

N° d'ordre

T H E S E S

présentées

A LA FACULTE DES SCIENCES DE L'UNIVERSITE DE GRENOBLE

pour obtenir

LE GRADE DE DOCTEUR-INGENIEUR

par

Dominique PACCARD

Ingénieur E S M E

Licencié ès Sciences

Centre National de la Recherche  
Scientifique

Laboratoire d'Électrostatique  
et de Physique du métal

Centre de recherches sur les  
très basses températures

- BIBLIOTHEQUE -

le THESE :

Etude et réalisation d'une balance de torsion  
automatique pour l'étude des couches minces

2e THESE :

Propositions données par la Faculté

Soutenues le *25 novembre* 1964 devant la commission d'Examen

Président : L. NEEL

Examineurs : R. PAUTHENET

R. MONTMORY

## LISTE DES PROFESSEURS

DOYENS HONORAIRES

M. FORTRAT P.  
M. MORET L.

DOYEN

M. WEIL L.

PROFESSEURS TITULAIRES

MM. NEEL L.	MAGNETISME ET PHYSIQUE DU SOLIDE
HEILMANN R.	CHIMIE ORGANIQUE
KRAVTCHEKOV J.	MECANIQUE RATIONNELLE
CHABAUTY C.	CALCUL DIFFERENTIEL ET INTEGRAL
PARDE M.	POTAMOLOGIE
BENOIT J.	RADIOELECTRICITE
CHENE M.	CHIMIE PAPETIERE
BESSON J.	ELECTROCHIMIE
WEIL L.	THERMODYNAMIQUE
FELICI N.	ELECTROSTATIQUE
KUNTZMANN J.	MATHEMATIQUES APPLIQUEES
BARBIER R.	GEOLOGIE APPLIQUEE
SANTON L.	MECANIQUE DES FLUIDES
OZENDA P.	BOTANIQUE
FALLOT M.	PHYSIQUE INDUSTRIELLE
GALVANI O.	MATHEMATIQUES
MOUSSA A.	CHIMIE NUCLEAIRE
TRAYNARD P.	CHIMIE
SOUTIF M.	PHYSIQUE
CRAYA A.	HYDRODYNAMIQUE
REULOS R.	THEORIE DES CHAMPS
AYANT Y.	PHYSIQUE APPROFONDIE
GALLISSOT F.	MATHEMATIQUES APPLIQUEES
LUTZ E.	MATHEMATIQUES
BLAMBERT M.	MATHEMATIQUES
BOUCHEZ R.	PHYSIQUE NUCLEAIRE
LLIBOUTRY	GEOPHYSIQUE
MICHEL R.	GEOLOGIE ET MINERALOGIE
BONNIER E.	ELECTROCHIMIE
DESSAUX G.	PHYSIOLOGIE ANIMALE
PILLET E.	ELECTROTECHNIQUE
DEBELMAS J.	GEOLOGIE
GERBER R.	MATHEMATIQUES
PAUTHENET R.	ELECTROTECHNIQUE
VAUQUOIS B.	MATHEMATIQUES APPLIQUEES
BUYLE-BODIN M.	ELECTRONIQUE
KOSZUL J.L.	MATHEMATIQUES
SILBER R.	MECANIQUE DES FLUIDES
DREYFUS B.	THERMODYNAMIQUE
VAILLANT F.	ZOOLOGIE
MOUSSIEGT J.	ELECTRONIQUE
BARBIER J.C.	PHYSIQUE
Mme LUMER L.	MATHEMATIQUES
KLEIN J.	MATHEMATIQUES

PROFESSEURS SANS CHAIRE

Mme	KOFLER L.	BOTANIQUE
MM.	GIRAUD P.	GEOLOGIE
	GIDON P.	GEOLOGIE ET MINERALOGIE
	ARNAUD P.	CHIMIE
	PERRET R.	SERVOMECHANISMES
Mme	BARBIER M.J.	ELECTROCHIMIE
Mme	SOUTIF J.	PHYSIQUE
MM.	BRISSONNEAU P.	PHYSIQUE
	COHEN J.	ELECTROTECHNIQUE
	DEPASSEL R.	MECANIQUE
	GASTINEL A.	MATHEMATIQUES APPLIQUEES
	LACAZE A.	THERMODYNAMIQUE
	GLENAT R.	CHIMIE
	DUCROS P.	MINERALOGIE ET CRISTALLOGRAPHIE
	ANGLES D'AURIAC P.	MECANIQUE DES FLUIDES

