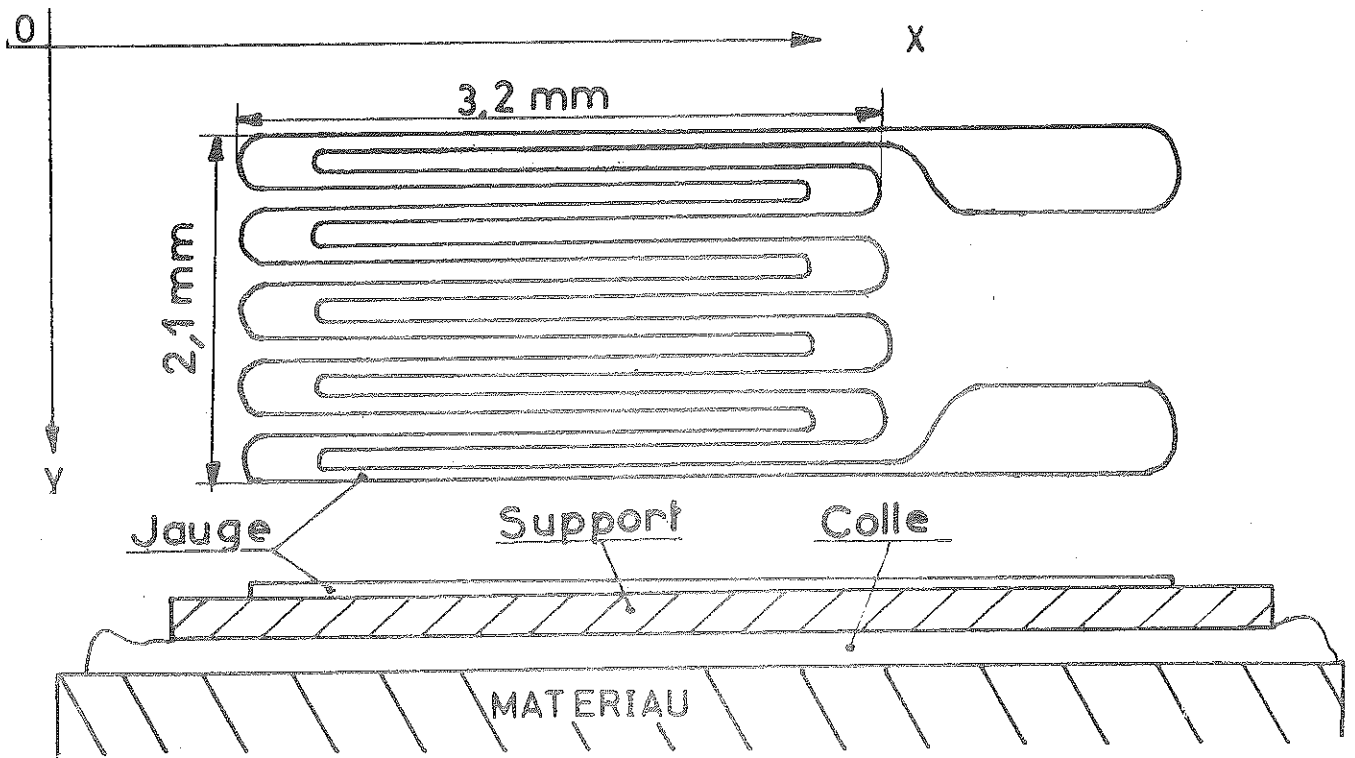


Figure 1 : Jauge imprimée

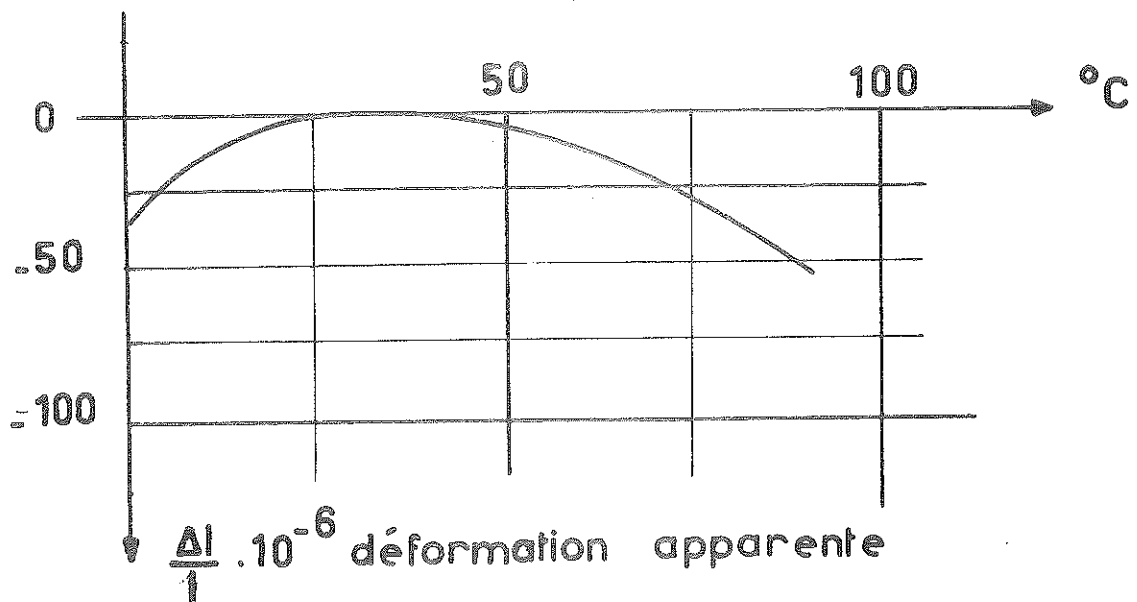


Figure 2 : Courbe type du constructeur

On peut encore écrire :

$$\frac{dR}{R} = G \frac{dl}{l} \quad (13)$$

Mais nous voyons que le facteur de jauge G dépend de la nature du fil la constituant, de la nature de l'échantillon sur laquelle elle est collée et de sa géométrie. Le constructeur fournit une valeur de G qui dépend du matériau d'essai, l'erreur systématique commise en utilisant cette valeur est très faible car μ est compris entre 0 et 1 (La 67) et ainsi :

$$\frac{R_y}{R_x} (1 + \mu) \ll 1$$

1-1-3 - Effet de la température

Si les coefficients de dilatation thermique du métal de la jauge et de l'échantillon sont différents, une variation de température entraîne des contraintes supplémentaires sur la jauge.

La variation relative de résistance associée à une petite variation de température dT est proportionnelle à dT en première approximation :

$$\left(\frac{dR}{R}\right)_{dT} = a_T dT \quad (14)$$

On peut décomposer a_T sous la forme (Bra 53) :

$$a_T = a_j + K(\alpha_e - \alpha_j) \quad (15)$$

où a_j = coefficient thermique de variation de résistance du métal de la jauge,

α_j, α_e = coefficient de dilatation linéaire du fil de la jauge et de l'échantillon,

K = facteur de sensibilité du matériau de la jauge.

Les coefficients α_j et a_j ont des valeurs variables ; ils dépendent du procédé de fabrication et du traitement thermique. Les constructeurs fournissent une courbe type montrant la déformation thermique apparente de la jauge (figure 2). Pour éliminer

la correction due à l'effet de température, on utilise un métal à faible coefficient thermique (constantan $a_j = 2.10^{-5} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$) ; ou bien on effectue la correction avec la courbe du constructeur (figure 2).

Le facteur de jauge G varie avec la température. Pour les jauges utilisées, G croît de 1 % lorsque la température décroît de 100 K, il faut donc tenir compte de cet effet.

1-1-4 - Effet de la pression hydrostatique

La variation de résistance d'un fil conducteur soumis à une pression hydrostatique est une réalité expérimentale connue depuis longtemps. Bridgman (Br 17) l'utilisait dès 1917 pour la mesure des hautes pressions. Ce procédé est encore d'utilisation courante. La variation relative de la résistance de la jauge correspondant à la variation dp de la pression hydrostatique appliquée est proportionnelle à dp .

$$\left(\frac{\Delta R}{R}\right)_{dp} = a_p dp \quad (16)$$

Le constructeur fournit la valeur de a_p à la température ambiante (Bu 67)

$$a_p = 0,16.10^{-5} \text{ (bar)}^{-1}$$

La variation de résistance de la jauge est linéaire dans le domaine des pressions utilisées, c'est-à-dire depuis $p = 1$ bar jusqu'à $p = 10.000$ bar.

1-1-5 - Effet d'un champ magnétique

Nous avons noté une variation linéaire de la résistance des jauges avec le champ magnétique appliqué jusqu'à 120.000 Oe à la température de l'azote liquide. Nous pouvons écrire :

$$\left(\frac{\Delta R}{R}\right)_{dH} = a_H dH \quad (17)$$

$$a_H = 2,5.10^{-10} \text{ (Oe)}^{-1}$$

Cet effet est donc très faible.

1-1-6 - Conclusion

Les effets parasites dus à la pression, au champ magnétique et à la température peuvent être d'un ordre de grandeur supérieur à l'effet à mesurer. Il est cependant facile d'éliminer ces effets parasites en utilisant des méthodes de comparaison. Deux jauges de contraintes sont collées, l'une sur le matériau à mesurer, l'autre sur un matériau témoin ; toutes les deux sont placées dans les mêmes conditions de pression, de champ magnétique ou de température. Par un moyen approprié, nous mesurons la différence des signaux donnés par les deux jauges, éliminant ainsi l'essentiel des effets parasites, les jauges de contrainte et leur collage pouvant en effet être légèrement différents.

Nous devons vérifier par la mesure directe l'identité des jauges d'un même lot de fabrication. Pour cela, nous collons deux jauges provenant du même lot de fabrication sur du cuivre très pur et nous mesurons la différence des variations relatives de résistance des jauges lorsqu'une des grandeurs : pression, température ou champ magnétique varie, les autres restant constantes. Des résultats typiques sont donnés dans le tableau I.

T A B L E A U I

P bar	$1 < P < 4000$	1	1
T K	293	$77,2 < T < 293$	77,2
H Oe	0	0	$0 < H < 120.000$
$\left(\frac{\Delta R}{R}\right)_1 - \left(\frac{\Delta R}{R}\right)_2$ mesuré	$1,25 \cdot 10^{-8} (\text{bar})^{-1}$	$4,5 \cdot 10^{-8} (\text{K})^{-1}$	$8 \cdot 10^{-12} (\text{Oe})^{-1}$

Dans chaque cas, les erreurs commises en supposant les jauges parfaitement identiques sont inférieures ou du même ordre de grandeur que les erreurs de mesure.

1-2 - MESURE DES VARIATIONS RELATIVES DE RESISTANCE

1-2-1 - Généralités

Toutes les méthodes de mesure se ramènent à la transformation d'une variation relative $\frac{\Delta R}{R}$ d'une résistance R en un signal électrique susceptible d'être mesuré par des procédés classiques. En fait, seule importe la variation de résistance et non sa valeur absolue. On utilise des jauges de résistance nominale connue avec une précision moyenne et l'on ne recherche que la connaissance des variations de cette résistance.

1-2-2 - Principe des circuits de mesure

L'appareil le plus classique et le plus utilisé pour la mesure des résistances est le pont de Wheatstone. Considérons le schéma électrique de la figure 4, où J_a est une jauge active collée sur l'échantillon à mesurer et J_+ une jauge témoin identique collée sur un matériau témoin. R_1 et R_2 sont des résistances variables, le pont est alimenté par la tension continue E. Supposons que les quatre résistances mises en jeu sont égales à R, donc que le pont est équilibré. Pour une faible variation des résistances des jauges J_a et J_+ , il apparaît une tension v aux bornes du galvanomètre de résistance g placé dans la diagonale du pont :

$$v = \frac{E}{4} \left[\frac{dJ_a}{J_a} - \frac{dJ_+}{J_+} \right] \frac{g}{R+g} \quad (18)$$

Un choix judicieux des résistances variables R_1 et R_2 permet, en réalisant de nouveau l'équilibre, de mesurer directement la quantité $\frac{dJ_a}{J_a} - \frac{dJ_+}{J_+}$, c'est la méthode de zéro.

Nous pouvons aussi mesurer directement la tension v proportionnelle à la quantité cherchée, c'est la méthode d'élongation.

1-2-3 - Appareils utilisés dans nos mesures

Nous avons utilisé le pont d'extensométrie AOIP, procédé SEXTA, alimenté en tension continue. Le détecteur d'équilibre est un galvanomètre à cadre mobile. La sensibilité

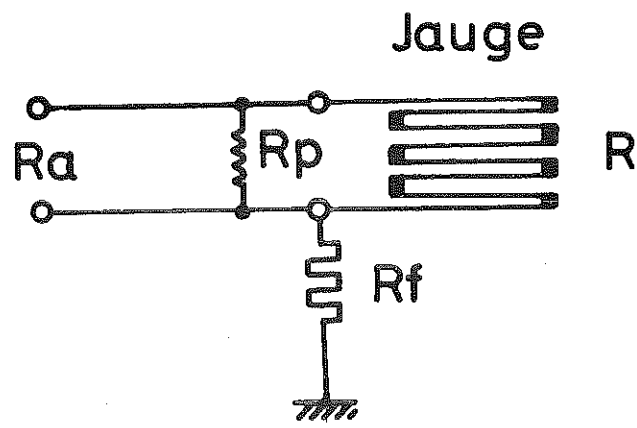


Figure 3 : Résistances d'isolement

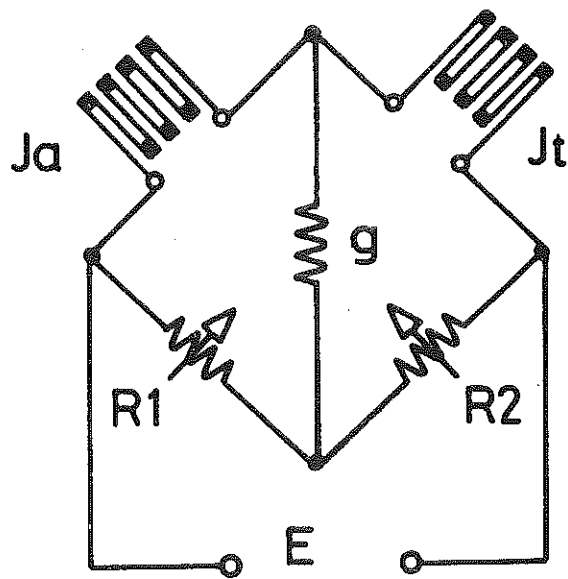


Figure 4 : Schéma électrique de principe du pont de mesure

est de 1.10^{-6} en méthode de zéro. On peut l'améliorer jusqu'à 5.10^{-7} en méthode d'élongation, mais nous sommes alors limités par la dérive des piles d'alimentation, par les couples thermo-électriques et par les effets de contact apparaissant sur les connexions. Ces problèmes sont résolus par l'emploi d'un pont d'extensométrie alternatif de type PeekeI. La sensibilité est de 1.10^{-7} en méthode de zéro et de 2.10^{-8} en méthode d'élongation.

1-2-4 - Résistances d'isolement

Le problème posé par les résistances d'isolement est très important dans la pratique des jauges de contrainte (Bu 67). Les résistances de fuites R_f se ramènent à une résistance R_p de forte valeur en parallèle sur la résistance R de la jauge (figure 3). Pour conserver la sensibilité de la jauge, il faut que R_p soit très grande, avec des valeurs de plusieurs centaines de mégohm. Il faut aussi que cette résistance ne varie pas notablement. Lors d'expériences sous pression hydrostatique, nous devons vérifier avec soin l'isolement des bornes de sortie étanches car la qualité de l'isolant peut varier avec la pression.

CHAPITRE II

MESURE DES COMPRESSIBILITÉS

INTRODUCTION

Les compressibilités peuvent être déterminées en utilisant diverses techniques expérimentales. On peut par exemple la déduire des constantes élastiques déterminées à partir de la mesure de la vitesse de propagation des ultra-sons (Sm 65) ou par diffraction des rayons X (La 40, Ka 60). Les variations de volume à hautes pressions peuvent être déduites de la mesure de l'inductance d'une bobine entourant l'échantillon (Gl 65). Les compressibilités linéaires sont aussi obtenues par la mesure du déplacement d'une des armatures d'un condensateur fixée sur l'échantillon (Gl 68) ou par celui d'une pièce en fer doux également fixée sur l'échantillon et coulissant à l'intérieur d'un transformateur (Re 57).

On peut également mesurer les compressibilités linéaires par une méthode de jauges de contrainte (Ti 60). Nous allons dans ce chapitre discuter de l'utilisation de cette dernière méthode.

II-1 - APPAREILLAGE HAUTES PRESSIONS

Le générateur de pression hydrostatique est un multiplicateur Basset (Ba 54), il permet d'obtenir des pressions jusqu'à 12 kbar. On comprime de l'azote ou de l'hélium gazeux à l'aide d'un compresseur à membrane, type AMINCO, qui permet d'atteindre des pressions jusqu'à 2.kbar. Pour obtenir des pressions supérieures, on réduit au moyen du multiplicateur de pression le volume de l'enceinte dans laquelle le gaz est contenu (Ba 70).

La chambre d'expérience est reliée au générateur de pression par un raccord à zone non supportée de Bridgman (BI 65). Cette chambre possède quatre sorties isolées électriquement et étanches à la pression pour le passage des fils de mesure. Elle est réalisée en alliage cuivre-béryllium et est entourée d'une frette. Un double filetage usiné sur la paroi intérieure de la frette permet la circulation d'un fluide thermostaté. On obtient ainsi des températures régulées au dixième de degré avec un thermostat type Höppler.

On mesure la variation de pression à partir de la variation de la résistance électrique d'un enroulement de fil de manganine placé dans l'enceinte de pression. La pression est connue avec une précision absolue de 1 %.

La température est celle du bain d'eau thermostatée qui circule dans la frette. Elle est connue avec une précision de 0,2 degré.

11-2 - MESURE DES COMPRESSIBILITES

11-2-1 - Principe

On mesure la compressibilité d'un solide par comparaison avec celle d'un échantillon témoin, soit le gadolinium, soit le cobalt. On appellera J_a la résistance de la jauge collée sur l'échantillon de compressibilité inconnue K_i et J_+ celle de la jauge collée sur l'échantillon de compressibilité connue K_0 .

On peut développer au premier ordre la variation relative de résistance de la jauge collée sur un matériau en fonction des variations dues à la pression et à la température sur la jauge, et à la déformation de l'échantillon :

$$\frac{\Delta R}{R} = \frac{\Delta R_p}{R} + \frac{\Delta R_T}{R} + \frac{\Delta R_e}{R} \quad (1)$$

soit

$$\frac{\Delta R}{R} = \Delta p \left[\frac{\Delta R_p/R}{\Delta p} + \frac{\Delta R_T/R}{\Delta p} + \frac{\Delta R_e/R}{\Delta p} \right] \quad (2)$$

$$\frac{\Delta R}{R} = \Delta p \left[a_p + a_T - GK \right] \quad (3)$$

où K est la compressibilité linéaire du matériau, G le coefficient de jauge, a_p et a_T sont les coefficients définis au chapitre I.

Lors de la mesure, les jauges J_a et J_+ sont placées dans les branches adjacentes du pont d'extensométrie. La mesure donne à l'équilibre du pont :

$$\frac{\Delta R}{R} = \frac{\Delta J_a}{J_a} - \frac{\Delta J_+}{J_+} = p \cdot (K_+ - K_0) G \quad (4)$$

Les jauges sont supposées parfaitement identiques et sont placées dans les mêmes conditions de pression, de température et de collage. La variation relative de résistance $\frac{\Delta R}{R}$ avec la pression est linéaire dans le domaine de notre étude (5 kbar). On déduit la compressibilité K_+ de la variation de $\frac{\Delta R}{R}$ avec la pression.