PROFESSEURS ASSOCIES

MM.	LUMER G.	MATHEMATIQUES
	WAGNER	BOTANIQUE

MAITRES DE CONFERENCES

MM.	ROBERT A.	CHIMIE PAPIETIERE
	BIAREZ J.P.	MECANIQUE PHYSIQUE
	COUMES A.	ELECTRONIQUE
	DODU J.	MECANIQUE DES FLUIDES
	HACQUES G.	CALCUL NUMERIQUE
	LANCIA R.	PHYSIQUE AUTOMATIQUE
	PEBAY-PEROULA J.C.	PHYSIQUE
Mme	KAHANE J.	PHYSIQUE
MM.	DEGRANGE C.	ZOOLOGIE
	GAGNAIRE D.	CHIMIE PAPIETIERE
	RASSAT A.	CHIMIE SYSTEMATIQUE
	BETHOUX P.	MATHEMATIQUES APPLIQUEES
	POLOUJADOFF M.	ELECTROTECHNIQUE
	DEPOMMIER P.	PHYSIQUE NUCLEAIRE
	DEPORTES C.	CHIMIE
	BARRA J.	MATHEMATIQUES APPLIQUEES
Mme	BOUCHE L.	MATHEMATIQUES
MM.	DOLIQUE J.F.	ELECTRONIQUE
	PERRIAUX J.	GEOLOGIE
	SARROT-REYNAUD J.	GEOLOGIE
	CAUQUIS G.	CHIMIE GENERALE
	BONNET G.	PHYSIQUE GENERALE
	BARNOUD F.	BIOSYNTHESE DE LA CELLULOSE
Mme	BONNIER M.J.	CHIMIE
MM.	KAHANE	PHYSIQUE GENERALE
	COLOBERT L.	PHYSIOLOGIE ANIMALE
	PAYAN J.	MATHEMATIQUES

MAITRES DE CONFERENCES  
ASSOCIES

M.	QUATTROPANI	THERMODYNAMIQUE
----	-------------	-----------------

J'adresse mes remerciements les plus vifs à Monsieur le Professeur L. NEEL qui a bien voulu m'accueillir dans son laboratoire.

Je remercie Monsieur R. MONTMORY pour ses conseils et tout l'intérêt qu'il a porté à mon travail.

Je remercie aussi Monsieur R. PAUTHENET qui a bien voulu faire partie du jury et qui m'a conseillé lors de la rédaction du deuxième sujet.

Mes remerciements s'adressent également à Monsieur O. MASSENET et Madame C. SCHLENKER qui m'ont facilité, par leurs conseils, l'étude des propriétés magnétiques des couches minces. C'est grâce à leur collaboration que je peux présenter les résultats du chapitre 9.

Mes remerciements s'adressent également au personnel technique du service :

Monsieur A. MAHE - Etude mécanique

Messieurs	M. FERRARI	}	Atelier
	M. BROZY		
	R. BIRAGHI		
	M. FLAMMIER		
	J.C. GRIECO		

Monsieur J. ROBLIN - Souffleur de verre

Monsieur R. BILLAT - Electronique

Monsieur J. DEVENYI - Microscopie électronique

Madame J. GIRARD - Secrétariat et dactylographie,

ainsi qu'à Monsieur J. MAX - C.E.N.G. - Département "Mesures et Contrôles" qui m'a obligeamment prêté le matériel nécessaire à la mise au point de l'asservissement.

## INTRODUCTION

---

Depuis plusieurs années la balance de torsion a été utilisée pour déterminer certaines caractéristiques magnétiques des matériaux massifs.

Dès 1937, H.J. Williams [1] utilisa un tel appareillage pour mesurer les constantes d'anisotropie, les champs coercitifs et les pertes par hystérésis de rotation des matériaux magnétiques. L'évolution de cet instrument continua graduellement jusqu'à ces dernières années : R.F. Penoyer [2] introduisit une compensation automatique du couple à mesurer à l'aide d'un montage électronique, E.L. Boyd [3] augmenta la sensibilité du modèle automatique et l'adapta à des mesures sur des couches minces comme l'ont fait dernièrement W.D. Doyle [4] et F.B. Humphrey [5].

Nous présentons ici une balance automatique destinée aux mesures sur les couches minces et plus particulièrement à l'étude des couplages ferromagnétiques-antiferromagnétiques. Il a donc fallu prévoir un montage permettant de travailler à basse température et avec des champs élevés de l'ordre de 1500 à 2000 oersteds.

Avec un tel appareillage on peut détecter des couples de l'ordre de 10 dyne-cm jusqu'à  $5 \cdot 10^{-5}$  dyne-cm.

Nous pouvons mesurer directement l'aimantation à saturation  $M_s$ , l'aimantation rémanente  $M_r$ , la constante d'anisotropie  $K$ , et le champ coercitif, et après calcul, le champ d'anisotropie ainsi que l'énergie superficielle de couplage.

La plupart de ces mesures sont effectuées en relevant la courbe du couple de rotation.

CHAPITRE I

COURBE REPRESENTATIVE DU COUPLE DE ROTATION

On obtient la courbe représentative du couple de rotation en plaçant l'échantillon dans un champ magnétique uniforme et en mesurant le couple exercé par le champ sur l'échantillon. Si l'échantillon possède une direction de facile aimantation, on fait cette mesure pour diverses valeurs de l'angle  $\theta$  entre la direction de facile aimantation et la direction du champ magnétique.

Pour des couches minces ferromagnétiques de Permalloy, de Cobalt, de Fer, de Nickel, évaporées sous champ, l'anisotropie est appelée anisotropie induite ; la théorie de l'ordre directionnel de Néel-Taniguchi [6], [7] explique cette anisotropie par l'orientation des paires d'atomes suivant la direction de l'aimantation, les paires se plaçant au minimum d'énergie. Elle se traduit par une courbe en  $\sin 2\theta$ . L'échantillon dans le champ magnétique a donc deux positions d'équilibre  $\theta = 0$  et  $\theta = 180^\circ$ . L'anisotropie observée est alors dite uniaxiale ; la direction donnée par  $\theta = 0$  correspond à l'axe de facile aimantation.

Pour un monocristal de fer, le couple de rotation provient de l'énergie magnétocristalline dont l'expression mathématique par unité de volume est la suivante pour un cristal cubique :

$$E_M = K_1 (\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_3^2 \alpha_1^2) \\ + K_2 (\alpha_1^2 \alpha_2^2 \alpha_3^2)$$

$$\begin{aligned}
 & - \frac{3}{2} \lambda_{100} (C_{11} - C_{12}) (\alpha_1^2 e_{xx} + \alpha_2^2 e_{yy} + \alpha_3^2 e_{zz}) \\
 & - 3 \lambda_{111} C_{44} (\alpha_1 \alpha_2 e_{xy} + \alpha_2 \alpha_3 e_{yz} + \alpha_3 \alpha_1 e_{zx})
 \end{aligned}$$

Dans cette expression, les  $\alpha$  sont les cosinus directeurs de l'aimantation  $M$ ,  $K_1$  et  $K_2$  sont les première et deuxième constantes d'anisotropie ;  $\lambda_{100}$  et  $\lambda_{111}$  sont les constantes de magnétostriction ;  $C_{11}$ ,  $C_{12}$  et  $C_{44}$  les coefficients d'élasticité et  $e_{ii}$  et  $e_{ij}$  les coefficients d'élongation et de cisaillement. Cette expression peut s'écrire en fonction de l'angle  $\theta$  sous la forme suivante, dans le cas d'un plan cristallographique (100) :

$$\begin{aligned}
 E_M &= K_1 (\sin^2 \theta - \sin^4 \theta) \\
 & - \frac{3}{2} \lambda_{100} (C_{11} - C_{12}) (e_{xy} \cos^2 \theta + e_{yy} \sin^2 \theta) \\
 & - \frac{3}{2} \lambda_{111} C_{44} (\sin 2 \theta e_{xy})
 \end{aligned}$$

Nous obtenons le couple de torsion  $L$  après dérivation de l'énergie :

$$L = - \frac{\partial E}{\partial \theta}$$

Dans le plan  $[100]$ , cette dérivation réduit à  $\sin 4 \theta$  la variation de  $K_1$ , et à  $\sin 2 \theta$  les autres coefficients.

Puisque le couple mesuré dépend du volume de matériel déposé aussi bien que de la grandeur de l'anisotropie et que les échantillons mesurés ont un volume de l'ordre de  $10^{-5} \text{ cm}^3$ , une balance de torsion très sensible est nécessaire pour détecter des couples de torsion de l'ordre de  $10^{-5}$  dyne-cm.

## CHAPITRE II

### DESCRIPTION DE LA BALANCE DE TORSION

La balance de torsion réalisée par nous comprend :

2.1 - Un équipage mobile formé d'un tube très léger de 1,90 mm de diamètre sur lequel sont fixés un petit aimant permanent et un miroir pour l'asservissement de la balance ; deux petites masselottes de forme cylindrique peuvent se déplacer sur ce tube pour permettre d'amortir les oscillations transversales ; le porte échantillon formé d'un long cylindre de Balsa (bois très léger utilisé pour réduire l'inertie de l'équipage mobile) peut être monté et démonté avec facilité au bout du tube.

2.2 - Une potence à laquelle est suspendu l'équipage mobile par l'intermédiaire d'un fil de torsion.