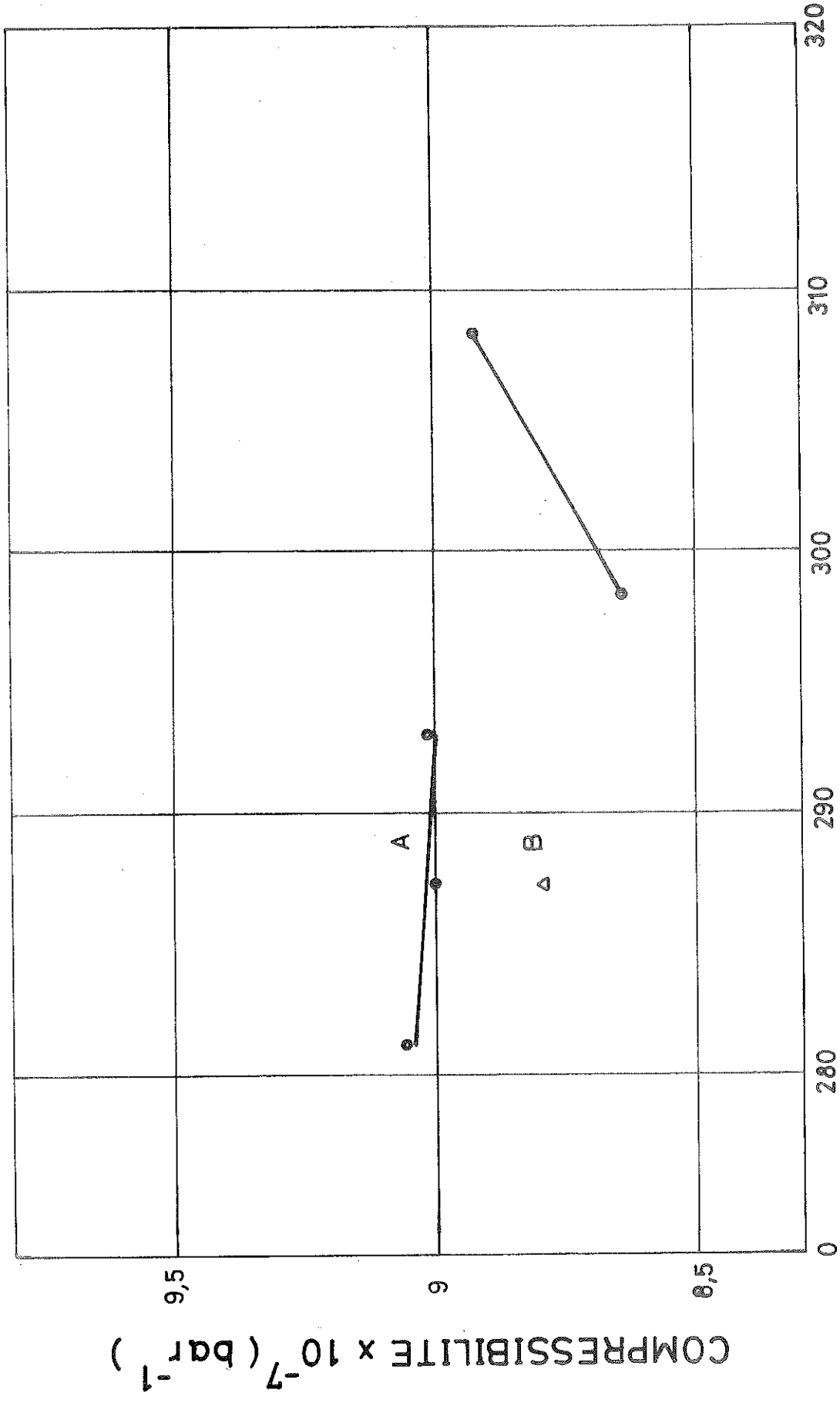
II-2-2 - Mesure de compressibilité du gadolinium

Nous avons mesuré la compressibilité du gadolinium au voisinage de la température de transition ferromagnétique-paramagnétique. Celle-ci est voisine de 291 K à la pression atmosphérique (BI 65).

La jauge témoin est collée sur un échantillon de cobalt de compressibilité $K_0 = 1,79 \cdot 10^{-7} \text{ bar}^{-1}$ (Ta 69). Nous avons reporté figure 1 la variation thermique de compressibilité K_+ du gadolinium. Celle-ci présente une anomalie à 294 K, caractéristique de la température d'ordre (Ba 70, lw 68). L'anomalie de compressibilité est de $0,35 \cdot 10^{-7} \text{ bar}^{-1}$. La relation d'Ehrenfest pour les transitions du second ordre permet d'évaluer la variation de la température de Curie T_c avec la pression

$$\frac{dT_c}{dp} = \frac{\Delta K_+}{\Delta \alpha} \quad (5)$$

Dans cette expression $\Delta \alpha$ représente l'anomalie du coefficient de dilatation thermique. La valeur est de $\Delta \alpha = - 25 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ (Ta 69).



TEMPERATURE (K)

Figure 1 : Variation thermique de la compressibilité du gadolinium
 point A - $p < 1780 \text{ bar}$
 point B - $p > 1780 \text{ bar}$

On obtient :

$$\frac{dT_c}{dp} = - 1,40 \text{ K. (kbar)}^{-1} \quad (6)$$

Cette valeur est en accord avec celle, $- 1,48 \pm 0,02 \text{ K. (kbar)}^{-1}$ obtenue à partir de la mesure directe de la variation de la température d'ordre avec la pression (Ba 70). La courbe obtenue à la température $T = 287,7 \pm 1 \text{ K}$ montre un changement de pente à 1780 bar, caractéristique du point de transition (figure 2), en accord avec le calcul précédent, compte tenu de la précision de nos mesures.

11-2-3 - Compressibilité des composés intermétalliques terres rares-métaux de transition

Nous avons déterminé la compressibilité des composés du type $T_n M_m$ où n et m sont des entiers positifs, T est une terre rare et M un métal de transition. Les composés étudiés sont Tb_3Co , $ErNi$, $HoCo_2$ et YCo_5 . La jauge témoin est collée sur du gadolinium polycristallin. Les compressibilités mesurées sont reportées figure 3 en fonction du paramètre x défini par :

$$x = \frac{\text{nombre d'atomes de transition}}{\text{nombre total d'atomes}}$$

Les résultats numériques sont donnés tableau I. Les valeurs obtenues ont été publiées aux Comptes-Rendus (Ma 70). Ces travaux ont été repris depuis par Brouha et Buschow dans les Laboratoires Philips de Eindhoven en Hollande (Br 73).

Les compressibilités ont été déterminées par une méthode de jauges de contrainte. Les résultats obtenus sont donnés également dans le tableau I. Nous constatons que l'accord entre nos mesures et celle de Brouha et Buschow est satisfaisant, compte-tenu des erreurs expérimentales.

Nous remarquons que les compressibilités varient peu avec la structure cristallographique. En effet, Gd, Tb, Dy, Ho et Co ont la structure hexagonale compacte ; Fe est cubique corps centré ; Ni est cubique faces centrées ; Tb_3Co et $ErNi$ sont orthorhombiques ; YCo_5 est hexagonal et $HoCo_2$ a la

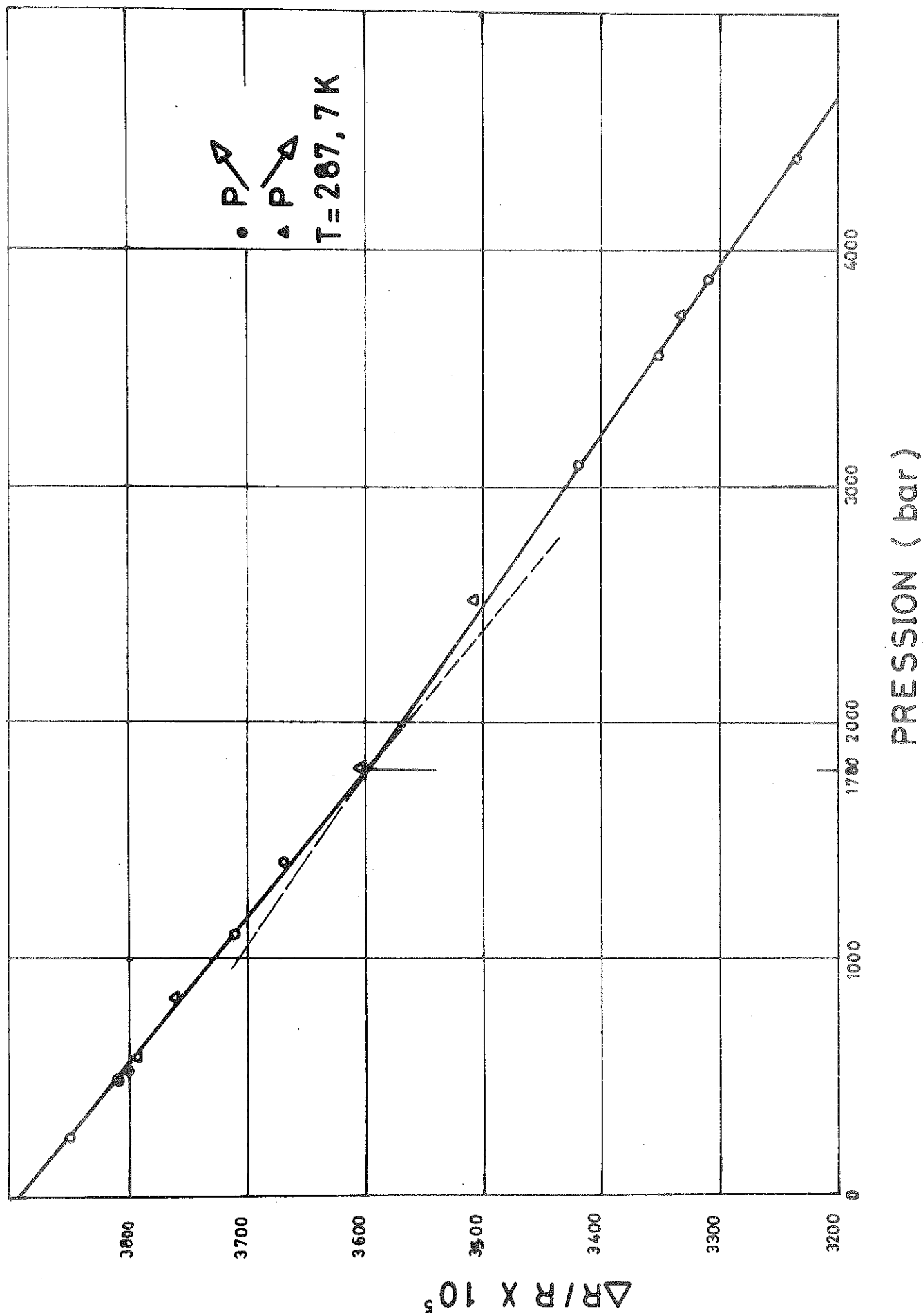


Figure 2 : Variation de la compressibilité du gadolinium avec la pression

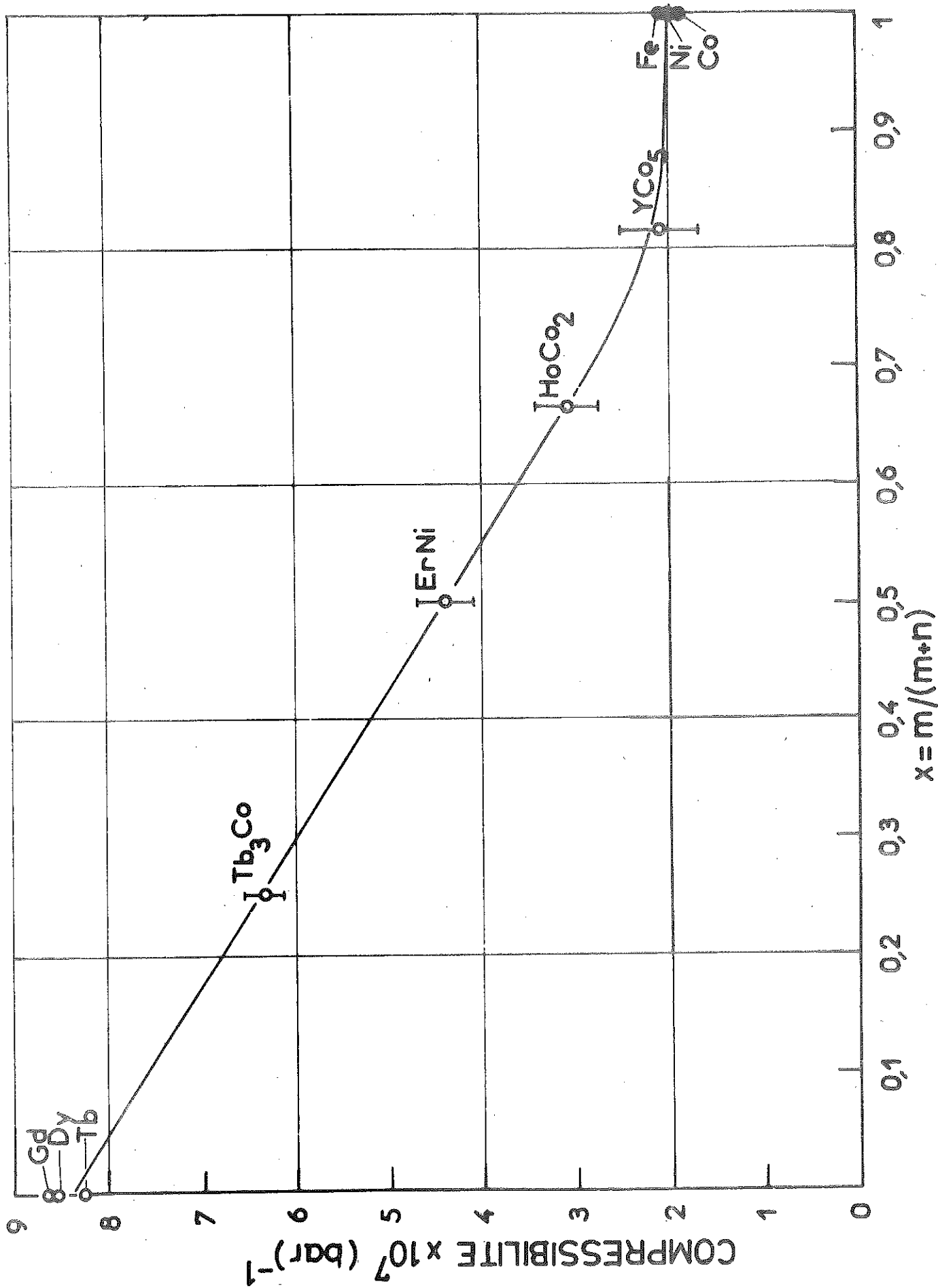


Figure 3 : Compressibilité des composés $T_{11}M_m$.

structure cubique du type phase de Laves. La compressibilité des composés $T_n M_m$ est la même, à la précision de nos expériences, quelle que soit la terre rare T et le métal de transition M.

On a également reporté, figure 4, la compressibilité de ces corps en fonction de leur volume atomique pour les corps simples et en fonction du volume moléculaire divisé par le nombre d'atomes dans la formule pour les composés. La variation obtenue est linéaire.

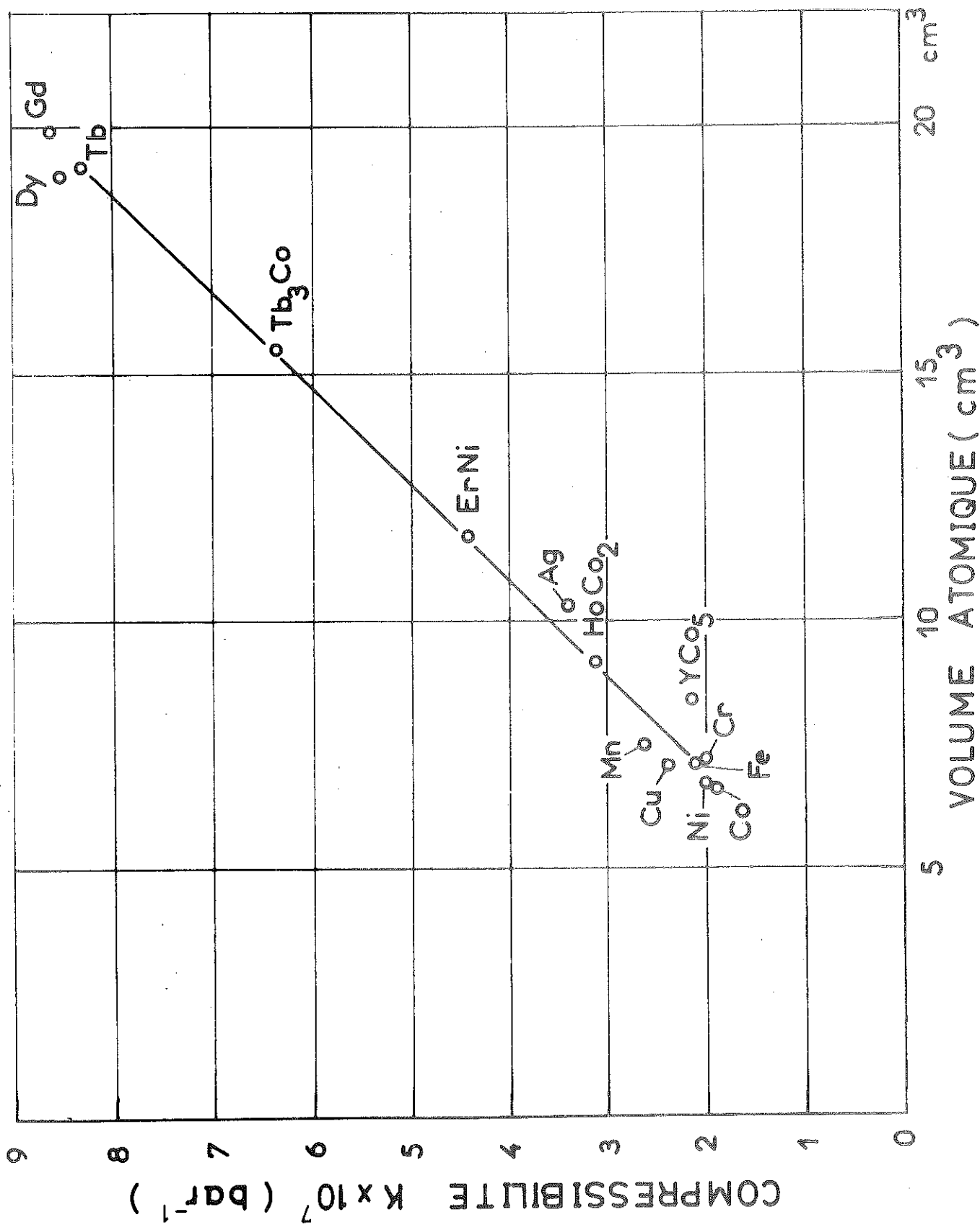


Figure 4

TAB LEAU I

Composés T_{nM}	Tb_3Co	ErNi	YCO_2	$HfCO_2$	YCO_3	YCO_5	$GdCO_5$	Y_2CO_{17}
n	3	1	1	1	1	1	1	2
m	1	1	2	2	3	5	5	17
(1)	$6,33 \pm 0,2$	$4,39 \pm 0,2$	-	$3,13 \pm 0,25$	-	$2,21 \pm 0,3$	-	-
(2)	-	-	3,13	-	2,50	-	2,21	2,05
(3)	-	-	3,17	-	2,81	2,51	2,56	2,21
(4)	-	-	-	3,17	-	-	-	-

Compressibilités linéaires K des composés T_{nM}

T est une terre rare

M est un métal de transition

(1) mesuré par Maury (Ma 70) ; (2) déterminé à partir de la courbe de la figure 3 ;

(3) mesuré par Erouha et Buschow (Br 73) ; (4) déterminé à partir de la courbe donné dans la référence Br 73.

CHAPITRE III

MESURE DE LA DILATATION THERMIQUE SOUS CONTRAINTE

OU SOUS CHAMP MAGNÉTIQUE

III-1 - APPAREILLAGE EXPERIMENTAL

III-1-1 - Généralités

Nous avons construit un ensemble cryogénique permettant d'appliquer des contraintes uniaxiales sur des monocristaux à basses températures. Nous pouvons mesurer les variations avec la contrainte appliquée de grandeurs physiques telles que les susceptibilités initiales, les températures d'ordre antiferro-paramagnétique ou les températures de transition isolant-métal. Nous cherchons à obtenir dans un volume utile de plusieurs dizaines de cm^3 une température uniforme à mieux de 0,02 K.

Nous avons fixé la valeur de la contrainte maximale à 6000 bar, ce qui correspond à une poussée maximale de 1500 daN sur un échantillon cubique de 5 mm de côté.

Les deux premières conditions imposent une grande masse thermique de cuivre, donc des pertes de fluide cryogénique importantes pendant le remplissage du vase. La contrainte sur l'échantillon est appliquée par l'intermédiaire de deux tubes en acier inoxydable coaxiaux de section et de longueur compatibles avec la poussée maximale de 1500 daN et l'absence de flambage. L'application de la contrainte donne donc lieu à un renforcement des pertes par conduction pendant l'utilisation normale du cryostat.

Nous avons choisi la solution la plus économique, comportant un cryostat à récupération des frigories fournies par les vapeurs du fluide cryogénique. Nous utilisons ainsi 20 fois moins d'hélium liquide pour refroidir 1 gramme de cuivre de 300 K à 4,2 K qu'avec la méthode classique, sans récupération (La 66). L'ensemble réalisé présente de nombreux avantages. Il permet en effet d'utiliser soit de l'azote liquide, soit de l'hélium liquide, pour obtenir des températures comprises entre 77,3 K et 300 K, ou 4,2 K et 300 K, avec la même régulation thermique. On peut de plus changer d'échantillon ou de cellule de mesure en cours d'expérience sans démonter ou réchauffer le cryostat. Enfin, cet appareillage est d'utilisation très facile grâce à une conception très simple, et à l'emploi d'une seule régulation de température dans toute la gamme des températures.

III-1-2 - Description de l'appareil cryogénique

L'ensemble du dispositif cryogénique est représenté figure 1. Le détail du volume utile est donné figure 2.

La partie principale est constituée par une boîte en cuivre (1) refroidie par les vapeurs du fluide cryogénique. Un passage hélicoïdal est taillé dans cette boîte, de façon à augmenter la surface de contact vapeur-cuivre.

L'équilibre thermique est obtenu à différentes températures par chauffage de cette boîte à l'aide d'une résistance électrique (2). Le débit des vapeurs est contrôlé par la puissance de chauffage envoyée dans les résistances d'évaporation 3 adaptées aux fluides utilisés.

La température dans le volume utile est variable entre 4,2 K et 300 K. La régulation électronique a été fabriquée au service d'Electronique du Laboratoire de Magnétisme. Le détecteur est une diode à arséniure de gallium (4). Elle est placée en contact thermique avec la boîte (1) et est découplée thermiquement du bain cryogénique par un écran (5) en cuivre. La régulation agit sur la puissance de chauffage fournie à la résistance (2).