2.3 - Une gaine en verre enveloppant l'équipage mobile et le fil de torsion, et une cloche coiffant la potence, l'ensemble permettant la mise sous vide de la balance (vide primaire).

2.4 - Un vase Dewar entourant l'échantillon pour permettre de faire les manipulations à basse température et aussi de refroidir sous champ.

2.5 - Des bobines en position d'Helmholtz destinées à produire un champ magnétique dans lequel plonge l'échantillon.

CHAPITRE III

TECHNOLOGIE

3.1 - Remarques : Dans un tel appareillage, la technologie a un rôle essentiel puisqu'il s'agit de faire des mesures de couple faible, de l'ordre de  $10^{-3}$  à  $10^{-5}$  dyne cm. Sur un tel ordre de grandeur les couples parasites ont une grande importance ; il faut connaître leurs origines pour les éliminer ou du moins pour en tenir compte. Une étude détaillée des perturbations trouvées lors de telles mesures a été faite par W. Schüppel, O. Stemme, W. Andrä et Z. Malek [8]. Nous reprendrons en partie cet exposé.

3.2 - Causes d'erreurs dans les mesures : Les influences nuisibles proviennent d'une part de l'imperfection de l'appareillage, d'autre part de la position que prend l'échantillon dans l'appareil lors du montage.

3.2.1 - Manque d'homogénéité du champ magnétique :

Soit  $dV$  l'élément de volume situé à la distance  $r$  de l'axe de rotation et  $M_S$  l'aimantation de la partie observée. Pour l'échantillon ferromagnétique  $M$  est égale à l'aimantation à saturation  $M_S$  ; pour les parties paramagnétiques et diamagnétiques, avec  $\chi$  comme susceptibilité  $\vec{M} = (\chi \vec{H})$ . Nous avons donc une force s'exerçant sur le volume  $dV$  de :

$$\vec{K} = \int \vec{M} \text{ grad } \vec{H} \, dV \quad (1)$$

Donc le manque d'homogénéité du champ provoque un moment de torsion qui vaut par unité de volume :

$$\frac{1}{V} \vec{D} = \frac{1}{V} \int \left[ \vec{r} \wedge \vec{M} \text{ grad } \vec{H} \right] dV \quad (2)$$

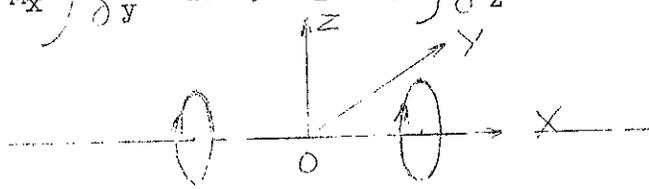
Au centre des bobines l'aimantation est approximativement homogène

$$\vec{M} = M_x \vec{x}$$

Dans ces conditions (1) devient :

$$\vec{K}_x = M_x \int \frac{\partial H_x}{\partial x} dV ; \vec{K}_y = M_x \int \frac{\partial H_x}{\partial y} dV ; \vec{K}_z = M_x \int \frac{\partial H_x}{\partial z} dV \quad (3)$$

avec  $x = r \cos \varphi$   
 $y = r \sin \varphi$



On a au centre :

$$\frac{1}{V} \vec{D} = \frac{1}{V} D_z = \frac{1}{V} M_x \int \left( \frac{\partial H_x}{\partial y} r \cos \varphi - \frac{\partial H_x}{\partial x} r \sin \varphi \right) dV \quad (4)$$

Très près de la ligne méridienne et très près du plan médian Z O Y

$$H_x > H_y \text{ et } H_z$$

Donc  $M_y$  et  $M_z < M_x$   $M_x$  constante

$$\text{et } \frac{\partial H_x}{\partial x} > \frac{\partial H_y}{\partial x}, \frac{\partial H_z}{\partial x} ; \frac{\partial H_x}{\partial y} > \frac{\partial H_y}{\partial y}, \frac{\partial H_z}{\partial y}$$

et en cet endroit les relations (3) et (4) sont encore valables. Nous avons donc choisi comme générateur de champ des bobines montées en position d'Helmholtz, qui satisfont bien à la condition d'homogénéité.

### 3.2.2 - Asymétrie de la partie de torsion :

Des moments de torsion sont inévitables si les différentes pièces soumises au champ magnétique (pièces qui peuvent être paramagnétiques ou diamagnétiques) sont asymétriques par rapport à l'axe de rotation de l'équipage mobile. Il apparaît alors une énergie d'anisotropie de forme, qui s'exprime pour l'ellipsoïde de rotation par

$$E_N = \frac{1}{2} (N_2 - N_1) V \vec{M}^2 \sin^2 \varphi$$

dans laquelle  $N_2$  et  $N_1$  représentent les facteurs de désaimantation de l'échantillon, en direction de l'axe principal, et  $\varphi$  l'angle entre la direction de l'aimantation et l'axe principal. La dérivation de l'énergie d'anisotropie donne un moment de torsion :

$$\frac{1}{V} \vec{D}_N = \frac{1}{2} (N_2 - N_1) \vec{M}^2 \sin 2 \varphi \text{ par unité de volume.}$$

Un soin particulier a donc été apporté à la réalisation de l'équipage mobile dont toutes les pièces ont comme axe de symétrie l'axe de torsion.

### 3.2.3 - Position oblique des couches :

En l'absence de champ extérieur, l'aimantation se trouve en général dans le plan de la couche. Pour des champs magnétiques extérieurs, on peut obtenir des composantes de l'aimantation perpendiculaire au plan des couches, qui provoquent l'apparition de pôles de surface. L'énergie due au champ de dispersion change au cours de la rotation, quand toute la couche ou une partie ne se trouve pas rigoureusement perpendiculaire à l'axe de torsion. C'est la cause de la création de moments de torsion également attribués à l'anisotropie de forme.

3.3 - Montage : Comme nous venons de le préciser, la réalisation de l'ensemble de l'appareillage doit être soignée. Sur la photographie d'ensemble ci-jointe, on peut voir les différents éléments :

L'équipage mobile et le porte-échantillon (a) sont suspendus par le fil de torsion à une potence (b), elle-même montée sur un système de chariots perpendiculaires permettant de placer l'échantillon sur l'axe des bobines de champ.

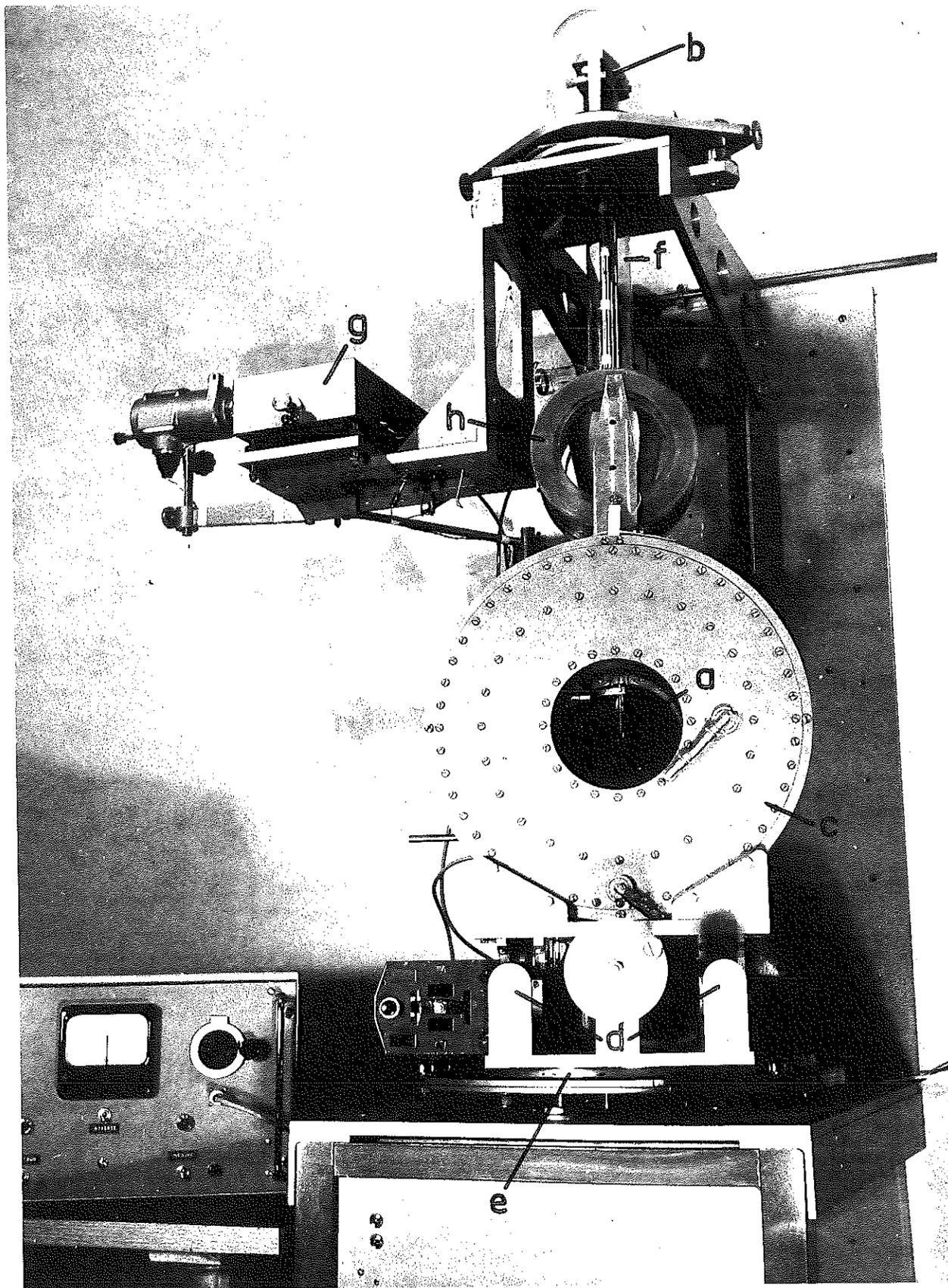
Un miroir est monté sur l'équipage mobile pour détecter le signal d'erreur nécessaire à l'asservissement.