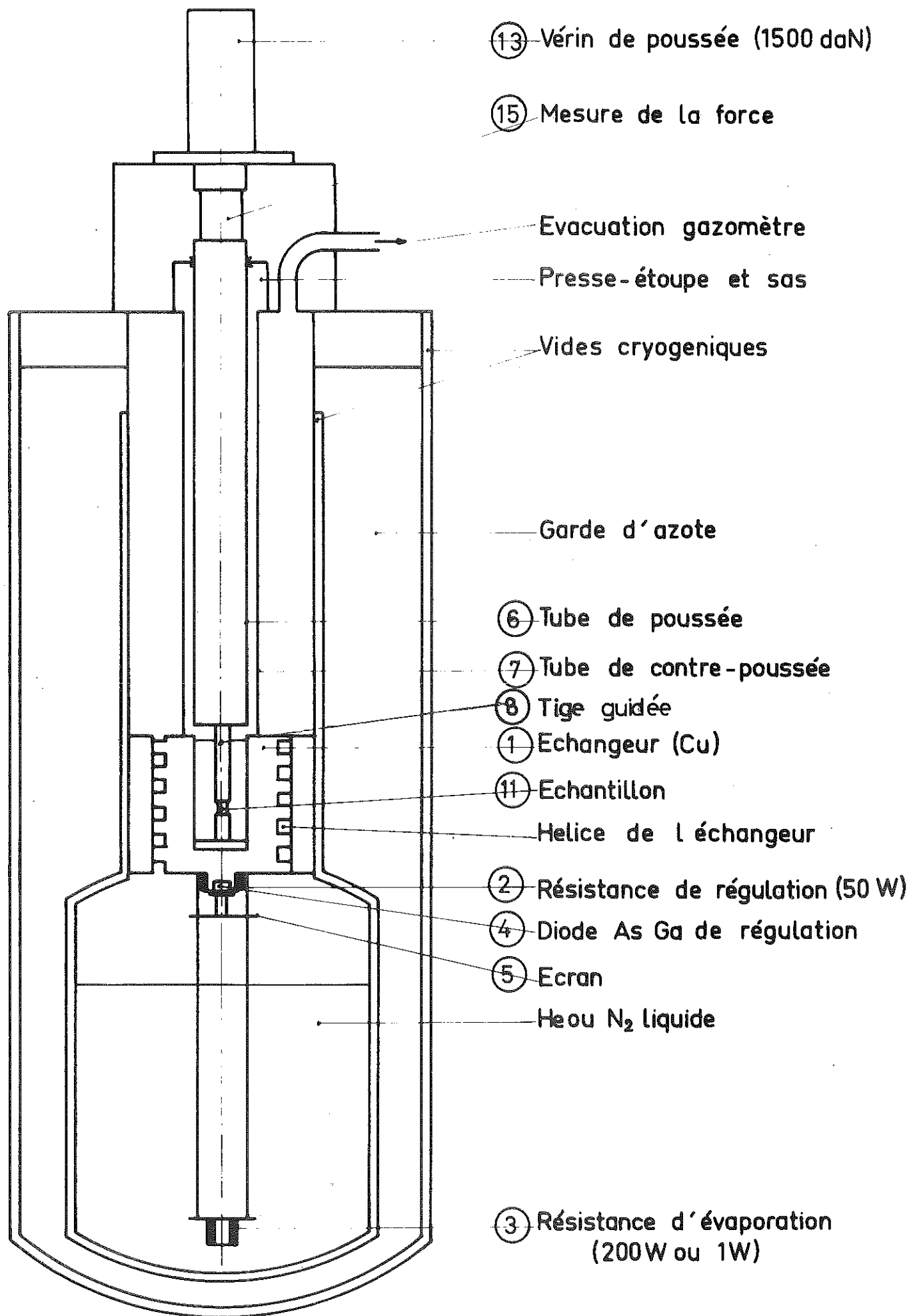


Figure 1 : Ensemble cryogénique

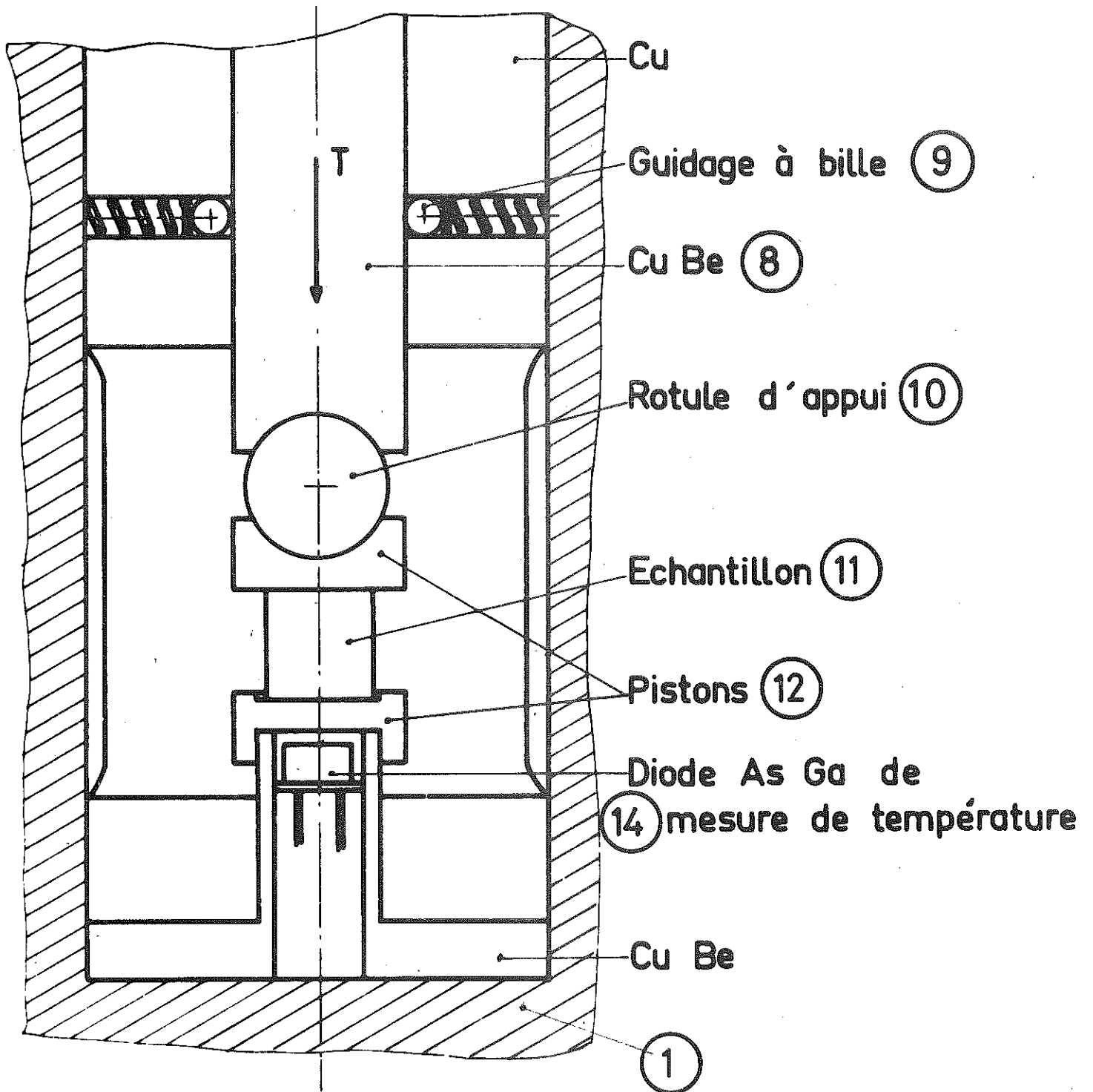


Figure 2 : Détail du volume utile

L'ensemble ainsi réalisé permet de stabiliser la température à mieux de 0,01 K, ou bien d'obtenir des dérives thermiques réglables entre 5 K et 0,02 K par minute.

III-1-3 - Dispositif d'application des contraintes

La contrainte appliquée, (figures 1 et 2) est transmise depuis l'extérieur du vase jusqu'à l'échantillon par deux tubes coaxiaux (6) et (7) en acier inoxydable, puis par une tige (8) guidée latéralement par des billes (9) en acier. Une rotule d'appui (10) absorbe les défauts de parallélisme des faces de l'échantillon (11) taillé sous forme de cube. Des pistons interchangeables (12), de dureté adaptée à celle de l'échantillon, sont placés en contact avec lui. Ce système permet d'obtenir une bonne homogénéité des contraintes dans la plus grande partie du volume de l'échantillon (Ba 71).

La contrainte est obtenue par un vérin hydraulique (13) placé sur la tête du cryostat et ce vérin est alimenté par une pompe délivrant une pression maximale de 150 bar. Pour les contraintes faibles nous utilisons des plaques métalliques, de masses étalonnées, placées sur un plateau supporté par le tube de poussée (6) (Ba 69). Ce dernier système permet de produire des contraintes constantes dans le temps.

III-1-4 - Mesures des températures et des contraintes

La température est mesurée par une diode à arséniure de gallium (14) placée en contact thermique avec l'échantillon. L'étalonnage du thermomètre a été effectué au Centre de Recherches sur les Très Basses Températures. Les points expérimentaux obtenus ont été interpolés avec des lois polynomiales selon un programme d'ordinateur mis au point en collaboration avec le Service d'Informatique du Laboratoire des Rayons X. La précision obtenue sur la détermination des températures est meilleure que 0,05 K.

Les contraintes obtenues par le vérin hydraulique sont connues à partir de la mesure de la force exercée sur la tige de poussée. Celle-ci est déterminée par un capteur de force (15)

type Sedeme. La précision sur cette mesure est de 1 %. Les frottements, réduits par le guidage à bille (9), sont à température fixe, pratiquement indépendants de la contrainte appliquée (Ba 69). La surface des échantillons est mesurée à l'aide d'un micromètre de précision à vis.

Nous estimons les contraintes connues à mieux de 3 % lors de l'utilisation du vérin hydraulique et de 2 % lors de l'utilisation des masses.

III-2 - MESURES DE DILATATION THERMIQUE PAR JAUGES DE CONTRAINTE

III-2-1 - Principe

Le principe de la mesure consiste à comparer les variations thermiques de longueur des échantillons à celle d'un matériau étalon connu. Nous avons choisi comme étalon le cuivre polycristallin de grande pureté qui a fait l'objet de nombreuses études (Do 02, Ha 70) et qui ne présente pas de transition dans le domaine des températures utilisées.

III-2-2 - Mesures dilatométriques

L'échantillon monocristallin est orienté puis taillé selon certains axes cristallographiques. Une ou plusieurs jauges de contrainte sont collées sur les faces du cube de façon à mesurer les variations relatives de longueur dans des directions particulières (figure 3). Une jauge identique est collée sur un morceau de cuivre polycristallin de pureté 5 N, fourni par Johnson Matthes.

La jauge active J_{a1} ou J_{a2} , et la jauge témoin J_{+} sont placées dans les branches adjacentes du pont d'extensométrie (figure 4 du chapitre I). Un commutateur à contacts de mercure permet de réaliser, à une même température, des mesures dans plusieurs directions cristallographiques.

Nous obtenons ainsi directement, à la température T , la quantité :

$$\left(\frac{\Delta J_a}{J_a} - \frac{\Delta J_{+}}{J_{+}} \right)_T = G(T) \left[\left(\frac{\Delta l}{l} \right)_{\text{éch.}} - \left(\frac{\Delta l}{l} \right)_{\text{Cu}} \right]$$

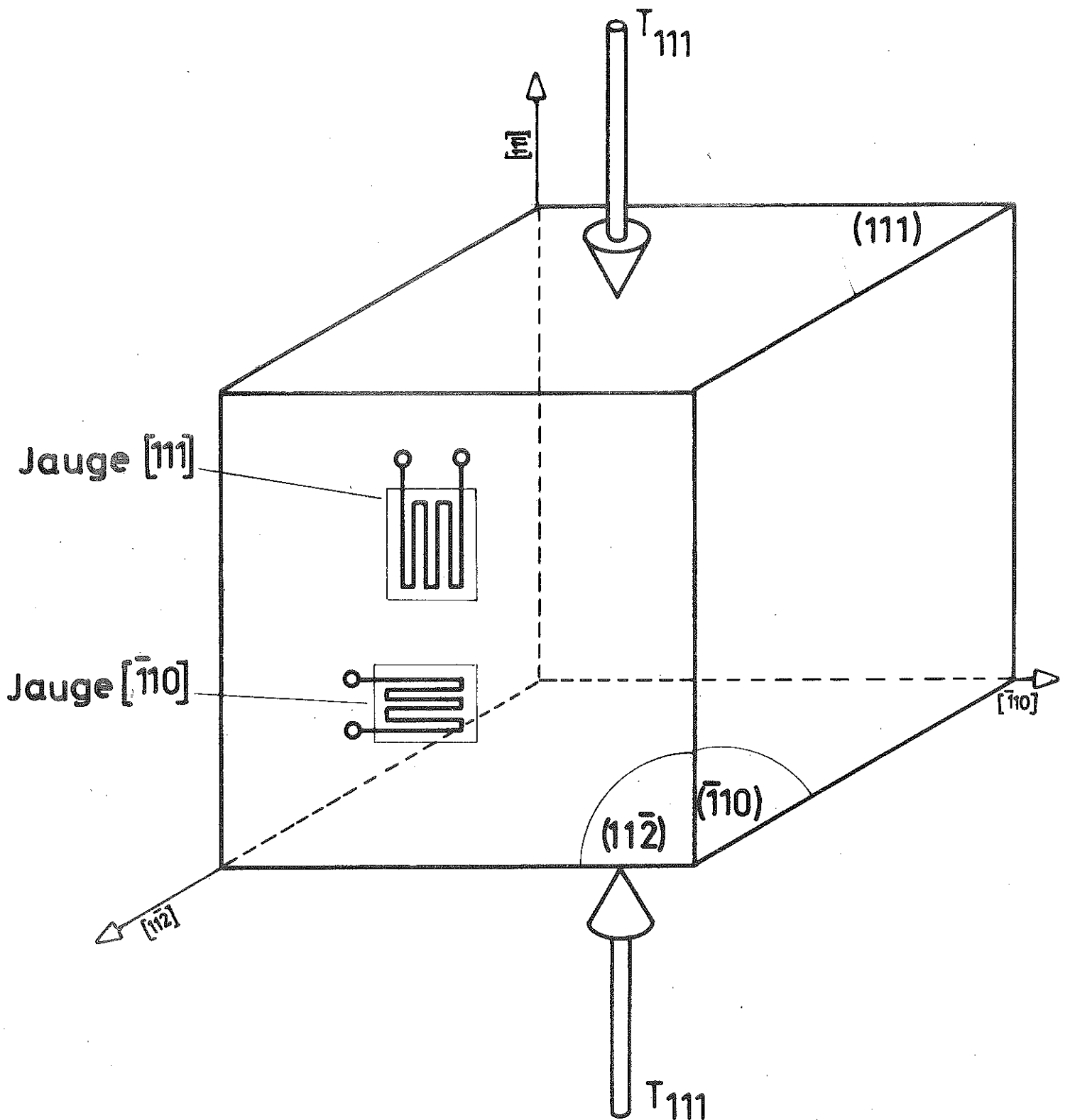


Figure 3 : Positionnement des jauges sur l'échantillon.

L'échantillon à mesurer et l'échantillon de référence sont portés à la même température T , ce qui permet d'éliminer les effets de température sur les jauges de contrainte. La variation relative de longueur du cuivre $(\frac{\Delta l}{l})_{Cu}$ est calculée à partir des résultats obtenus au National Bureau of Standards américain (Ha 70). De la variation du facteur de jauge $G(T)$ avec la température, on déduit la variation thermique relative de longueur de l'échantillon.

III-3 - MESURE DE MAGNETOSTRICTION FORCEE PAR JAUGES DE CONTRAINTE

III-3-1 - Introduction

L'étude du mouvement des parois entre domaines anti-ferromagnétiques du type S que nous étudions au chapitre IV nous ont amené à développer une méthode de mesure de magnétostriction sous champs magnétiques intenses, à basse température et sous contrainte uniaxiale.

III-3-2 - Principe et réalisation

En plaçant les jauges collées, respectivement, sur l'échantillon et le cuivre de référence dans les branches adjacentes du pont de mesure, nous éliminons l'effet du champ magnétique sur les jauges.

Les échantillons sont identiques à ceux décrits au paragraphe III-2-2. Ils sont placés dans un porte-échantillon non magnétique en alliage cuivre-béryllium permettant d'exercer une contrainte perpendiculaire (figure 4a) ou parallèle (figure 4b) au champ magnétique appliqué.

L'échantillon est contraint à l'aide des vis A ou B à température ambiante puis l'ensemble est refroidi jusqu'à la température voulue. Une jauge de contrainte collée sur l'échantillon permet alors d'estimer la contrainte résiduelle s'exerçant sur ce dernier. Les coefficients de dilatation thermique de l'alliage cuivre-béryllium et de l'échantillon sont généralement différents. On constate que la contrainte appliquée à température

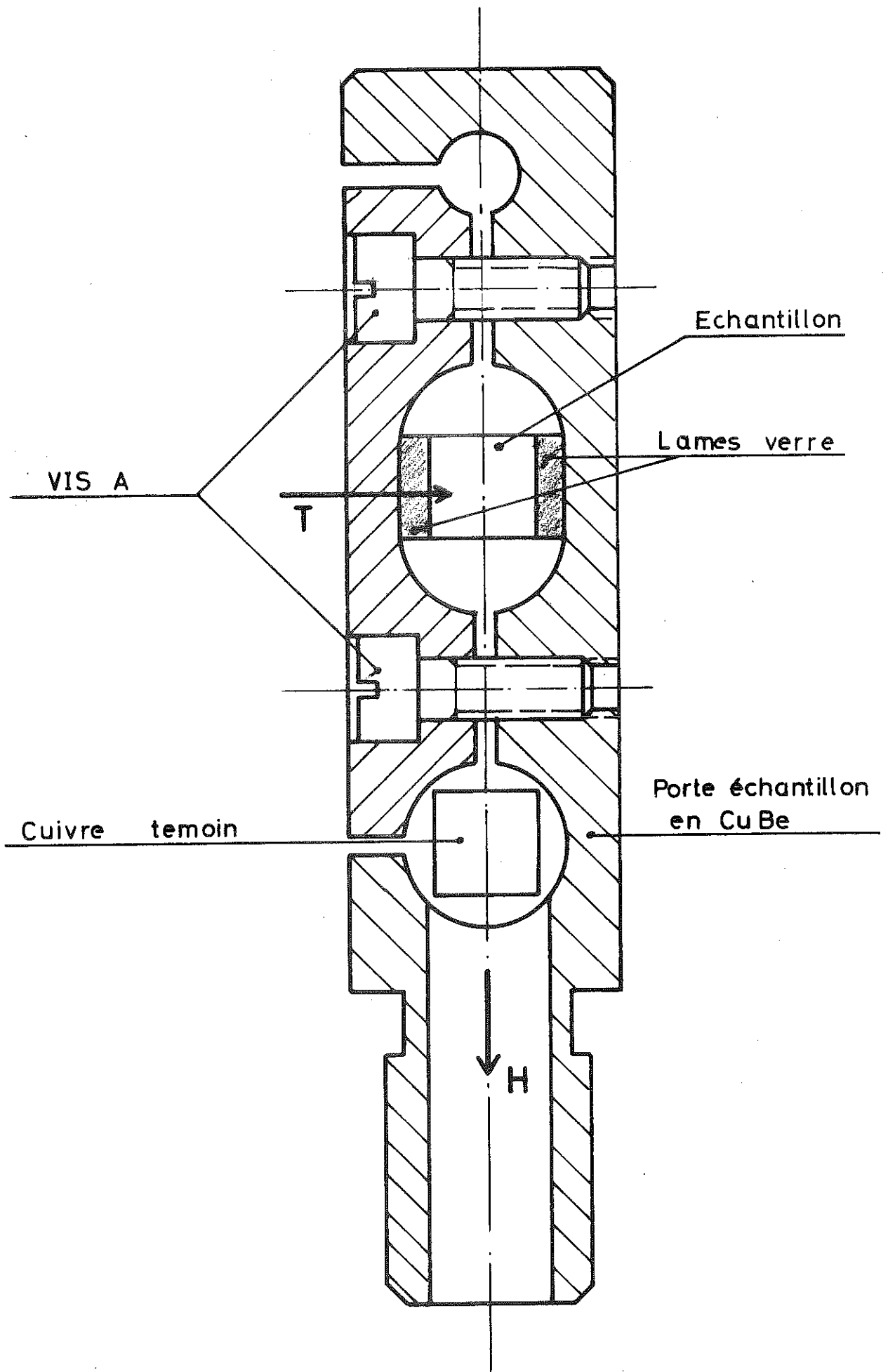


Figure 4a : Contrainte normale au champ appliqué.