Les bobines d'Helmholtz (c) sont faites en alliage léger, les flasques et les noyaux sont refroidis. Le fil de bobinage est du méplat d'aluminium oxydé anodiquement.

Les bobines d'Helmholtz se déplacent sur deux guides (d) pour placer ou retirer le vase Dewar et donner accès à l'échantillon.

Le vase Dewar permet d'utiliser de l'azote liquide pour faire des manipulations à basses températures.

Les bobines d'Helmholtz sont placées sur un plateau tournant (e) entraîné par un moteur par l'intermédiaire de réducteurs.



Une boîte à eau tournante permet l'arrivée et le départ de l'eau de refroidissement des bobines.

Le courant continu d'alimentation des bobines est amené par des balais rotatifs en inox qui baignent dans le mercure du distributeur. L'ensemble des bobines d'Helmholtz tourne sur des couronnes de billes. Le centrage est assuré par roulements à billes disposés à  $120^\circ$  sur des excentriques.

L'enveloppe de verre (f) qui entoure le fil de torsion et qui, avec la cloche, forme une enceinte à vide, est démontable ; l'étanchéité est assurée par des joints toriques.

Face au miroir, un dispositif optique (g) comprenant une lampe de spot, des prismes et deux cellules photo-électriques permet la conversion d'un signal optique en signal électrique. Ce dispositif se déplace sur un système de glissières à billes à rattrapage de jeu, pour centrer sur les cellules le spot provenant du miroir.

Une potence, fixée au mur, permet l'alignement du fil de torsion avec l'axe de rotation des bobines de champ.

Néanmoins, le plateau supportant l'ensemble de l'équipage mobile et de l'enceinte en verre se trouve monté sur amortisseurs disposés à  $120^\circ$ ; aucun socle massif n'a été prévu car la balance a été montée au deuxième étage.

## CHAPITRE IV

### MESURE AUTOMATIQUE

(Utilité d'un asservissement)

4.1 - Balances déjà existantes, non asservies : La balance de M. LOMMEL et D. GRAHAM [9] possède une lecture optique du moment de torsion et n'est pas asservie. Le champ reste fixe et l'ensemble du support de l'équipage mobile peut tourner.

Dans la balance de V. KAMBERSKY, Z. MALEK et I. KACKER, le champ produit par un électro-aimant tourne ; le couple de torsion [10] pour chaque position du champ est alors déterminé par la lecture de l'angle que fait l'équipage mobile par rapport à sa position initiale, sans champ magnétique.

Dans la balance de W. SCHUPPEL, O. STEMME, W. ANDREI, Z. MALEK [8], le champ reste fixe ; c'est la partie de torsion qui est rendue mobile.

Dans la balance de M. TAKAHASHI, D. WATANABE, T. SASAGAWA, T. KONO et S. OGAWA [11], le champ est produit par des bobines d'Helmholtz et la mesure du moment de torsion s'obtient par compensation du couple en tournant le support de l'équipage mobile de façon à ce que la lame reste dans sa position au repos. Cette compensation est manuelle.

4.2 - Balances existantes, déjà asservies : En 1960, E.L. BOYD [3] a terminé la réalisation de l'asservissement d'une balance d'une sensibilité atteignant  $0,5 \cdot 10^{-3}$  dyne cm. Ils utilisèrent un électro-aimant mobile ; la détection des déplacements de l'équipage mobile est faite par deux cellules photo-électriques montées de part et d'autre de l'arête d'un prisme droit et alimentant un amplificateur différentiel. La compensation du couple est obtenue par une spire, fixée sur l'équipage mobile, qui est alimentée en courant par l'amplificateur différentiel. Cette spire est placée dans un champ fixe.