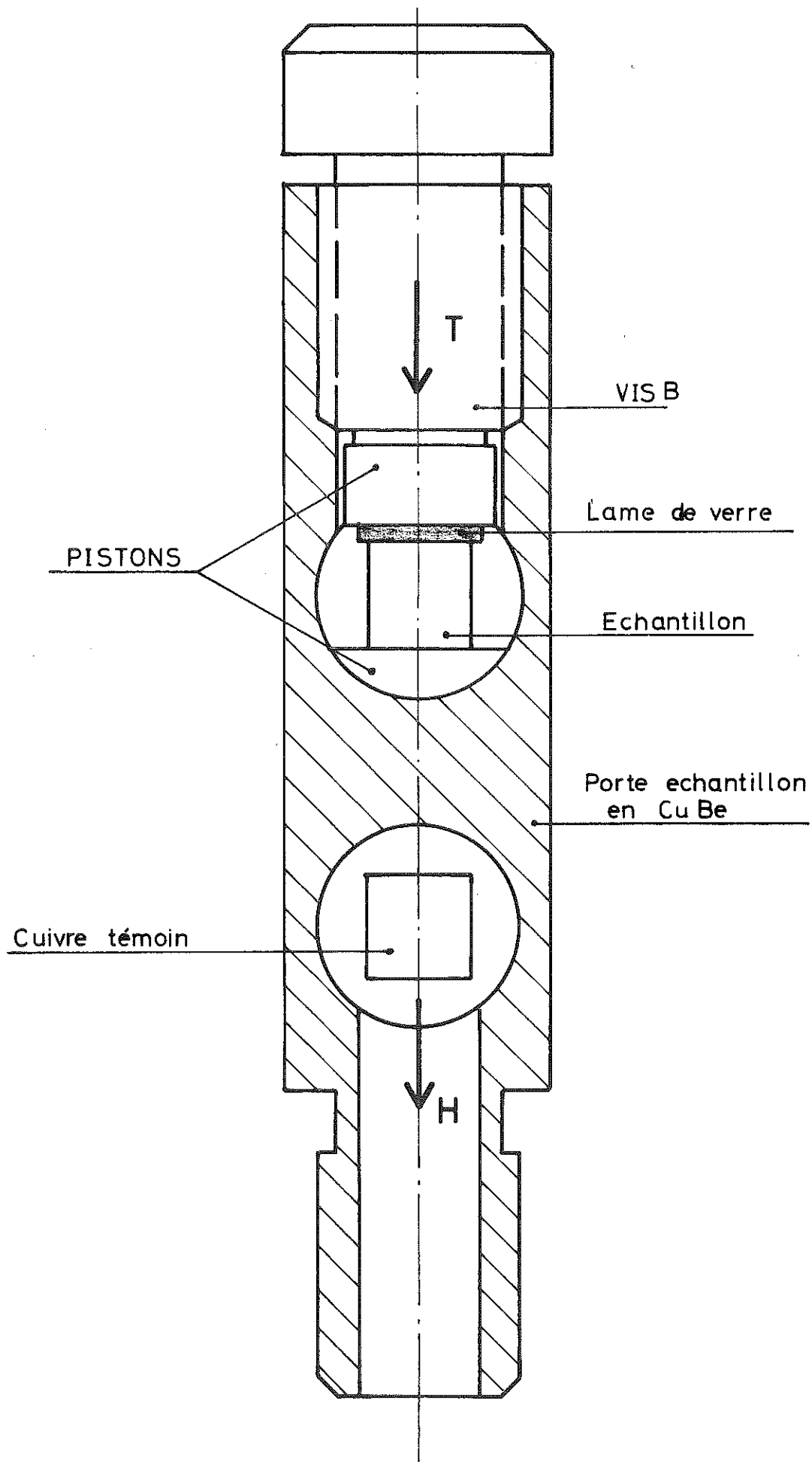


Figure 4b : Contrainte parallèle au champ appliqué.

ambiante, peut disparaître, se renforcer ou se maintenir au cours du refroidissement. Pour atteindre une valeur acceptable de la contrainte exercée, nous intercalons entre le porte-échantillon et l'échantillon une lamelle d'un matériau à faible coefficient de dilatation thermique. Le verre et l'acier inoxydable donnent de bons résultats (La 66), nous utilisons cependant le verre car l'utilisation de l'acier inoxydable rend difficiles les mesures magnétiques.

CHAPITRE IV

PROPRIÉTÉS PHYSIQUES DE L'OXYDE DE MANGANÈSE SOUS CONTRAINTE UNIAXIALE,

SOUS PRESSION HYDROSTATIQUE ET SOUS CHAMP MAGNÉTIQUE INTENSE

GENERALITES

Propriétés magnétiques

Dans la phase paramagnétique, l'oxyde de manganèse possède un réseau cristallin cubique faces centrées du type NaCl. On observe, au voisinage de 118 K, un maximum de susceptibilité magnétique (Bi 38, Bi 70), un pic important de chaleur spécifique (To 51) et un maximum du coefficient de dilatation (Fo 48).

Les expériences historiques de diffraction des neutrons effectuées en 1951 par Schull, Strauser et Wollan (Sh 51) sur l'oxyde de manganèse ont fait la preuve de l'existence de l'antiferromagnétisme proposé dès 1948 par Néel (Né 48) pour interpréter de façon quantitative les propriétés magnétiques de l'oxyde de manganèse. Ces expériences ont permis de décrire la structure magnétique à basse température de ce composé. La température de Néel est voisine de 118 K. L'oxyde de manganèse constitue un antiferromagnétique de seconde espèce. La structure ordonnée est formée de plans parallèles ferromagnétiques (111), la direction des moments magnétiques est inversée pour deux plans (111) consécutifs (figure 1).

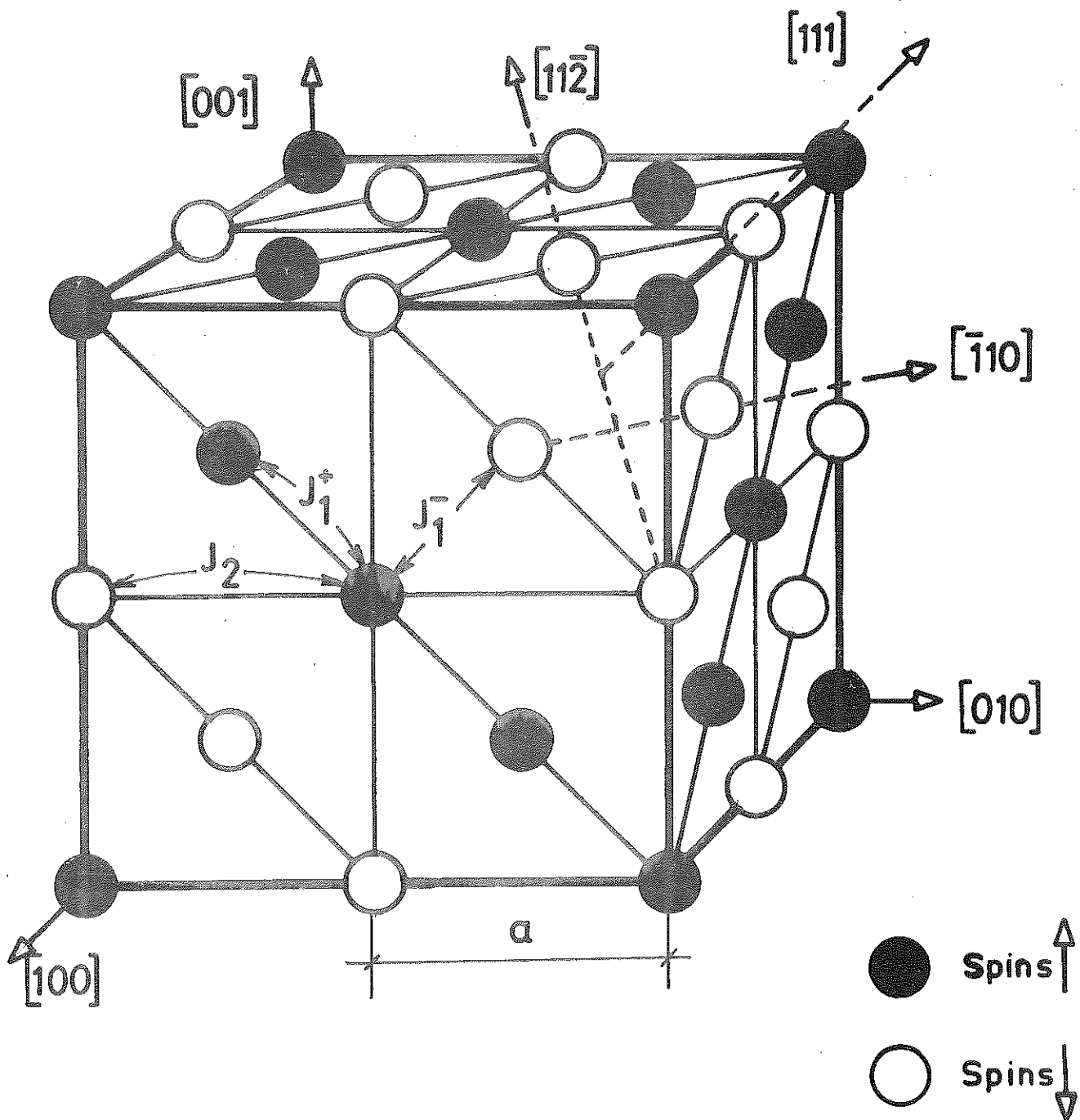


Figure 1 : Maille magnétique de l'oxyde de manganèse.

Les domaines antiferromagnétiques

Dans l'état ordonné, la maille cubique de l'oxyde de manganèse subit une distorsion rhomboédrique suivant la direction $[111]$ et une contraction du paramètre cristallin (Ge 69). Ceci correspond à un rapprochement des plans ferromagnétiques (111) empilés antiferromagnétiquement, c'est-à-dire à une contraction de la diagonale principale $[111]$ du cube (figure 1). En l'absence de contraintes extérieures, un monocristal d'oxyde de manganèse, refroidi à une température inférieure à la température de Néel, contiendra plusieurs domaines (ou macles) correspondant à chacune des quatre directions possibles de la diagonale principale d'un cube (Ro 60, Si 60). Ce sont les domaines antiferromagnétiques du type T (twin-walls). A l'intérieur de chaque domaine T, il peut y avoir plusieurs orientations possibles de la direction d'antiferromagnétisme dans le plan (111) . Chaque domaine T se divisera donc en domaines du type S (spin-rotation) (Ro 60, Si 60).

De nombreux auteurs ont étudié les parois entre domaines T ou domaines S dans l'oxyde de nickel. Certains ont pu observer le mouvement des parois sous l'action de contraintes extérieures (Si 60) ou de champs magnétiques (Ya 66).

IV-1 - RESULTATS EXPERIMENTAUX :

L'OXYDE DE MANGANESE SOUS CONTRAINTE

Un cube monocristallin a été préparé au L.E.T.I. (C.E.N. de Grenoble) pour l'étude de l'effet des contraintes sur la température de Néel (figure 3 du chapitre III). Les axes cristallographiques $[111]$, $[\bar{1}10]$ et $[11\bar{2}]$ sont perpendiculaires aux faces du cube. Deux jauges de contrainte sont collées sur les faces $(11\bar{2})$ et mesurent la déformation dans les directions $[111]$ et $[\bar{1}10]$.

La contrainte, exercée normalement au plan (111) dans la direction $[111]$ est appliquée dans la phase paramagnétique et nous la maintenons constante pendant le refroidissement et le réchauffement de l'échantillon. Entre deux séries d'expériences,

L'échantillon est recuit pendant plusieurs heures à température ambiante. Les résultats obtenus sont reproductibles, sans effet d'hystérésis en contrainte.

Toutes ces expériences ont été effectuées à l'aide des montages expérimentaux décrits au chapitre III, § 2.

IV-1-1 - Variation de la température d'ordre avec la contrainte [111]

La variation thermique de longueur de l'échantillon dans les directions [111] et $[\bar{1}10]$ présente une discontinuité importante (figure 2 et 3). L'amplitude de la discontinuité croît avec la contrainte appliquée. Nous admettons que la température à laquelle se produit cette discontinuité définit la température de Néel de l'oxyde de manganèse. On peut alors connaître la variation de la température de Néel sous l'action de la contrainte appliquée dans la direction [111]. La température de Néel croît linéairement au taux de $3,84 \pm 0,04 \text{ K. (kbar)}^{-1}$ (figure 4). Georges (Ge 69) a mesuré la variation de la température de Néel de l'oxyde de manganèse en poudre sous pression hydrostatique. La température de Néel croît linéairement avec la pression au taux de $0,3 \text{ K. (kbar)}^{-1}$.

Nous prendrons comme température de Néel à contrainte nulle, la valeur extrapolée à partir des expériences sous fortes contraintes, soit 118,3 K, en bon accord avec les déterminations antérieures. Dans nos expériences, en l'absence de contraintes, le contact thermique entre l'échantillon et le thermomètre est alors mauvais, la valeur de la température de Néel mesurée en contrainte nulle est erronée.

Nous avons noté une hystérésis thermique de la température de Néel de l'oxyde de manganèse lors d'expériences réalisées à contrainte constante. Cette hystérésis est de 1,1 K, sa valeur est indépendante de la contrainte appliquée au-dessus de 40 bar.

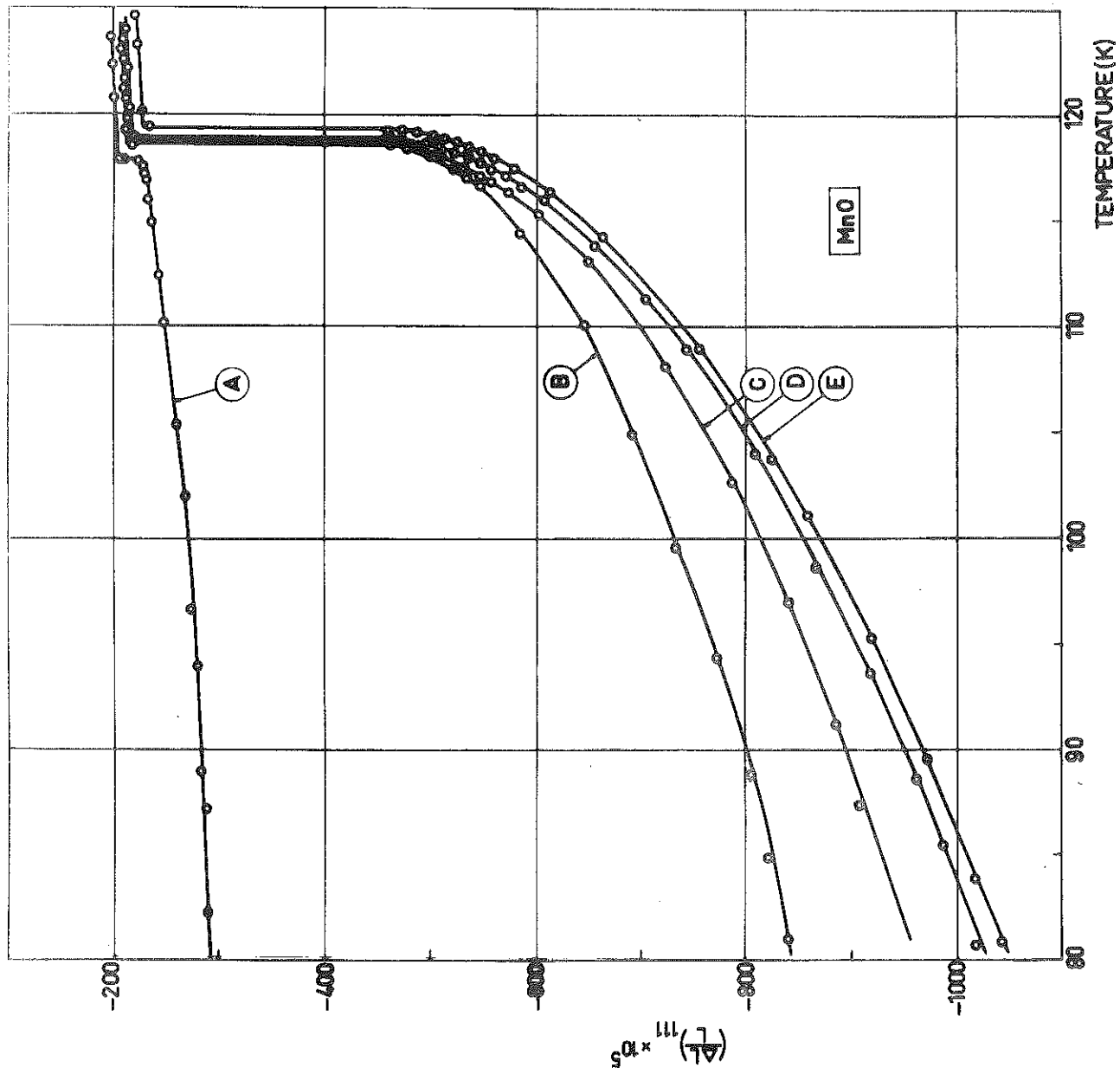


Figure 2 : Variation thermique de longueur de longueur $[111]$ pour A = 0 bar, B = 53 bar, C = 95 bar, D = 163 bar et E = 269 $\Delta L/L = 0$ à $T = 293$ K.

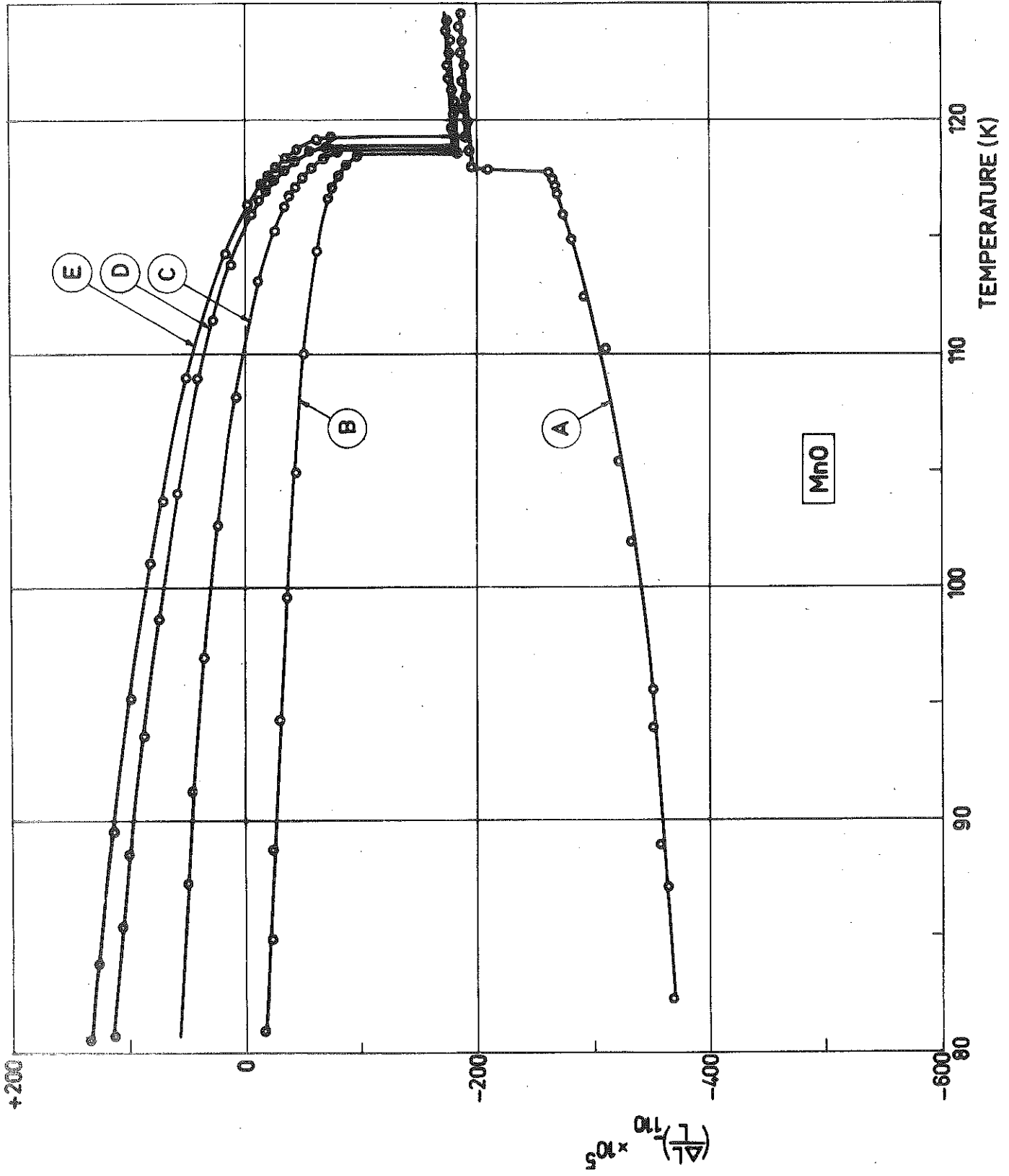


Figure 3 : Variation thermique de longueur dans la direction [110] (mêmes conditions expérimentales).

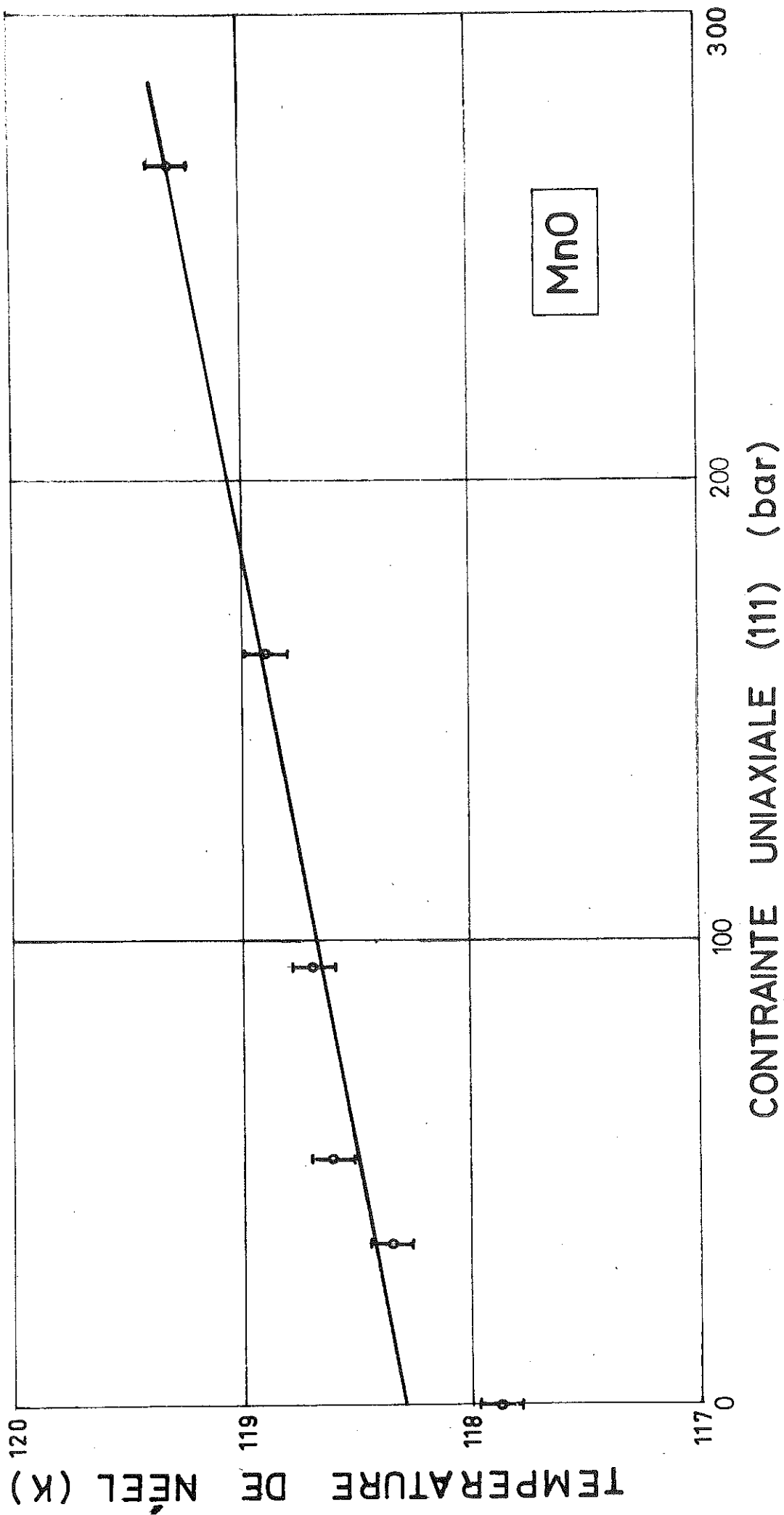


Figure 4 : Variation avec la contrainte de la température de Néel.

La discontinuité de la dilatation thermique et l'existence de cette hystérésis prouve sans ambiguïté le caractère de premier ordre de la transition antiferro-paramagnétique de l'oxyde de manganèse.

L'ensemble de ces résultats a été publié récemment dans *Physical Review B* (B1 73).

IV-1-2 - Réarrangement des domaines antiferromagnétiques T
sous l'action de la contrainte [111]

L'application d'une contrainte dans la direction [111] favorise les domaines T possédant la même orientation et ceux-ci voient leur volume augmenter au détriment des domaines T d'orientations différentes (S1 60). Dans l'état ordonné, le monocristal d'oxyde de manganèse se comporte comme un matériau magnétique mou, avec une grande variation de ses dimensions pour un faible accroissement de la contrainte appliquée (figures 2 et 3). Pour les contraintes plus élevées, au-dessus de 200 bar, les variations des dimensions du cristal avec la contrainte appliquée sont du même ordre de grandeur dans l'état ordonné et dans l'état paramagnétique (figures 2 et 3).

Nous pouvons donc considérer dans ce cas que le monocristal d'oxyde de manganèse est composé principalement d'un seul monodomaine T orienté dans la direction de la contrainte [111].

De fait, les variations thermiques de longueur mesurées suivant les directions [111] et $[\bar{1}10]$ du monocristal soumis à des contraintes supérieures à 200 bar, sont voisines de celles que l'on peut déduire des expériences de rayons X effectuées sur poudre (B1 68) (figure 5).

Par contre, les variations thermiques de longueur du monocristal, dans les mêmes directions, en l'absence de contraintes appliquées, sont voisines de celles mesurées dans la direction [100] sur des poudres (figure 5). Le monocristal d'oxyde de manganèse non contraint possède donc une dilatation thermique pratiquement isotrope. Les différents domaines T sont alors équirépartis.

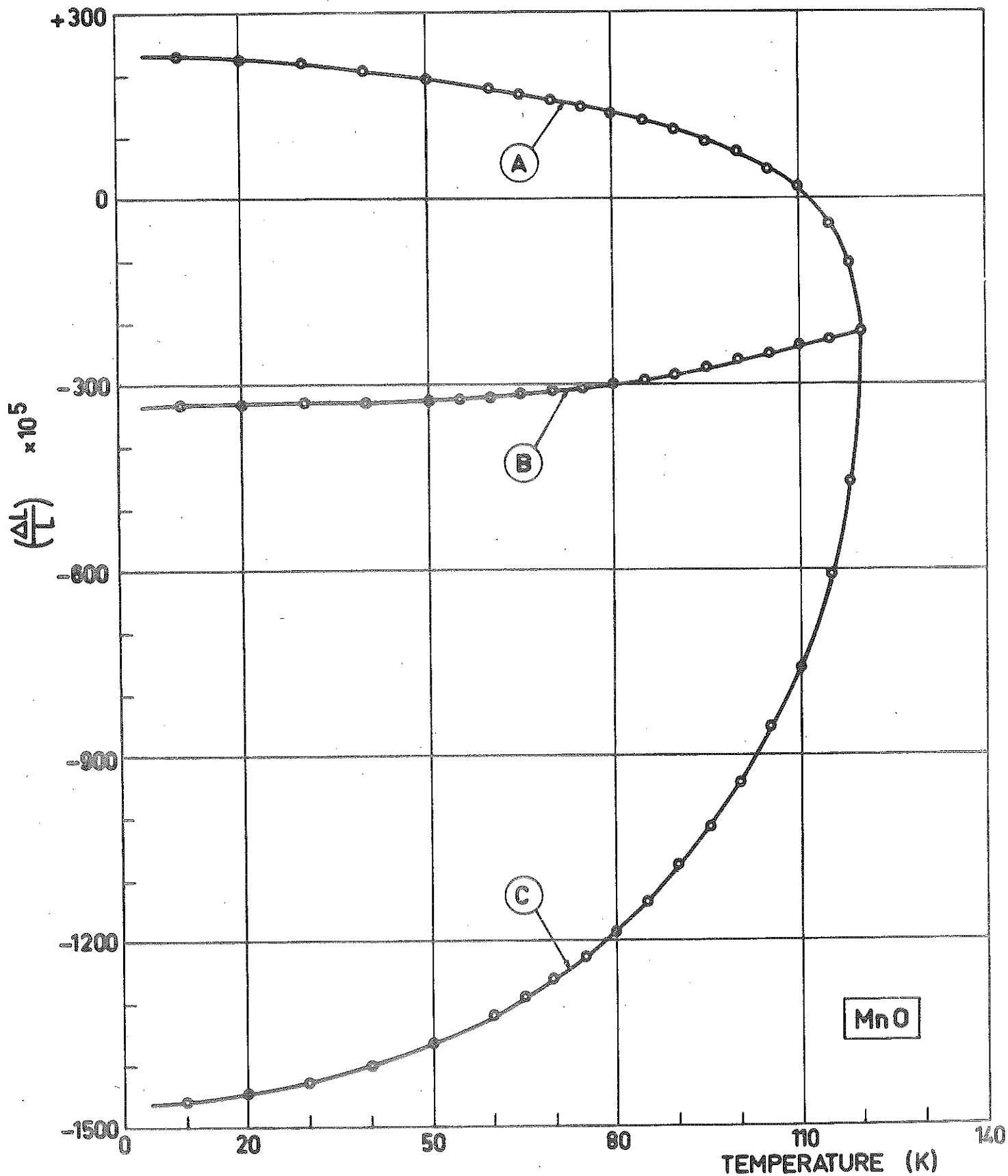


Figure 5 : Variations thermiques de longueur dans les directions $|111|_C$, $|\bar{1}10|_A$ et $|100|_B$ déterminées à partir des mesures de Georges sur poudre (B1 68).

A basse température, les poudres de dimensions comprises entre 20 et 100 μ peuvent être considérées comme des particules monodomaines T (Bl 68). La similitude qui existe entre le monocristal soumis à une forte contrainte et ces poudres disparaît à plus haute température près de la température de Néel. Dans ce cas, plusieurs domaines T peuvent être simultanément présents dans une particule de poudre puisque l'énergie élastique de distorsion décroît rapidement au voisinage de la température de Néel. Les effets de distorsion sont plus faibles à cause des interactions élastiques entre domaines T et le caractère de premier ordre de la transition peut être obscurci ou peut même disparaître. Cette observation est en accord avec les phénomènes de traînage de susceptibilité magnétique mis en évidence par Georges (Bl 70) au voisinage de la température de Néel de l'oxyde de manganèse. Des mesures plus récentes conduisent à la même conclusion (Se 73).

Nous avons étudié la réversibilité du mouvement des parois entre domaines T sous l'action de la contrainte. Le cristal est refroidi sans contrainte jusqu'à 77,3 K où l'ordre est antiferromagnétique. Nous appliquons une contrainte $[111]$ croissante de 0 à 270 bar, puis décroissante de 270 à 0 bar. Le cristal ne retrouve pas ses dimensions d'origine (figure 6). Les domaines T orientés dans la direction de la contrainte conservent un volume plus important que ceux d'orientations différentes. Nous obtenons un cycle d'hystérésis en contrainte, analogue au cycle d'hystérésis des matériaux ferromagnétiques soumis à un champ croissant puis décroissant.

Dans un champ magnétique extérieur nul, l'énergie magnétostatique d'un matériau ferromagnétique est plus faible lorsqu'il est subdivisé en domaines désorientés qu'à l'état monodomaine (He 68). Le mouvement des parois de Bloch devrait donc être réversible si leur mobilité n'était limitée par les défauts cristallins.

Le comportement d'un matériau antiferromagnétique dont on fait varier la distribution en domaines par un moyen quelconque (contrainte ou champ magnétique) est fondamentalement différent. L'énergie magnétostatique d'un monodomaine

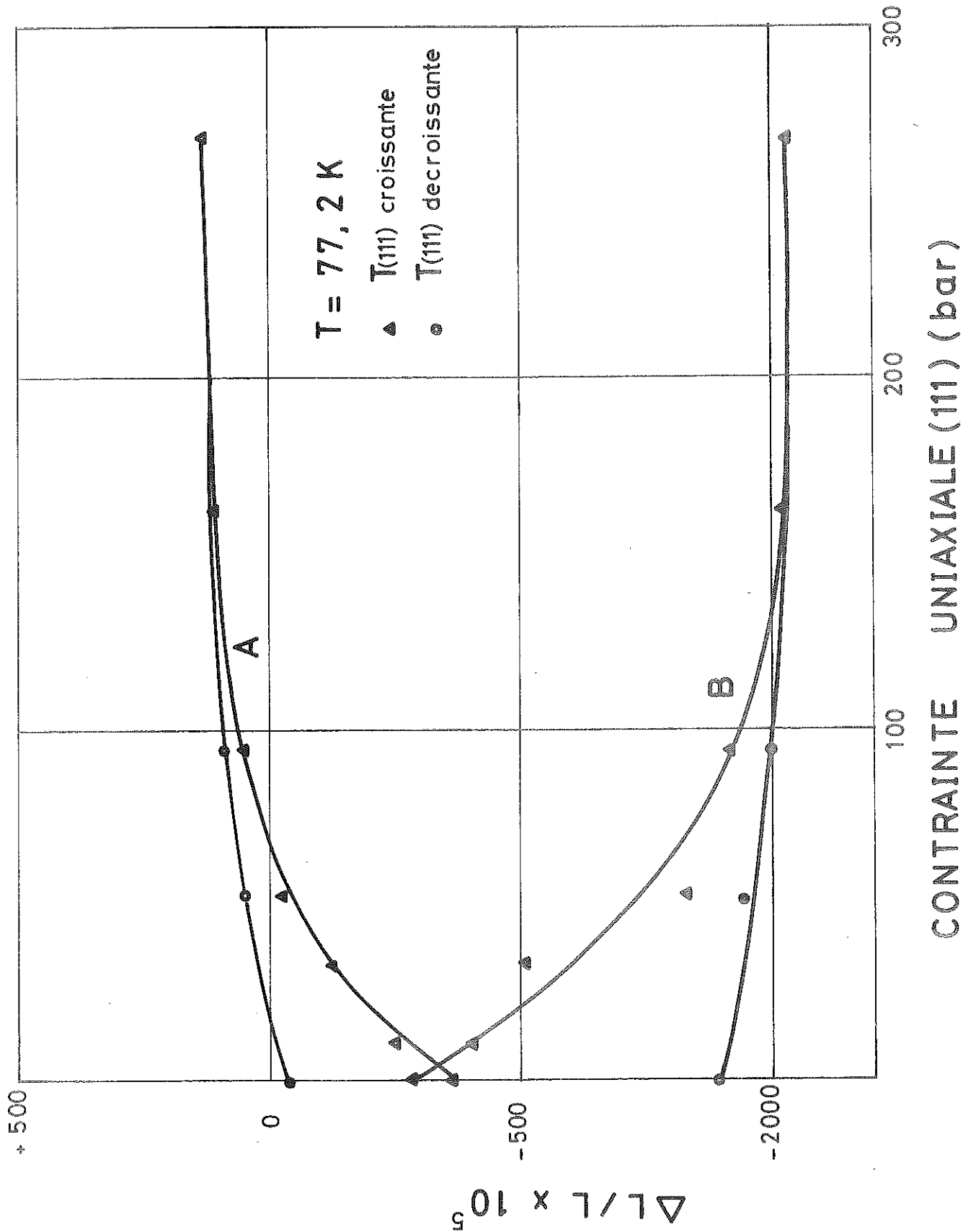


Figure 6 : Variation de longueur de MnO dans les directions $|\bar{1}10|_A$ et $|\bar{1}11|_B$ en fonction de la contrainte appliquée.

antiferromagnétique est nulle dans un champ magnétique extérieur nul. Un monodomaine formé par application d'une contrainte devrait rester monodomaine quand la contrainte cesse d'être appliquée. En fait, le cristal se retrouve au moins partiellement dans un état comportant plusieurs domaines T d'orientations différentes comme le prouve nos résultats expérimentaux. Il faut sans doute attribuer ces phénomènes à l'énergie élastique stockée dans les parois antiferromagnétiques rémanentes localisées au niveau des défauts cristallins (Ba 71). Cette énergie produit une force de rappel sur les parois et tend ainsi à les ramener sur leurs positions initiales (Né 53, He 68, Ge 69).

IV-1-3 - Réarrangement des domaines antiferromagnétiques

S avec le champ magnétique appliqué

La direction de l'axe d'antiferromagnétisme dans l'oxyde de manganèse n'est pas connue. Cependant, de nombreux auteurs dont Yamada (Ya 66) pensent que cette direction ne peut être que selon l'axe cristallographique $[\bar{1}10]$ ou être très voisine de l'axe cristallographique $[11\bar{2}]$ à l'intérieur du plan (111). Un monodomaine T se subdivisera alors en domaines S orientés selon les trois directions équivalentes $[\bar{1}10]^*$ ou $[11\bar{2}]^*$ appartenant au plan (111).

L'application d'un champ magnétique permet de modifier la distribution de ces domaines comme l'ont montré des mesures de susceptibilité et de magnétostriction effectuées sur de l'oxyde de nickel en poudre (Al 61) ou monocristallin (Pl 71).

Nous avons étudié la susceptibilité et la magnétostriction, à la température de l'azote liquide, d'un monodomaine T d'oxyde de manganèse soumis à un champ magnétique intense. Pour cela, nous avons utilisé le porte-échantillon décrit au

$[\bar{1}10]^*$ signifie $[\bar{1}10]$, $[10\bar{1}]$ et $[0\bar{1}1]$
 et $[11\bar{2}]^*$ signifie $[11\bar{2}]$, $[\bar{2}11]$ et $[1\bar{2}1]$.

chapitre III, paragraphe 3-2. Il permet de former un monodomaine T par application d'une contrainte perpendiculaire au champ magnétique. Les mesures ont été faites au Service des Champs Forts du Laboratoire et au Service National des Champs Intenses. Nous avons utilisé des bobines de Bitter refroidies à l'eau.

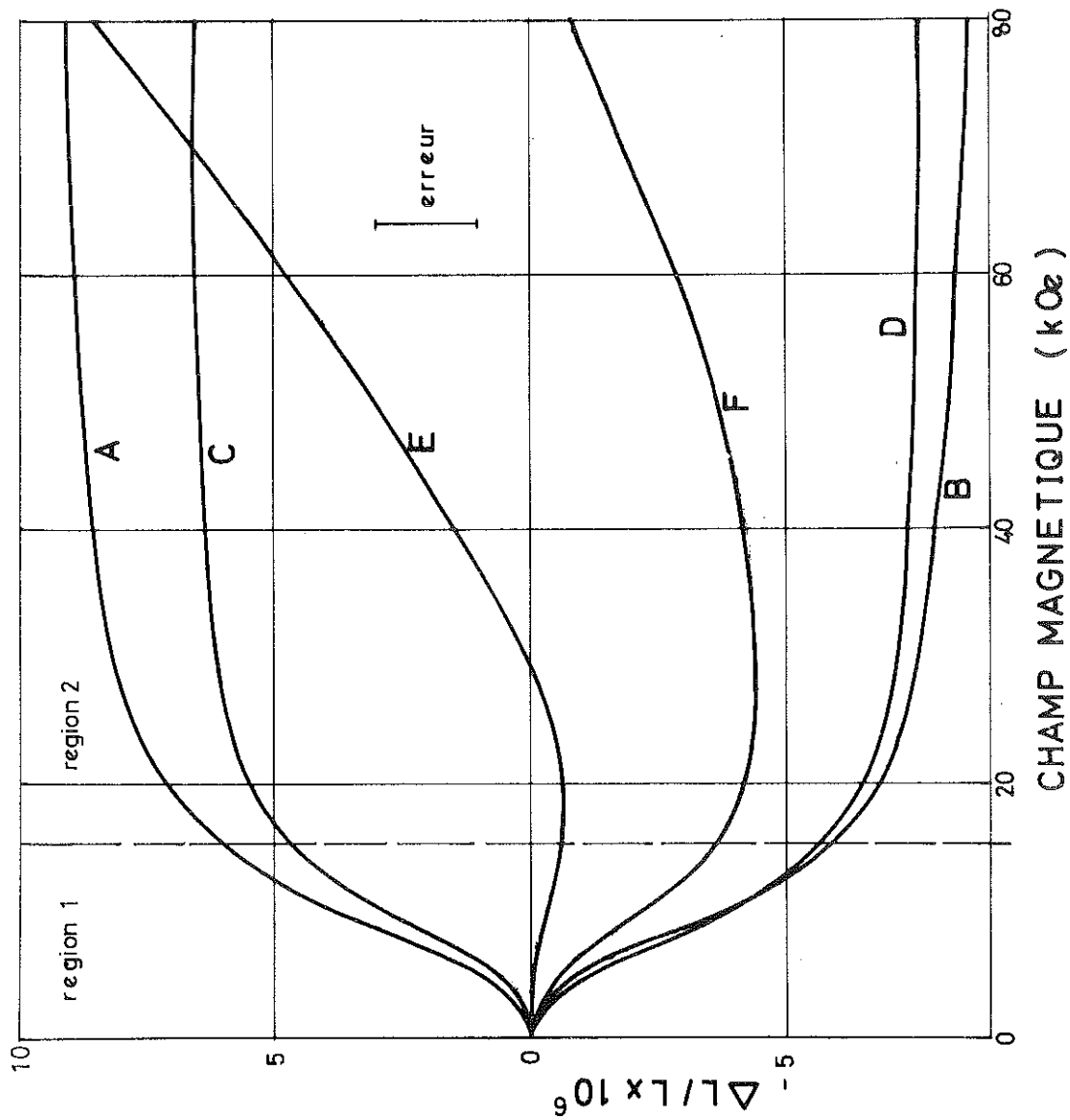
a - Mesures de magnétostriction forcée

Nous avons appliqué le champ magnétique dans le plan (111) du monodomaine T selon les directions $[\bar{1}10]$ et $[11\bar{2}]$. La figure 7 montre les déformations subies par le cristal dans les directions $[\bar{1}10]$, $[11\bar{2}]$ et $[111]$ pour les deux directions d'application du champ.

Nous distinguons deux régions différentes. Jusqu'à 15 kOe, les déformations selon $[\bar{1}10]$ et $[11\bar{2}]$ varient linéairement avec le carré du champ appliqué (région I), puis elles se saturent au-dessus de 30 kOe (région II). Cette loi quadratique correspond au mouvement des parois S ainsi que l'ont montré Alberts et Lee lors d'études analogues sur l'oxyde de nickel (Al 61). Le mouvement de ces parois s'accompagne d'une rotation cohérente des moments magnétiques (Ge 69) qui se disposent perpendiculairement au champ magnétique, en raison de la faible valeur de l'anisotropie dans le plan $[111]$ (Ke 57). La saturation est atteinte lorsque tous les spins sont disposés perpendiculairement au champ magnétique.

Nous notons que pour les deux directions d'application du champ magnétique, le cristal s'allonge dans la direction du champ et se contracte dans la direction perpendiculaire. De plus, les valeurs mesurées à saturation des allongements et des contractions observées sont identiques aux erreurs expérimentales près pour les deux directions d'application du champ magnétique (figure 7). Nous ne pouvons donc pas préciser, à partir de ces mesures, la direction de l'axe d'antiferromagnétisme dans le plan (111).