F.B. HUMPHREY [5] a aussi réalisé une balance asservie très sensible puisqu'elle peut détecter des couples de torsion de l'ordre de  $10^{-6}$  dyne cm. Le champ magnétique est produit par des bobines d'Helmholtz  $H_{\max} = 100$  Oe. La détection et la compensation du signal à mesurer ont été groupées dans un même bloc. Le couple de compensation est obtenu en excentrant une portion de l'axe de l'équipage mobile. Cette portion est rendue conductrice (plaquée or) pour permettre le passage du courant de compensation ; et comme elle est placée dans l'entrefer d'un aimant permanent, une force s'exerce sur cette portion et donne un couple par rapport à l'axe de torsion. C'est cette même portion excentrée de l'axe qui balaie le flux lumineux envoyé sur une cellule de détection.

4.3 - Utilité d'un asservissement : Un asservissement s'impose, les balances non asservies ne donnant que des mesures point par point. D'autre part, dans ce genre de manipulations où l'on fait appel à un équipage mobile, les opérations sont délicates et longues puisqu'à chaque orientation du champ, prise par rapport à l'échantillon, il faut attendre l'équilibre de l'équipage mobile. Comme l'équipage mobile est très léger, la constante de temps est très grande. Pour obtenir une courbe suffisamment précise pour un tour complet du champ magnétique, il faut nécessairement relever de nombreux points ; il s'en suit donc une perte de temps considérable. C'est pour cette raison que nous avons réalisé une balance asservie. De plus, une balance automatique permet l'enregistrement direct du phénomène à étudier.

Nous avons à mesurer un couple. A priori, il n'est pas nécessaire de faire appel à un asservissement, mais nous avons vu que le procédé courant de "mesure de couple" est d'opposer au couple que l'on mesure un autre couple connu. C'est dans cette opération que l'asservissement s'impose.

Notre but sera donc d'opposer à  $\Gamma(\theta)$  ( $\theta$  étant l'angle que fait le champ avec la direction de facile aimantation) un couple  $\Gamma(c)$ . On aura l'égalité

$$\Gamma(\theta) = \Gamma(c)$$
$$\text{si } \left| \Gamma(\theta) \right| + \left| \Gamma(c) \right| = 0$$

Cette dernière relation se traduira par l'immobilité de l'équipage mobile.

On sait que toute mesure de zéro est intéressante puisqu'elle permet d'étendre la gamme de mesure du couple ; en effet, les déplacements de l'équipage mobile n'interviennent pas (on reste au zéro) et la linéarité du système est respectée. Si l'on choisit un couple de compensation  $\Gamma_c$  électrique, il est facile de le mesurer et même de l'enregistrer.

Nous avons donc à réaliser un asservissement de position : Quel que soit le couple d'origine magnétique  $\Gamma_\theta$  appliqué sur l'échantillon, on cherche à appliquer un couple de compensation  $\Gamma_c$  qui maintienne la position de l'équipage mobile au zéro. Si l'on cherche à faire un enregistrement continu, il faut alors bien choisir le processus le plus facile à exploiter pour obtenir la fonction  $\Gamma_\theta = f(\theta)$ .

4.3.1 - Le choix d'un champ tournant semble satisfaisant. L'application d'un champ tournant sur l'échantillon produit le couple d'origine magnétique appelé  $\Gamma(\theta)$  et l'on crée en opposition le couple de compensation  $\Gamma_c$  sur l'échantillon de telle sorte que  $|\Gamma(\theta)| + |\Gamma_c| = 0$ , pour chaque valeur de l'angle  $\theta$ . Cela sera facilement réalisable si on laisse fixe l'équipage mobile quel que soit  $\theta$ . D'où la possibilité de l'enregistrement continu.

4.3.2 - En choisissant un champ fixe et en laissant tourner l'équipage mobile on ne peut réaliser  $|\Gamma_\theta| + |\Gamma_c| = 0$  que si pour chaque angle  $\theta$  on a pris soin de repérer l'équilibre au repos (sans champ). Avec cette solution, le zéro est variable et il n'est plus possible de faire un enregistrement continu.

4.4 - Diagramme fonctionnel de la balance : La balance détecte initialement le couple  $\Gamma_m$  produit par l'application du champ sur l'échantillon et dès l'apparition de  $\Gamma_m$ , un couple de compensation  $\Gamma_c$  est injecté à l'entrée, en opposition de phase à  $\Gamma_m$ , le signal d'entrée de l'asservissement, de telle sorte que l'équipage mobile reste au zéro (Fig.1).