Nous observons que les déformations subies par le cristal (figure 7) ne présentent pas d'hystérésis en champ et sont réversibles. Ceci a déjà été observé lors d'expériences



	$H_{ xyz }$	$\frac{\Delta L}{L} \alpha \beta \gamma $
A	$11\bar{2}$	$11\bar{2}$
B	$11\bar{2}$	$\bar{1}10$
C	$\bar{1}10$	$\bar{1}10$
D	$\bar{1}10$	$11\bar{2}$
E	$11\bar{2}$	111
F	$\bar{1}10$	111

Figure 7 : Variation de longueur de MnO dans les directions $| \alpha \beta \gamma |$, pour un champ magnétique H appliqué dans les directions $| xyz |$.

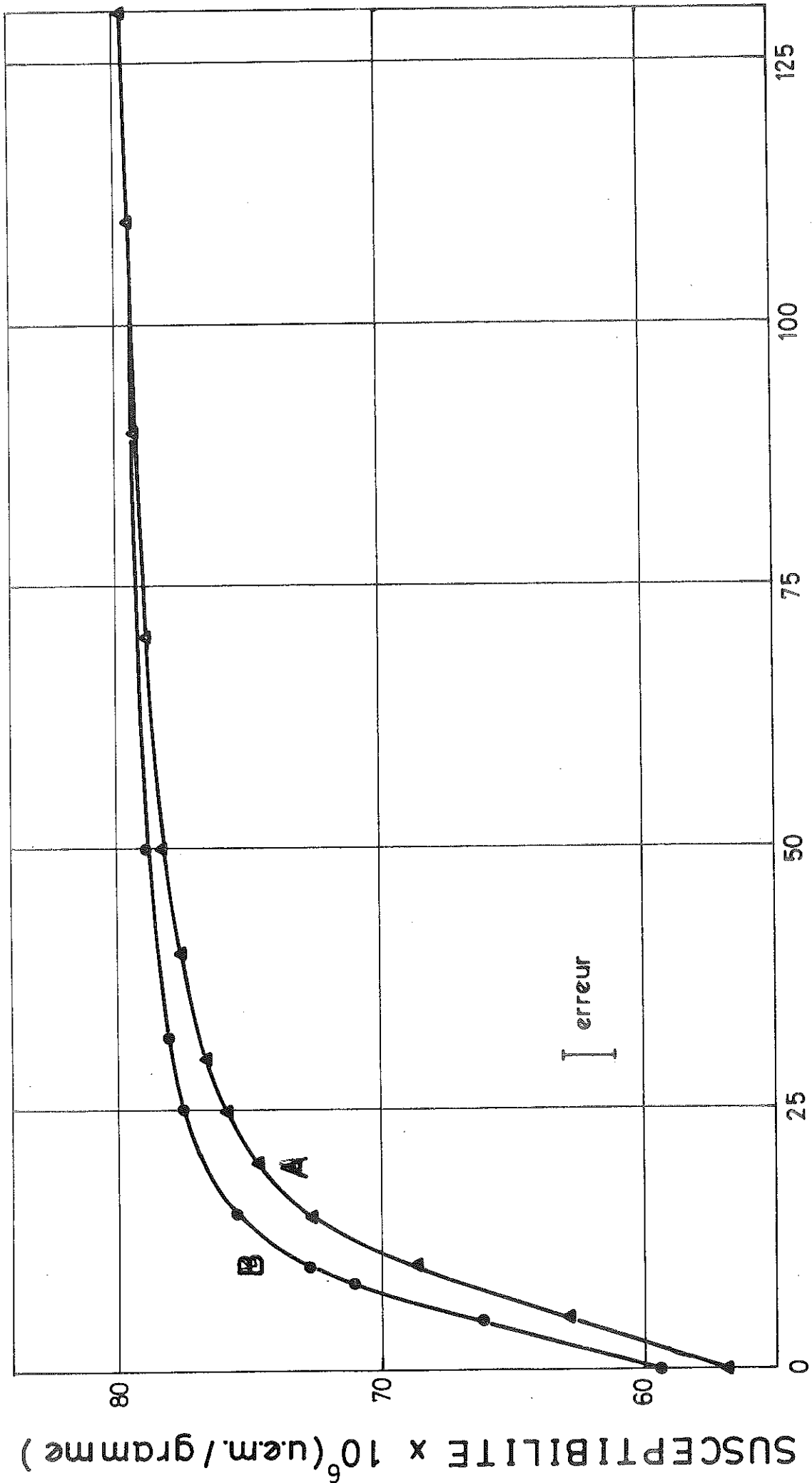
Identiques sur de l'oxyde de nickel monocristallin (PI 71). Il n'y a donc pas de contribution à la déformation due aux mouvements des parois T.

Nous avons tenté d'interpréter les résultats observés dans le cadre du modèle de Yamada (Ya 66) en ne considérant qu'un terme d'énergie magnétoélastique d'origine dipolaire. Les calculs donnent une magnétostriction spontanée due aux domaines S plus de 10 fois supérieure à celle que nous avons mesurée. Il est probable que l'application simultanée d'une faible contrainte dans la direction $[\bar{1}10]$ ou $[11\bar{2}]$ et d'une forte contrainte selon la direction $[111]$ permettrait d'obtenir un monocristal monodomaine parfait, T et S. Les mesures donneraient alors dans ce cas la vraie valeur de la magnétostriction associée aux domaines S.

b - Mesure de susceptibilité

Nous avons mesuré à la température de l'azote liquide la susceptibilité d'un monodomaine T pour les directions $[\bar{1}10]$ et $[11\bar{2}]$ du champ magnétique appliqué. Les résultats obtenus sont reportés figure 8.

Nous notons une variation de la susceptibilité pour les champs faibles jusqu'à 15 kOe, puis les courbes présentent une saturation aux champs plus élevés. Nous expliquons aussi la forme de ces courbes par le mouvement des parois S et la rotation des moments magnétiques qui se disposent perpendiculairement au champ appliqué. Les résultats obtenus sont identiques aux erreurs de mesure près pour les deux directions $[\bar{1}10]$ et $[11\bar{2}]$ du champ appliqué. Ces mesures ne nous permettent pas non plus de déduire la direction de l'axe d'antiferromagnétisme.



CHAMP MAGNETIQUE (kOe)

Figure 8 : Variation de la susceptibilité magnétique de MnO avec le champ appliqué
 Courbe A : monodomaine T, H parallèle à $|\bar{1}10|$ et $|\bar{1}\bar{1}\bar{2}|$.
 Courbe B : poudre (GE 69).

CHAPITRE V

ANALYSE THERMODYNAMIQUE DE LA TRANSITION DE PHASE

INTRODUCTION

Les interactions d'échange entre les atomes magnétiques dans un solide varient avec les distances entre atomes et les angles d'interaction. Ces distances et ces angles peuvent varier en raison de la dilatation thermique. Lorsque ces variations sont fortes, elles peuvent donner lieu à des anomalies dans la variation thermique de l'aimantation. Ces anomalies peuvent s'étudier en introduisant dans l'énergie libre, une énergie magnétoélastique dépendant linéairement en première approximation des déformations du cristal.

Nous allons discuter dans ce chapitre d'un modèle thermodynamique pour la description des effets magnétoélastiques. Nous l'utilisons ensuite afin d'interpréter le comportement de l'oxyde de manganèse.

V-1 - LE MODELE

Les ions Mn^{++} dans l'oxyde de manganèse sont dans un état électronique $S = 5/2$. L'effet du champ cristallin est alors très faible et l'hamiltonien du système magnétique est isotrope, de type Heisenberg :

$$H = 2 \sum_{(i,j)} J_{ij} \vec{S}_i \cdot \vec{S}_j \quad (1)$$

La sommation est effectuée sur les paires d'ions magnétiques (i,j).

Nous ne considérerons que les interactions d'échange J_1 entre premiers voisins à la distance $r_1 = \frac{a}{\sqrt{2}}$ et J_2 entre seconds voisins à la distance $r_2 = a$, où a est l'arête cubique de la cellule unitaire de l'oxyde de manganèse. Dans l'état ordonné, la structure magnétique est antiferromagnétique du second ordre : un ion magnétique possède 6 seconds voisins antiparallèles (J_2^-) ; ses 12 premiers voisins sont pour moitié antiparallèles (J_1^-) et pour l'autre moitié parallèles (J_1^+) (figure 1, chapitre IV). L'énergie magnétique d'une mole d'oxyde de manganèse s'écrit alors :

$$E_{\text{mag}} = NS^2 \sigma^2 \left[\sum_1^6 J_2 + \sum_1^6 J_1^- - \sum_1^6 J_1^+ \right] \quad (2)$$

Dans cette expression, N est le nombre d'Avogadro, σ est l'aimantation relative d'un sous-réseau ; les coefficients J_1 et J_2 sont exprimés en degrés Kelvin.

Lorsque le cristal est soumis à une contrainte mécanique extérieure ou lorsqu'il subit une déformation spontanée lors de l'établissement de l'ordre magnétique, le réseau cristallin peut être décrit à partir des coefficients du tenseur des déformations $[e_{ij}]$. Le module des interactions d'échange dépend des distances r_1 ou r_2 d'interactions et aussi des angles θ de superéchange. On peut développer au premier ordre la variation du module des interactions d'échange :

$$J_1 = J_1^0 \left[1 + \frac{\partial \text{Log } J_1}{\partial \text{Log } r_1} \frac{dr_1^\pm}{r_1^\pm} + \frac{\partial \text{Log } J_1}{\partial \text{Log } \theta} \frac{d\theta^\pm}{\theta^\pm} \right] \quad (3)$$

$$J_2 = J_2^0 \left[1 + \frac{d \text{Log } J_2}{d \text{Log } r_2} \frac{dr_2}{r_2} \right]$$

L'angle de superéchange θ associé à J_2 ne varie pas pour un champ de contrainte uniforme.

Nous poserons :

$$\begin{aligned}
 J_2 &= \frac{d \text{Log } J_2}{d \text{Log } r_2} \\
 J_{1r} &= \frac{\partial \text{Log } J_1}{\partial \text{Log } r_1} \\
 J_{1\theta} &= \frac{\partial \text{Log } J_1}{\partial \text{Log } \theta}
 \end{aligned} \tag{4}$$

La variation de l'énergie magnétique (2) avec les déformations du cristal est une énergie magnétoélastique, elle peut s'écrire, en utilisant (3) et (4) :

$$\begin{aligned}
 E_{\text{mag}} = NS^2 \sigma^2 \left[6J_2^0 + J_2 \sum_1^6 \frac{dr_2}{r_2} + J_{1r} \sum_1^6 \frac{dr_1^-}{r_1^-} + J_{1\theta} \sum_1^6 \frac{d\theta^-}{\theta^-} \right. \\
 \left. - J_{1r} \sum_1^6 \frac{dr_1^+}{r_1^+} - J_{1\theta} \sum_1^6 \frac{d\theta^+}{\theta^+} \right] \tag{5}
 \end{aligned}$$

En exprimant les variations relatives des distances et des angles d'interaction en fonction des éléments du tenseur des déformations $[e_{ij}]$, nous trouvons :

$$\begin{aligned}
 \sum_1^6 \frac{dr_2}{r_2} &= 2(e_{xx} + e_{yy} + e_{zz}) \\
 \sum_1^6 \frac{dr_1^-}{r_1^-} &= 2(e_{xx} + e_{yy} + e_{zz}) + (e_{xy} + e_{yz} + e_{zx}) \\
 \sum_1^6 \frac{dr_1^+}{r_1^+} &= 2(e_{xx} + e_{yy} + e_{zz}) - (e_{xy} + e_{yz} + e_{zx}) \\
 \sum_1^6 \frac{d\theta^-}{\theta^-} &= \frac{4}{\Pi} (e_{xy} + e_{yz} + e_{zx}) \\
 \sum_1^6 \frac{d\theta^+}{\theta^+} &= -\frac{4}{\Pi} (e_{xy} + e_{yz} + e_{zx})
 \end{aligned}$$

En utilisant les relations (5) et (6), nous obtenons :

$$E_{\text{mag}} = 6NS^2 \sigma^2 \left[J_2^0 + \frac{J_2 J_2^0}{3} (e_{xx} + e_{yy} + e_{zz}) + \frac{J_1 J_1^0}{3} (e_{xy} + e_{yz} + e_{zx}) \right] \tag{7}$$

En posant :

$$J_1 = J_{1r} + \frac{4}{\pi} J_{10} \quad (8)$$

Nous pouvons écrire l'énergie libre d'une mole d'oxyde de manganèse dans l'approximation du champ moléculaire sous la forme :

$$G = G_0 + E_{\text{anis.}} + E_{\text{mag}} + E_{\text{el}} - T(S_m + S_r) \quad (9)$$

où E_{el} est l'énergie élastique du réseau ; $S_m(\sigma) = Nk \int_0^\sigma B_S^{-1}(x) dx$ est l'entropie magnétique du système de spins dans l'approximation du champ moléculaire (He 68) ; $B_S^{-1}(x)$ est l'inverse de la fonction de Brillouin.

Nous négligeons dans la suite l'entropie de réseau S_r , les températures étant très inférieures à la température de Debye du composé.

Nous négligerons aussi l'anisotropie locale qui est très faible devant les autres termes d'énergie, les ions magnétiques étant dans un état S , ainsi que l'anisotropie dipolaire et ses variations avec les déformations, qui sont aussi très faibles (Ya 66).

G_0 tiendra compte de tous les termes indépendants des déformations (e_{ij}) et de l'aimantation .

En utilisant les relations (7) et (9) ainsi que l'expression de l'énergie élastique d'un réseau cristallin cubique, nous obtenons l'énergie libre exprimée en degrés Kelvin, d'une mole d'oxyde de manganèse :

$$G = G_0 + 6NS^2 \sigma^2 \left[J_2^0 + \frac{J_2 J_2^0}{3} (e_{xx} + e_{yy} + e_{zz}) + \frac{J_1 J_1^0}{3} (e_{xy} + e_{yz} + e_{zx}) \right] \\ + \frac{V_0}{k} \left[\frac{1}{2} C_{11} (e_{xx}^2 + e_{yy}^2 + e_{zz}^2) + C_{12} (e_{xx} e_{yy} + e_{yy} e_{zz} + e_{zz} e_{xx}) + \frac{1}{2} C_{44} (e_{xy}^2 + e_{yz}^2 + e_{zx}^2) \right] \\ - NT \int_0^\sigma B_S^{-1}(x) dx \quad (10)$$

V_0 est le volume d'une môle du composé,
 k est la constante de Boltzman.

Nous admettrons par la suite que les constantes élastiques du réseau cubique ne varient pas avec la température au voisinage de la transition antiferro-paramagnétique.

V-2 - TRANSITIONS MAGNETIQUES DISCONTINUES OU CONTINUES

La minimisation de l'énergie libre G par rapport aux déformations et à l'aimantation relative permet d'obtenir la variation thermique de l'aimantation d'un sous-réseau d'ions manganèse.

En minimisant par rapport aux déformations $|e_{ij}|$, nous obtenons :

$$e_{xx} = e_{yy} = e_{zz} = - \frac{2Nk}{V_0} \sigma^2 S^2 \frac{J_2 J_2^0}{C_{11} + 2C_{12}} \quad (11)$$

$$e_{xy} = e_{yz} = e_{zx} = - \frac{2Nk}{V_0} \sigma^2 S^2 \frac{J_1 J_1^0}{C_{44}}$$

En minimisant G par rapport à σ et en remplaçant dans l'expression obtenue les (e_{ij}) par leurs valeurs nous obtenons :

$$T = \frac{-12S^2 \sigma}{B_S^{-1}(\sigma)} \left[J_2^0 - \frac{2Nk}{V_0} \sigma^2 S^2 \left(\frac{J_2^2 J_2^0}{C_{11} + 2C_{12}} + \frac{J_1^2 J_2^0}{C_{44}} \right) \right] \quad (12)$$

Cette relation relie de façon implicite la température T à l'aimantation relative σ d'un sous-réseau et tient compte de l'énergie magnétoélastique. Nous pouvons tracer point par point la courbe $\sigma(T)$ définie par l'expression (12) en nous servant des programmes d'ordinateur donnés dans l'annexe 2. Nous obtenons deux types de variations, I et II (figure 1).

Pour le type I, l'aimantation σ varie de façon monotone entre 0 K et $T_0 = -4S(S+1)J_2^0$. Pour le type II, l'aimantation possède des valeurs non nulles à des températures supérieures à T_0 .

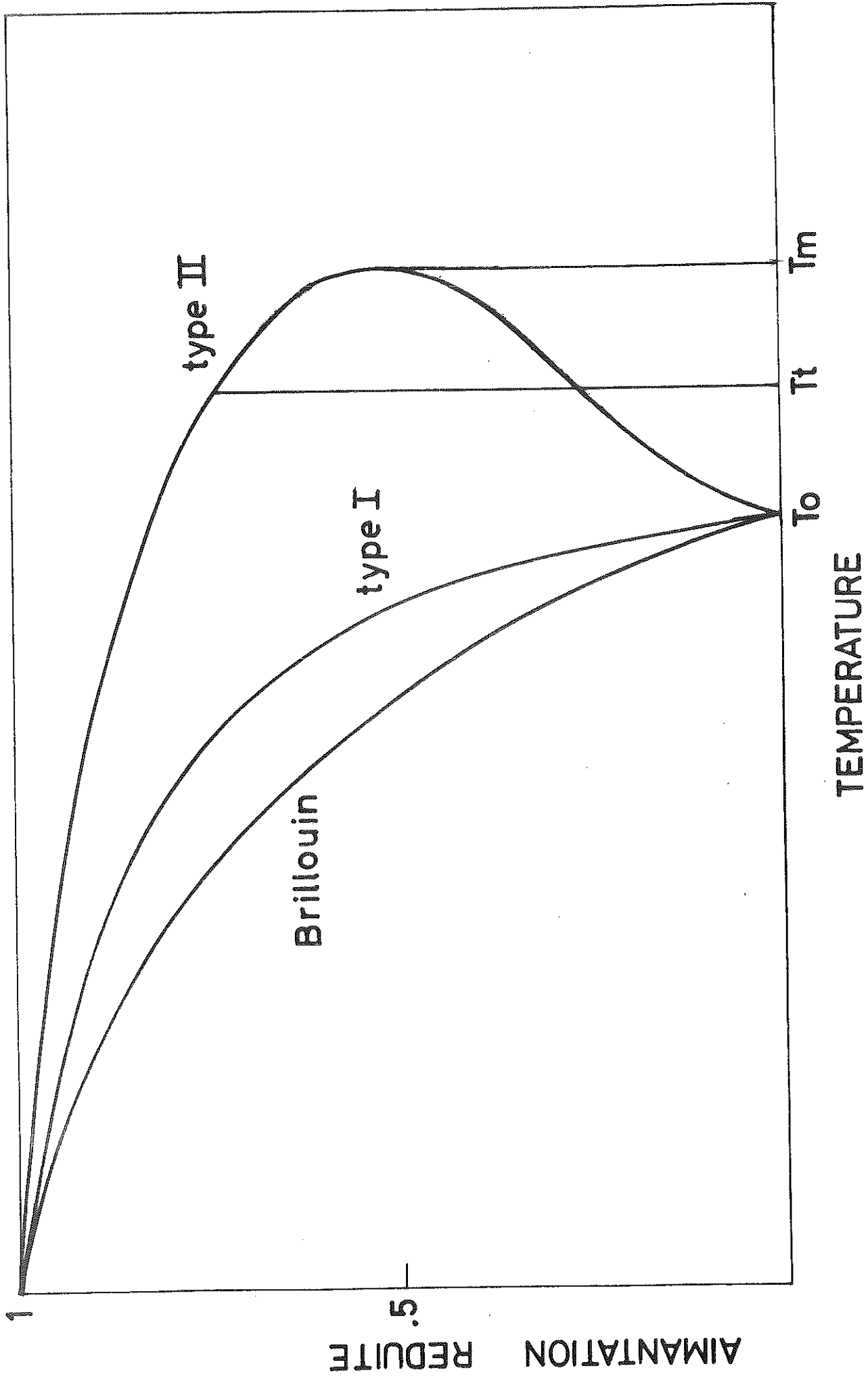


Figure 1 : Différents types de variation thermique de l'aimantation obtenus dans le modèle.

L'examen de la variation thermique de l'énergie libre du système montre que dans le cas I, la température de transition T_+ ordre-désordre est toujours égale à T_0 alors que dans le cas II, T_+ est toujours compris entre T_0 et T_{max} . Nous avons alors un saut d'aimantation à la transition : la transition est du premier ordre ou discontinue. Dans le cas I, la transition est du second ordre ou continue.

L'ordre de la transition est donc déterminé par le signe de la dérivée $\frac{dT}{d\sigma}$ quand $\sigma \rightarrow 0$ si $\frac{dT}{d\sigma} \Big|_{\sigma \rightarrow 0} \rightarrow 0_+$, la transition est du premier ordre, dans le cas contraire elle est du second ordre. On peut encore écrire que si :

$$-\frac{5}{6} \frac{[4S(S+1)]^3}{(2S+1)^4 - 1} \cdot \frac{kN}{V_0} \cdot \frac{1}{J_0} \left[\frac{J_2^2 J_0^2}{C_{11} + 2C_{12}} + \frac{J_1^2 J_0^2}{C_{44}} \right] > 1 \quad (13)$$

la transition est du premier ordre.

L'inégalité précédente est plus générale que celle obtenue précédemment par Bean et Rodbell (Be 62) qui considèrent seulement la partie isotrope de l'énergie magnétoélastique.

V-3 - VARIATIONS DES TEMPERATURES D'ORDRE AVEC DES

CONTRAINTES EXTERIEURES

La température de transition ordre-désordre est fixée par l'égalité des potentiels thermodynamiques de la phase anti-ferromagnétique G_{AF} et de la phase paramagnétique G_P .

Si nous reportons les expressions (11) dans (10), nous obtenons :

$$G_{AF} = G_0 + 6NS^2 \sigma^2 J_0^2 - \frac{6N^2 k S^4 \sigma^4}{V_0} \left[\frac{J_2^2 J_0^2}{C_{11} + 2C_{12}} + \frac{J_1^2 J_0^2}{C_{44}} \right] - \frac{T}{k} S_m(\sigma) \quad (14)$$

L'énergie libre de la phase paramagnétique ne comprendra que G_0 et le terme d'entropie :

$$G_P = G_0 - NT \text{Log}(2S+1) \quad (15)$$

L'ordinateur permet de calculer une valeur approchée de la température T_+ pour laquelle $G_{AF} - G_P$ change de signe (programme annexe 2).

Pour calculer la variation de la température d'ordre T_+ avec des contraintes extérieures, il suffit d'ajouter dans les potentiels thermodynamiques G_{AF} et G_P le travail des forces extérieures.

Dans le cas d'une pression hydrostatique p , il s'écrit :

$$dW = \frac{V_0}{k} P(e_{xx} + e_{yy} + e_{zz}) \quad (16)$$

Dans le cas d'une contrainte uniaxiale $T_{III} // [111]$

$$dW = \frac{V_0}{k} T_{III} [(e_{xx} + e_{yy} + e_{zz}) + (e_{xy} + e_{yz} + e_{zx})] \quad (17)$$

p et T_{III} sont exprimées en bar, dW en degrés Kelvin.

Nous obtenons, après minimisation de G_{AF} et G_P par rapport aux déformations et à l'aimantation :

Cas d'une contrainte uniaxiale T_{III} :

$$G_{AF} = G_0 + 6NS^2\sigma^2 \left[J_2^0 - \frac{T_{III}}{3} \left(\frac{j_2 j_2^0}{C_{11} + 2C_{12}} + \frac{j_1 j_1^0}{C_{44}} \right) - \frac{6N^2 k S^4 \sigma^4}{V_0} \left(\frac{j_2^2 j_2^{02}}{C_{11} + 2C_{12}} + \frac{j_1^2 j_1^{02}}{C_{44}} \right) \right] \\ - \frac{V_0 T_{III}^2}{k} \left[\frac{1}{C_{11} + 2C_{12}} + \frac{1}{C_{44}} \right] - \frac{T}{k} S_m(\sigma) \quad (18)$$

$$G_P = G_0 - \frac{V_0 T_{III}^2}{k} \left[\frac{1}{C_{11} + 2C_{12}} + \frac{1}{C_{44}} \right] - NT \text{ Log}(2S+1)$$

$$T = \frac{-12S^2\sigma}{B_S^{-1}(\sigma)} \left[J_2^0 - \frac{T_{III}}{3} \left(\frac{j_2 j_2^0}{C_{11} + 2C_{12}} + \frac{j_1 j_1^0}{C_{44}} \right) - \frac{2NkS^2\sigma^2}{V_0} \left(\frac{j_2^2 j_2^{02}}{C_{11} + 2C_{12}} + \frac{j_1^2 j_1^{02}}{C_{44}} \right) \right]$$

Cas d'une pression hydrostatique p :

$$G_{AF} = G_o + 6NS^2\sigma^2 \left[J_2^0 - p \frac{j_2^0 j_2^0}{C_{11} + 2C_{12}} - \frac{6N^2 k S^4 \sigma^4}{V_o} \left(\frac{j_2^0 j_2^0}{C_{11} + 2C_{12}} + \frac{j_1^0 j_1^0}{C_{44}} \right) \right]$$

$$- \frac{V_o}{k} \frac{3}{2} \frac{p^2}{C_{11} + 2C_{12}} - \frac{T}{k} S_m(\sigma)$$

$$G_p = G_o - \frac{V_o}{k} \frac{3}{2} \cdot \frac{p^2}{C_{11} + 2C_{12}} - NT \text{ Log } (2S+1) \quad (19)$$

$$T = \frac{-12S^2\sigma}{B_s^{-1}(\sigma)} \left[J_2^0 - p \frac{j_2^0 j_2^0}{C_{11} + 2C_{12}} - \frac{2NkS^2\sigma^2}{V_o} \left(\frac{j_2^0 j_2^0}{C_{11} + 2C_{12}} + \frac{j_1^0 j_1^0}{C_{44}} \right) \right]$$

La recherche à l'aide de l'ordinateur des températures T_+ pour lesquelles $G_{AF} - G_p$ change de signe dans les deux cas précédents permet de calculer les quantités $\frac{dT_+}{dT_{111}}$ ou $\frac{dT_+}{dp}$, c'est-à-dire la variation de la température d'ordre avec une contrainte [111] ou une pression hydrostatique. Ces grandeurs sont accessibles à l'expérience et la comparaison avec les calculs permet de vérifier la validité du modèle.

V-4 - APPLICATION AU CAS DE L'OXYDE DE MANGANESE

Nous avons recherché, à l'aide de nos programmes de calculs, les valeurs des paramètres J_2^0 , $j_2^0 j_2^0$ et $j_1^0 j_1^0$ qui permettent d'approcher au mieux les résultats expérimentaux tels que la température de transition antiferro-paramagnétique de l'oxyde de manganèse T_+ et ses variations $\frac{dT_+}{dp}$ avec la pression hydrostatique et $\frac{dT_+}{dT_{111}}$ avec la contrainte [111]. Nous avons utilisé les valeurs des constantes élastiques déterminées par extrapolation jusqu'à la température de transition T_+ des valeurs déterminées par Cracknell et Evans (Cr 70) dans la phase paramagnétique au voisinage de T_+ .

Les résultats obtenus les plus proches de l'expérience sont donnés Tableau I.

T A B L E A U I

	T_t (K)	$\frac{dT_t}{dp}$ $K(\text{kbar})^{-1}$	$\frac{dT_t}{dT_{III}}$ $K(\text{kbar})^{-1}$
exp.	119	0,3 (1)	3,84 (2)
calc.	119,2	0,29	3,26

(1) Georges (MnO en poudre, Ge 69)

(2) Maury (MnO monocristal, Bl 70).

Les valeurs des paramètres J_2^0 , J_1^0 et $J_2^0 J_1^0$, qui donnent ce résultat sont comparées, tableau II avec celles proposées par divers auteurs.

T A B L E A U II

	J_2^0 (K)	$J_2^0 J_2^0$ (K)	$J_1^0 J_1^0$ (K)
notre calcul	- 2,2	50	205
Georges	- 3,5	63	151
Lines (1)	- 5,5	66	130

(1) calculé par la méthode des fonctions de Green (Li 65).

L'accord entre les résultats expérimentaux et les résultats du calcul est bon. La détermination des paramètres J_2^0 , $J_2 J_2^0$ et $J_1 J_1^0$ permet de tracer la courbe de variation thermique de l'aimantation d'un sous-réseau. Nous avons obtenu, à l'aide de l'ordinateur, les courbes, figure 2, tracées dans le cas où la pression et la contrainte sont nulles, (courbe A), ou bien dans le cas de l'application d'une pression (courbe B) ou d'une contrainte (courbe C) de 1000 bar.

V-5 - PROGRAMME DE TRAVAIL

La variation thermique de l'aimantation ainsi calculée peut se comparer à celle que l'on peut déduire des mesures de diffraction de neutrons de Schull, Strauser et Wollan (Sh 51) ainsi que de celles de Blech et Averbach (Bl 66) (figure 3). Ces courbes ont été obtenues en écrivant que l'intensité d'une raie magnétique [111] est proportionnelle au carré de l'aimantation d'un sous-réseau après correction thermique de Debye-Waller.

L'accord entre les courbes expérimentales et la courbe calculée n'est pas satisfaisant. Il faut remarquer que les mesures de diffraction des neutrons ont été effectuées sur des poudres. Nous avons montré, chapitre IV, comment au voisinage de la température de transition, les effets de distorsion faisaient disparaître le caractère de premier ordre de la transition dans le cas d'un échantillon en poudre ou sous forme d'un monocristal non soumis à une contrainte. Le seul moyen d'obtenir la véritable courbe de variation thermique de l'aimantation est de réaliser une expérience de diffraction des neutrons sur un monocristal soumis à une contrainte [111] de façon à le rendre monodomaine. Nous réalisons actuellement cette expérience à l'Institut Laue-Langevin.

Nous pouvons aussi comparer la chaleur latente de la transformation calculée dans notre modèle et celle mesurée par Tood et Bonnickson (To 51), en supposant que le pic de chaleur spécifique à T_+ correspond à la chaleur latente de la transformation. Celle-ci est égale à $T_+(S_A - S_B)$, où T_+ est la température

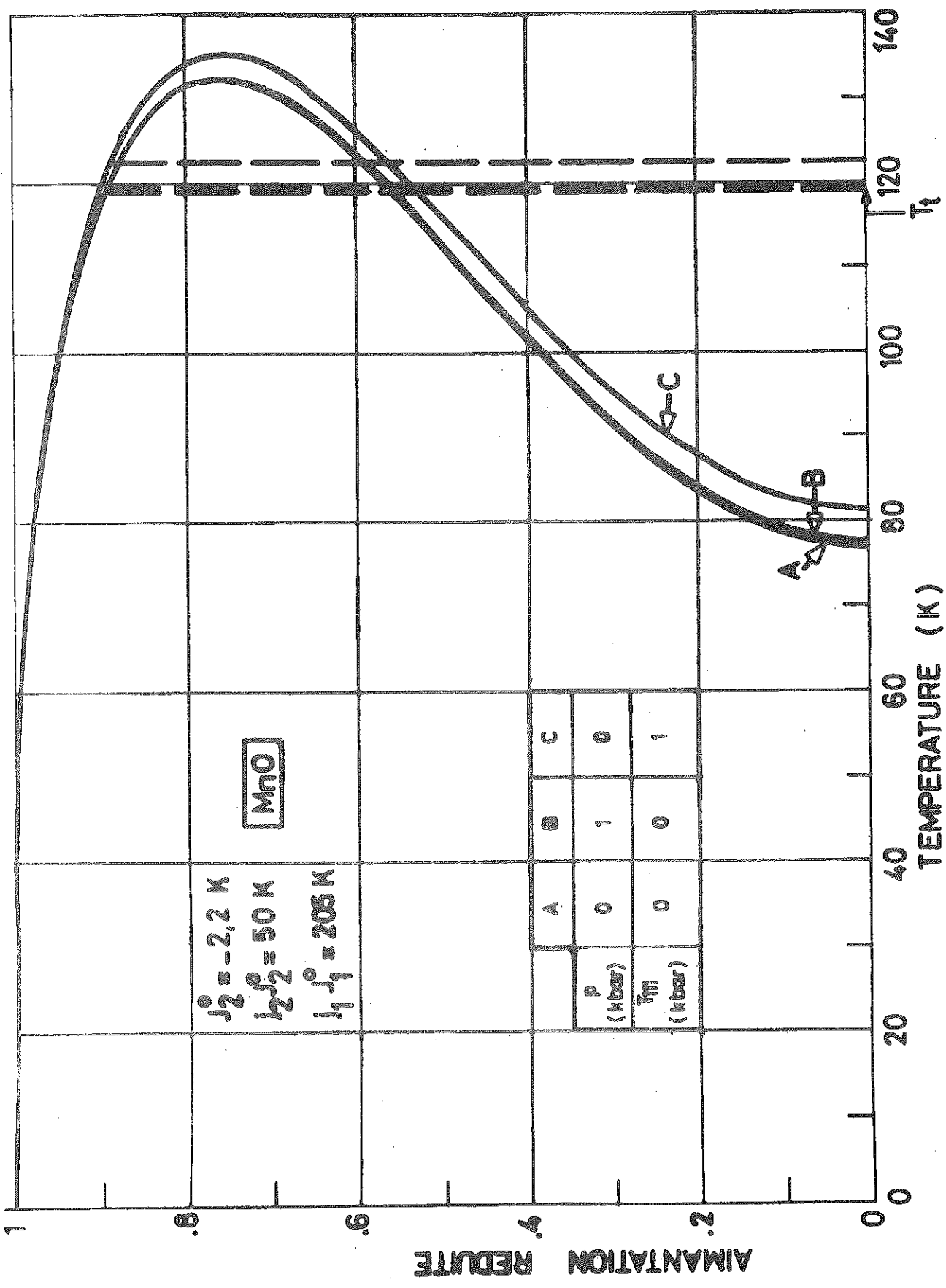


Figure 2 : Variations thermiques de l'aimantation du sous-réseau calculées dans le modèle.

AIMANTATION REDUITE

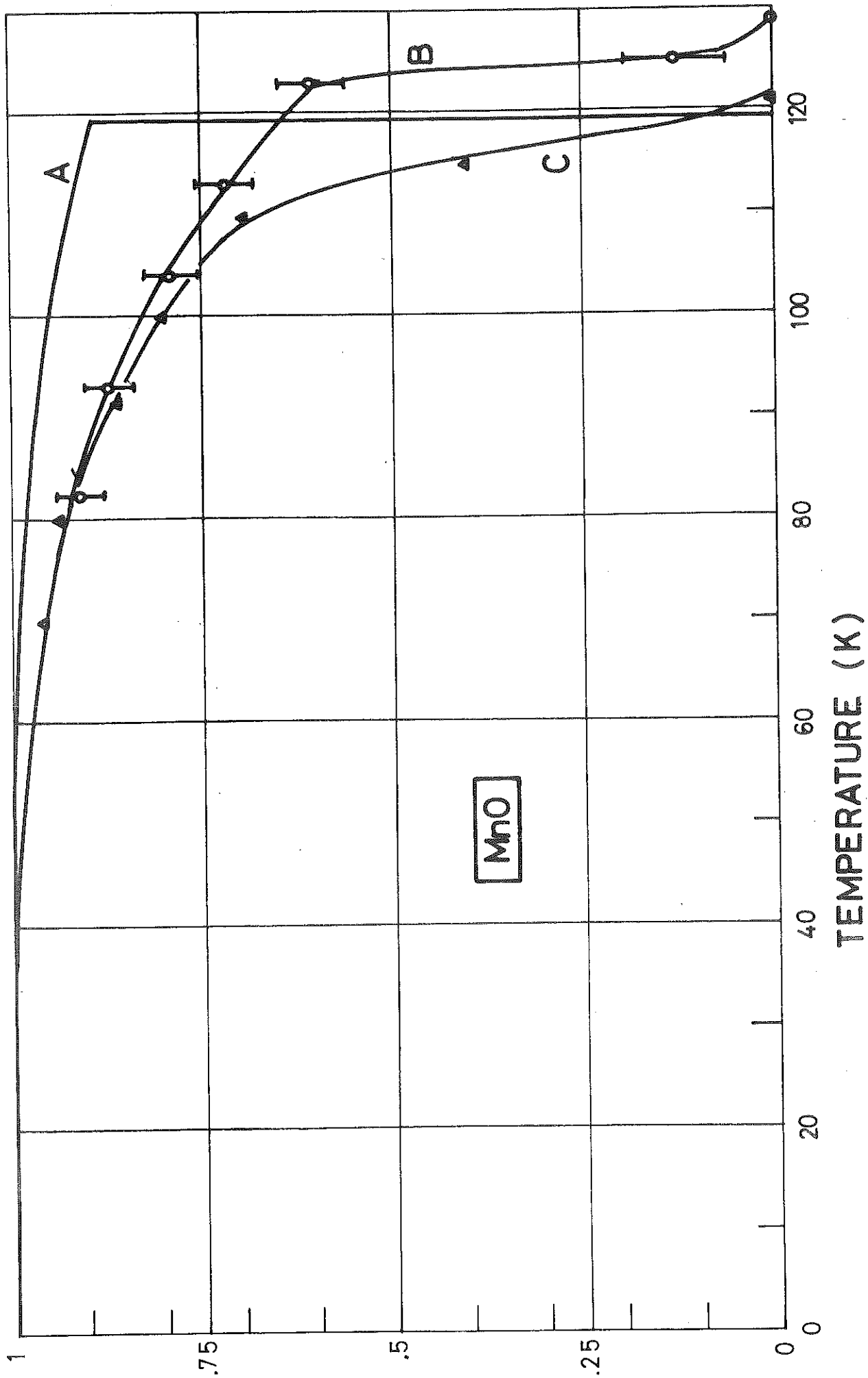


Figure 3 : Comparaison de nos calculs avec l'expérience :
courbe A : calculée ; courbe B : mesures de Blech et Aberbach (Bl 66) ;
courbe C : mesures de Schull et al (Sc 51).

de transition ordre-désordre, S_A l'entropie magnétique à T_+ dans l'état paramagnétique désordonné et S_B l'entropie magnétique à T_+ dans l'état antiferromagnétique ordonné. La chaleur latente calculée est de $257 \text{ cal.mole}^{-1}$, à comparer à $246 \text{ cal.mole}^{-1}$ déduite des expériences de Todd et Bonnicksen.

L'accord est excellent, mais il ne faut pas en tirer des conclusions trop optimistes, car ces mesures sont anciennes et réalisées sur des poudres. Nous effectuons actuellement des mesures de chaleur spécifique sur un monocristal d'oxyde de manganèse soumis à une contrainte $[111]$ de façon à le rendre monodomaine. Nous espérons ainsi obtenir une valeur plus précise de la chaleur latente de la transformation.

CONCLUSION

Au cours de cette étude nous avons mis au point des techniques de mesures dilatométriques par jauges de contrainte. Nous avons montré que ces techniques permettaient d'obtenir une grande sensibilité et une assez bonne précision, même dans des conditions extrêmes de température, de champ magnétique et de pression.

Nous avons utilisé les jauges de contrainte pour mesurer la compressibilité de certains composés intermétalliques terres rares-métaux de transition. Les résultats obtenus ont été fréquemment utilisés par des chercheurs du laboratoire et de nombreux centres de recherches extérieurs.

Une partie de notre travail a exigé la conception et la mise au point d'un ensemble cryogénique permettant de déterminer les variations des points d'ordre magnétique sous l'action de la contrainte uniaxiale. Cet ensemble permet d'obtenir des contraintes jusqu'à 6000 bar dans un domaine de températures comprises entre 4,2 et 300 K.

L'étude, à l'aide des jauges de contrainte, du comportement physique d'un monocristal d'oxyde de manganèse soumis à une contrainte uniaxiale a permis de mettre en évidence l'effet des domaines, ou macles, antiferromagnétiques sur l'ordre de la transition magnétique.

Nous avons développé un modèle thermodynamique permettant d'interpréter les divers résultats expérimentaux obtenus. Nous effectuons actuellement des mesures de diffraction de neutrons et de chaleur spécifique à basse température et sous contrainte uniaxiale, afin de vérifier ce modèle.

Les résultats obtenus sont très généraux. Le modèle thermodynamique peut en particulier être appliqué à des corps isomorphes de l'oxyde de manganèse comme les chalcogénures de manganèse ou d'euporium, ou bien à d'autres oxydes de métaux de transition.

ANNEXE 1

EXPRESSION DU TENSEUR DES DEFORMATIONS SUBIES PAR UN RESEAU - CUBIQUE SOUMIS A UN TENSEUR DE CONTRAINTES PARTICULIER

A - Expression du tenseur représentatif d'une contrainte uni- axiale et uniforme de direction quelconque par rapport aux axes cubiques

Considérons un réseau cubique soumis à une contrainte T de cosinus directeurs ($\cos \alpha$, $\cos \beta$, $\cos \gamma$). Dans le système d'axes portés par les directions cristallographiques $[100]$, $[010]$ et $[001]$, la matrice représentative du tenseur des contraintes est de la forme :

$$[T_{ij}] = \begin{bmatrix} T_{11} & T_{12} & T_{13} \\ T_{21} & T_{22} & T_{23} \\ T_{31} & T_{32} & T_{33} \end{bmatrix}$$

L'expression des quantités T_{ij} est donnée dans le tableau I pour les directions $[111]$, $[1\bar{1}0]$, $[211]$ et $[100]$, le module de la contrainte étant égal à T .

Dans le tableau I, est aussi donnée l'expression des quantités T_{ij} dans le cas d'une pression hydrostatique p qui est une contrainte triaxiale de directions $[100]$, $[010]$, $[001]$.

T A B L E A U 1

	[110]	[111]	[211]	[100]	pression hydrostatique
T_{11}	$-\frac{T}{2}$	$-\frac{T}{3}$	$-\frac{2T}{3}$	$-T$	$-p$
$T_{21}=T_{12}$	$-\frac{T}{2}$	$-\frac{T}{3}$	$-\frac{T}{3}$	0	0
$T_{31}=T_{13}$	0	$-\frac{T}{3}$	$-\frac{T}{3}$	0	0
T_{22}	$-\frac{T}{2}$	$-\frac{T}{3}$	$-\frac{T}{6}$	0	$-p$
$T_{23}=T_{32}$	0	$-\frac{T}{3}$	$-\frac{T}{6}$	0	0
T_{33}	0	$-\frac{T}{3}$	$-\frac{T}{6}$	0	$-p$

B - Expression du tenseur des déformations subies par le
réseau cubique dans le cas des contraintes précédentes

Les déformations sont liées aux contraintes par l'intermédiaire du tenseur des constantes élastiques, au nombre de trois pour un réseau cubique : S_{11} , S_{12} et S_{44}

$$\begin{bmatrix} e_{xx} \\ e_{yy} \\ e_{zz} \\ e_{yz} \\ e_{zx} \\ e_{xy} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} S_{11} & S_{12} & S_{12} & 0 & 0 & 0 \\ S_{12} & S_{11} & S_{12} & 0 & 0 & 0 \\ S_{12} & S_{12} & S_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & S_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & S_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & S_{44} \end{bmatrix} \times \begin{bmatrix} T_{11} \\ T_{22} \\ T_{33} \\ T_{23} \\ T_{31} \\ T_{12} \end{bmatrix}$$

L'expression des quantités e_{ij} est donnée dans le tableau II pour les différentes contraintes considérées au paragraphe précédent.

T A B L E A U II

	[110]	[111]	[211]	[100]	pression hydrostatique
e_{xx}	$-\frac{T}{2}(S_{11}+S_{12})$	$-\frac{T}{3}(S_{11}+2S_{12})$	$-\frac{T}{3}(2S_{11}+S_{12})$	$-T S_{11}$	$-p(S_{11}+2S_{12})$
e_{yy}	$-\frac{T}{2}(S_{11}+S_{12})$	$-\frac{T}{3}(S_{11}+2S_{12})$	$-\frac{T}{6}(S_{11}+5S_{12})$	$-T S_{12}$	$-p(S_{11}+2S_{12})$
e_{zz}	$-T S_{12}$	$-\frac{T}{3}(S_{11}+2S_{12})$	$-\frac{T}{6}(S_{11}+5S_{12})$	$-T S_{12}$	$-p(S_{11}+2S_{12})$
e_{yz}	0	$-\frac{T}{3} S_{44}$	$-\frac{T}{6} S_{44}$	0	0
e_{zx}	0	$-\frac{T}{3} S_{44}$	$-\frac{T}{3} S_{44}$	0	0
e_{xy}	$-\frac{T}{2} S_{44}$	$-\frac{T}{3} S_{44}$	$-\frac{T}{3} S_{44}$	0	0

ANNEXE 2

Programmes d'ordinateur permettant de résoudre les équations du chapitre V

Nous pouvons écrire ces équations sous une forme plus simple :

$$T = \frac{1}{B_S^{-1}(\sigma)} \times f(J_2^0, J_1 J_1^0, J_2 J_2^0, p, T_{III}, \sigma) \quad (1)$$

et

$$\Delta G = G_{AF} - G_P = G_o + g(J_2^0, J_1 J_1^0, J_2 J_2^0, p, T_{III}) - \frac{T}{K} S_m(\sigma) \quad (2)$$

Les différentes étapes de notre calcul sont les suivantes :

a - Nous fixons une valeur de la variable de Brillouin x ($0 \leq x < \infty$).

b - Nous déduisons la valeur correspondante de σ par la formule classique :

$$\sigma = B_S(x) = \frac{2S+1}{2S} \coth\left(\frac{2S+1}{2S}x\right) - \frac{1}{2S} \coth\frac{x}{2S}.$$

c - Nous calculons la température T correspondant à cette valeur de σ par la formule (1) après avoir fixé les différents paramètres.

Nous disposons pour cela du couple de valeurs $\{\sigma, B_S^{-1}(\sigma)\}$ car $x = B_S^{-1}(\sigma)$.

Nous pouvons donc tracer la courbe $T(\sigma)$ ou, ce qui revient au même, la courbe $\sigma(T)$.

d - Nous calculons. L'entropie magnétique correspond à la valeur de σ calculée en (c), c'est-à-dire correspondant à la valeur de x prise au départ en (a).

En effet, nous avons :

$$S_m(\sigma) = Nk \left[\text{Log} \frac{\text{sh} \frac{2S+1}{2S} x}{\text{sh} \frac{x}{2S}} - x B_S(x) \right] \quad (3)$$

e - Nous pouvons déterminer la variation thermique de ΔG par la formule (2), à l'aide du couple de valeurs $\{T(\sigma), \sigma\}$, et rechercher pour quelle température ΔG change de signe.

En résumé, en (c) nous traçons la variation thermique de l'aimantation et en (e) nous obtenons la température de transition magnétique.

Nous retrouvons ces différentes étapes dans le programme d'ordinateur réalisé (pages suivantes).

Nous y trouvons successivement :

- (1) Procédure BJX : réalise le calcul de la fonction de Brillouin $B_S(x)$ (mis au point par Fillion).
- (2) Procédure LNZ : calcule le premier terme de l'entropie (équation 3).
- (3) Procédure TEMP : calcule la courbe $T(\sigma)$ (équation 1).
- (4) Procédure DIFFG : calcule la variation thermique de ΔG (équation 2).

Option A : Permet d'extraire uniquement la température de transition T_+ et la valeur de l'aimantation correspondante.

Option B : Permet d'extraire tous les points calculés des courbes $T(\sigma)$ et $\Delta G(T)$.

- (5) Calculs proprement dits communs aux options A et B.
- (6) Calculs de l'option A et extraction des résultats.
- (7) Extraction des résultats de l'option B.


```
'DEBUT' 'REEL' X,S,P1,P2,P3,B1,B2,B3,P,J2,JJ2,JJ1,
        BB1,BB2,BB3,A,BB,C,D,E,F,G,
        SIGO,SIGT,SIGPR,TO,TT,TPR;
'REEL' 'TABLEAU' B.(1:17).,XY.(1:7).;
'ENTIER' 'TABLEAU' FE.(1:1).;
```

```
'REEL' 'PROCEDURE' BUX(VB,BXB);
'REEL' WB,BXB;
'DEBUT' 'REEL' V,Y,N,RB,RBP,RBPP,EBP;
        'ENTIER' I;
        'REEL' 'TABLEAU' VA.(1:2).,BP.(1:2).;
        VA.(1).:=0.5/WB;
VA.(2).:=1.0+VA.(1).;
'SI' BXB 'INF' 0.8 'ALORS' 'ALLERA' SERB ;
'POUR' I:=1,2 'FAIRE'
```

```
'DEBUT'
```

```
        V:=VA.(1).;
        Y:=2.0*V*BXB;
        'SI' Y 'INF' 0.7 'ALORS' 'ALLERA' DEV ;
        BP.(1).:=V*(EXP(Y)+1.0)/(EXP(Y)-1.0);
        'ALLERA' POP;
```

```
DEV: N:=1.0;
      RB:=RBP:=Y;
      EBP:=RBP*0.5$-9;
```

```
SUIV: N:=N+1.0;
      RBP:=RBP*Y/N;
```

```
      RB:=RB+RBP;
      'SI' ABS(RBP)'SUP'EBP'ALORS' 'ALLERA' SUIV;
      BP.(1).:=V/RB*(RB+2.0);
```

```
POP: 'FIN';
```

```
'ALLERA' DIFF ;
```

```
SERB: 'POUR' I:=1,2 'FAIRE' 'DEBUT'
```

```
        V:=VA.(1).;
```

```
        Y:=V*BXB ;
```

```
        N:=1.0;
```

```
        RBP:=2.0*V*Y;
```

```
        RB:=RBP/6.0;
```

```
        EBP:=RB*0.5$-9;
```

```
SUITE: N:=N+1.0;
```

```
'SI' N 'SUP' 17.0 'ALORS' 'ALLERA' STOP;
```

```
RBP:=RBP*Y*Y/(N-0.5)/N;
```

```
RBPP:=RBP*B.(N).;
```

```
RB:=RB+RBPP;
```

```
'SI' ABS(RBPP)'SUP'EBP'ALORS' 'ALLERA' SUITE;
```

```
STOP: BP.(1).:= RB;
```

```
'FIN';
```

```
DIFF : BUX:= BP.(2).-BP.(1).;
```

```
'FIN'BUX;
```

(1)

```

(2) 'REEL' 'PROCEDURE' LNZ(J,Y) ; 'REEL' J,Y ;
      'DEBUT' 'REEL' X ; X:=ABS(Y) ; LNZ:= 'SI' X 'INF' $-2 'ALORS'
      LN(2.0*J+1.0)+(1.0+1.0/J)*X*X/6.0 'SINON'
      'SI' X/J 'SUP' 16.0 'ALORS' X 'SINON'
      X+LN((1.0-1.0/EXP((2.0+1.0/J)*X)))/(1.0-1.0/EXP(X/J)) ;
      'FIN' LNZ ;
(3) 'REEL' 'PROCEDURE' TEMP(T,PR) ; 'REEL' T,PR ;
      'DEBUT'
      TEMP:=(-12.0)*S*S*(J2=0.1266*$-L*S*S*(XY.(1).)I2
      *((JJ2)I2*0.22+(JJ1)I2*1.75)
      -(JJ2*0.22*PR+JJ1*1.75*T)*$-6)*XY.(1)./P ;
      'FIN' TEMP ;
(4) 'REEL' 'PROCEDURE' DIFFG(A,B,C,D) ; 'REEL' A, B,C,D ;
      'DEBUT'
      DIFFG:=6*6.023*$23*(XY.(1).*S)I2*(J2=(JJ2*0.22*D+JJ1*1.75*C)
      *$-6)-(0.1266*$-L)*3*(6.023*$23)*(XY.(1).*S)I4
      *((JJ2)I2*0.22+(JJ1)I2*1.75)
      -(6.023*$23)*A*(B-P*XY.(1).-LN(2*S+1)) ;
      'FIN' DIFFG ;
      LIRT(B);LIRE(S,P1,P2,P3,B1,B2,B3);
      RESET:EXL(< J2 JJ2 JJ1 >); IMPR;
      LICLAV(J2,JJ2,JJ1) ;
      FE.(1).:=65535 ; REBO(2) ;
Option A 'SI' CLE(3) 'ALORS'
          'DEBUT'
          EXL(< __ AIMANT __ TEMP __ I >); IMPR;
          'FIN';
          " B 'SI' CLE(2) 'ALORS'
              'DEBUT'
              EXL(<
              P,T=0 P=0,T=1KBAR
              P=1KBAR,T=0 __ I >); IMPR ;
              EXL(< __ AIMANT __ TEMP __ DIFFG __ TEMP __ DIFFG __
              TEMP __ DIFFG __ I >); IMPR;
              'FIN';
              BB1:=B1+P1/2.0 ; BB2:=B2+P2/2.0 ; BB3:=B3+P3/2.0 ;
              'POUR' P:=0.001 'PAS' P1 'JUSQUA' BB1 ,
              BB1+P2-P1/2.0 'PAS' P2 'JUSQUA' BB2,
              BB2+P3-P2/2.0 'PAS' P3 'JUSQUA' BB3
              'FAIRE'
              'DEBUT'
              X:=LNZ(S,P) ;
              XY.(1).:=BJX(S,P) ;
              XY.(2).:=TEMP(0,0);
              XY.(3).:=DIFFG(XY.(2).,X,0,0);
              XY.(4).:=TEMP(1000/3,1000/3);
              XY.(5).:=DIFFG(XY.(4).,X,1000/3,1000/3);
              XY.(6).:=TEMP(0,1000);
              XY.(7).:=DIFFG(XY.(6).,X,0,1000);
(5)

```

```

'SI' CLE(3) 'ALORS'
  'DEBUT'
  'SI' C*XY.(3). 'INF' 0.0 'ALORS'
    'DEBUT'
    SIG0:=A-((XY.(1).-A)/(XY.(3).-C))*C;
    T0:=BB-((XY.(2).-BB)/(XY.(3).-C))*C;
    EXD(8,5,SIG0);EXD(9,2,T0);EXL(<___P,T=0___>);
    IMPR;
    'FIN';
  'SI' E*XY.(5). 'INF' 0.0 'ALORS'
    'DEBUT'
    SIGT:=A-((XY.(1).-A)/(XY.(5).-E))*E;
    TT:=D-((XY.(4).-D)/(XY.(5).-E))*E;
    EXD(8,5,SIGT);EXD(9,2,TT);EXL(<___T=1KBAR___>);
    IMPR;
    'FIN';
  'SI' G*XY.(7). 'INF' 0.0 'ALORS'
    'DEBUT'
    SIGPR:=A-((XY.(1).-A)/(XY.(7).-G))*G;
    TPR:=F-((XY.(6).-F)/(XY.(7).-G))*G;
    EXD(8,5,SIGPR);EXD(9,2,TPR);EXL(<___P=1KBAR___>);
    IMPR;
    EXD(9,2,TT-T0);EXL(<___DTT___>);IMPR;
    EXD(9,2,TPR-T0);EXL(<___DTPR___>);IMPR;
    'FIN';
  A:=XY.(1).;BB:=XY.(2).;C:=XY.(3).;D:=XY.(4).;E:=XY.(5).;
  F:=XY.(6).;G:=XY.(7).;
  'FIN';
  'SI' CLE(2) 'ALORS'
    'DEBUT'
    EXD(8,5,XY.(1).);EXD(9,2,XY.(2).);
    EXF(11,3,XY.(3).);EXD(9,2,XY.(4).);
    EXF(11,3,XY.(5).);EXD(9,2,XY.(6).);
    EXF(11,3,XY.(7).);
    IMPR;
    'FIN';
    ECBA(2,XY);
    'FIN';
  ECBA(2,FE);REBO(2);
  'SI' CLE(1) 'ALORS' 'ALLERA' RESET;
'FIN';
#

```

(6)

(7)

REFERENCES

- Do 02 - H. DORSEY
Phys. Rev., 25, 887, (1902).
- Br 17 - P.W. BRIDGMAN
Proc. Am. Acad. Arts Sci., 52, 573, (1917),
reproduit dans Collected Experimental papers, Vol. II,
p. 1053.
- Bi 38 - H. BIZETTE, C.F. SQUIRE, B. TSAI
C. R. Acad. Sc. Paris, 207, 449, (1938).
- La 40 - A.W. LAWSON, N.A. RILEY
Rev. Sc. Inst., 20, 763, (1940).
- Fo 48 - M. FOEX
C. R. Acad. Sc. Paris, 193, 227, (1948).
- Né 48 - L. NEEL
Ann. de Phys., 3, 137, (1948).
- To 51 - S.S. TODD, K.R. BONNICKSON
J. Am. Chem. Soc., 73, 3894, (1951).
- Sh 51 - C.G. SHULL, W.A. STRAUSSER, E.O. WOLLAN
Phys. Rev., 83, 333, (1951).
- Br 53 - R. BRACHET
Techniques de l'Ingénieur, 2, E2200, (1953).
- Né 53 - L. NEEL
Proc. Int. Conf. Therm. Phys. Kyoto-Tokyo, (1953).

- Ba 54 - J. BASSET, J. BASSET
J. Phys. Rad., 15, 574, (1954).
- Re 57 - J. REITZEL et al
Rev. Sc. Inst., 28, 828, (1957).
- Ke 57 - F. KEFFER, W. O'SULLIVAN
Phys. Rev., 108, 637, (1957).
- Br 58 - P.W. BRIDGMAN
The physics of high pressure, (1958).
- Ro 60 - W.L. ROTH
J. Appl. Phys., 31, 2000, (1960).
- Sl 60 - G.A. SLACK
J. Appl. Phys., 31, 171, (1960).
- Ti 60 - N.A. TIKHOMIROVA et al
Sov. Phys. Cryst., 5, 787, (1960).
- Ka 60 - S.S. KABALKINA, L.F. VERESCHAGIN
Sov. Phys. Doklady, 5, 373, (1960).
- Al 61 - L. ALBERTS, E.W. LEE
Proc. Phys. Soc., 78, 728, (1961).
- Be 62 - C.P. BEAN, D.S. RODBELL
Phys. Rev., 126, 104, (1962).
- Bl 65 - D. BLOCH
Thèse d'Etat, Université de Grenoble, (1965).
- Gi 65 - A.A. GIARDINI et al
Rev. Sc. Inst., 36, 1742, (1965).
- Sh 65 - M.L. SHEPARD, J.F. SMITH
J. Appl. Phys., 36, 1447, (1965).
- Li 65 - M.E. LINES, E.D. JONES
Phys. Rev., 139, 1313, (1965).
- La 66 - A. LACAZE
Tech. Gen. du Lab. de Phys., Editions du C.N.R.S., 4,
299, (1966).

- Bl 66 - I.A. BLECH, B.L. AVERBACH
Phys. Rev., 142, 287, (1966).
- Ya 66 - T. YAMADA
J. Phys. Soc. Japan, 21, 650, (1966).
T. YAMADA et al
J. Phys. Soc. Japan, 21, 664, (1966).
T. Yamada et al
J. Phys. Soc. Japan, 21, 672, (1966).
- La 67 - L. LANDAU, E. LIFCHITZ
Théorie de l'élasticité, Mir Moscou, (1967).
- Bi 67 - BUDD (S.A.)
Handbook of stress analysis, (1967).
- Iw 68 - N. IWATA et al
J. Phys. Soc. Japan, 24, 948, (1968).
- Gi 68 - D.J. GIBBS, B.W. JONES
Brit. J. Appl. Phys., 2, 1059, (1968).
- Bl 68 - D. BLOCH, P. CHARBIT, R. GEORGES
C. R. Acad. Sc. Paris, 266, 430, (1968).
- He 68 - A. HERPIN
Théorie du magnétisme, Bibl. Sc. Tech. Nucl., Paris, (1968).
- Ta 69 - E. TATSUMOTO et al
Japan J. Appl. Phys., 7, 939, (1969).
- Ba 69 - H. BARTHOLIN, D. BLOCH
Phys. Rev., 188, 845, (1969).
- Ge 69 - R. GEORGES
Thèse d'Etat, Université de Grenoble, (1969).
- Ha 70 - T.A. HAHN
J. Appl. Phys., 41, 5096, (1970).
- Ba 70 - H. BARTHOLIN
Thèse d'Etat, Université de Grenoble, (1970).

- Ma 70 - R. MAURY
C. R. Acad. Sc. Paris, 271, 950, (1970).
- Bl 70 - D. BLOCH, R. GEORGES, I.S. JACOBS
J. Phys., 31, 589, (1970).
- Cr 70 - M.F. CRACKNELL, R.G. EVANS
Sol. Stat. Comm., 8, 359, (1970).
- Ba 71 - H. BARTHOLIN, J. BEILLE
Rev. Phys. Appl., 6, 291, (1971).
- Pl 71 - P. de V. DU PLESSIS et al
J. Phys. Sol. St. Phys., 4, 2565, (1971).
- Ba 71 - D.J. BARBER, R.G. EVANS
J. Mat. Sc., 6, 1237, (1971).
- Br 73 - M. BROUHA, K.M.J. BUSCHOW
A paraître.
- Bl 73 - D. BLOCH, R. MAURY
Phys. Rev., 7, 4883, (1973).
- Se 73 - D. SEINO et al
Phys. Lett., 44A, 35, (1973).

TABLE DES MATIERES

	pages
<u>INTRODUCTION</u>	1
<u>CHAPITRE I : Les jauges de contraintes.</u>	
Techniques Expérimentales	3
Introduction	3
I-1 - Les jauges de contrainte	3
I-1-1 - Principe	3
I-1-2 - Effet transversal	5
I-1-3 - Effet de la température	6
I-1-4 - Effet de la pression hydrostatique	7
I-1-5 - Effet d'un champ magnétique	7
I-1-6 - Conclusion	8
I-2 - Mesure des variations relatives de résistance	9
I-2-1 - Généralités	9
I-2-2 - Principe des circuits de mesure	9
I-2-3 - Appareils utilisés dans nos mesures	9
I-2-4 - Résistance d'isolement	10
<u>CHAPITRE II : Mesure des compressibilités</u>	11
Introduction	11
II-1 - Appareillage haute pression	11

	Pages
II-2 - Mesure des compressibilités	12
II-2-1 - Principe	12
II-2-2 - Mesure de la compressibilité du gadolinium	13
II-2-3 - Compressibilité des composés inter- métalliques terres rares-métaux de transition	14
 <u>CHAPITRE III</u> : Mesure de la dilatation thermique sous contrainte ou sous champ magnétique	 17
III-1- Appareillage expérimental	17
III-1-1 - Généralités	17
III-1-2 - Description de l'appareil cryogénique	18
III-1-3 - Dispositif d'application des contraintes	19
III-1-4 - Mesure des températures et des contraintes	19
III-2 - Mesures de dilatation thermique par jauges de contrainte	20
III-2-1 - Principe	20
III-2-2 - Mesures dilatométriques	20
III-3 - Mesure de magnétostriction forcée par jauges de contrainte	21
III-3-1 - Introduction	21
III-3-2 - Principe et réalisation	21
 <u>CHAPITRE IV</u> : Propriétés physiques de l'oxyde de manga- nèse sous contrainte uniaxiale, sous pres- sion hydrostatique et sous champ magnétique intense	 23
Généralités	23
Propriétés magnétiques	23
Les domaines antiferromagnétiques	24

	Pages
IV-1 - Résultats expérimentaux : l'oxyde de manganèse sous contrainte	24
IV-1-1 - Variation de la température d'ordre avec la contrainte $[111]$	25
IV-1-2 - Réarrangement des domaines antiferro- magnétiques T sous l'action de la contrainte $[111]$	26
IV-1-3 - Réarrangement des domaines antiferro- magnétiques S avec le champ magnétique appliqué	28
a - Mesure de magnétostriktion forcée	29
b - Mesures de susceptibilité	30
 <u>CHAPITRE V - Analyse thermodynamique de la transition de phase</u>	 31
Introduction	31
V-1 - Le modèle	31
V-2 - Transitions magnétiques discontinues ou continues	35
V-3 - Variations des températures d'ordre avec des contraintes extérieures	36
V-4 - Application au cas de l'oxyde de manganèse	38
V-5 - Programme de travail	40
 <u>CONCLUSION</u>	 42
 <u>ANNEXE 1</u>	 44
 <u>ANNEXE 2</u>	 47
 <u>REFERENCES</u>	 53