Le système S n'est pas encore défini ; il s'agira forcément d'un amplificateur puisqu'on sait que dans tout système asservi, plus le gain en boucle ouverte est élevé, plus la précision augmente et l'erreur du premier ordre tend vers zéro. Il faudra peut-être introduire dans le

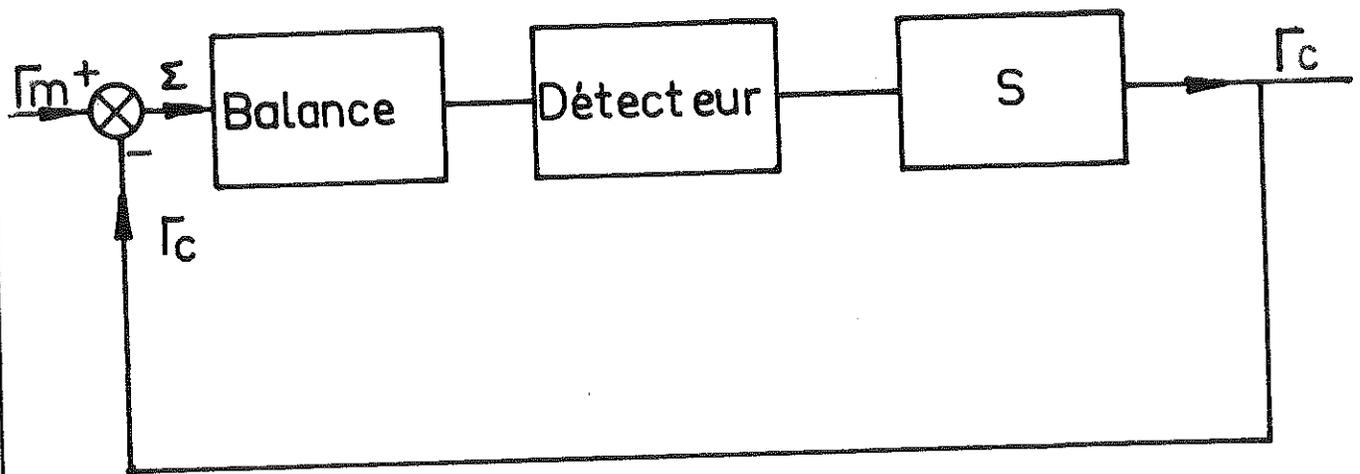


Schéma de principe

fig.1

système S un réseau correcteur.

#### 4.4.1 - Détecteur :

Pour un tel choix, nous résumerons les conditions à respecter données par M. PELGRIN, J.G. GILLES, P. DECAULNE [12]. Ils soulignent que le choix du détecteur est très important ; c'est lui qui conditionne la valeur initiale de la quantité d'information détectée ; cette quantité ne pourra que diminuer par la suite, ce qui est le cas de toute propagation.

Le détecteur doit satisfaire au domaine de mesure souhaité. Il doit avoir une sensibilité au moins égale à l'erreur maximale tolérée en régime permanent. Il faut penser aussi à la bande passante requise, qui précise dans quel intervalle de fréquence ces grandeurs sont susceptibles de varier sinusoïdalement. On doit tenir compte de l'énergie susceptible d'être prélevée par le détecteur sur l'organe moteur. Ce point est important. En effet, les détecteurs sont d'autant plus linéaires qu'on leur demande moins d'énergie. Le niveau de bruit et sa situation dans le spectre énergétique du détecteur ont une importance considérable dans l'asservissement. L'organe comparateur ou détecteur d'écart, étant le plus en amont dans la chaîne, doit être choisi et conçu de façon qu'il ait un niveau de bruit aussi faible que possible dans la bande passante considérée.

Ici, notre choix sera limité pour la simple raison que toute liaison mécanique de l'équipage mobile avec l'extérieur est à rejeter à cause du faible ordre de grandeur du couple que l'on se propose de mesurer. Donc, l'emploi d'un potentiomètre hélicoïdal, d'une capacitance hélicoïdale, etc..., est à rejeter. Seule la détection optique permet de relever les déplacements de la balance puisqu'elle élimine tous couples parasites ainsi que tous frottements. On utilise un zéro optique que l'on repère avec une cellule différentielle. Comme on travaille au voisinage du zéro, une cellule photo-résistante suffit pour respecter la linéarité. C'est un élément photo-résistant sensible, robuste et d'emploi facile ; il se monte en pont puisque la cellule est formée de deux parties sensibles. Lorsque le spot se trouve centré sur ces deux parties, l'équilibre électrique s'établit, les résistances de chaque élément étant égales.

Le pont de Wheatstone utilise, en plus de la cellule, deux autres résistances égales. Mais, au lieu d'employer des résistances fixes, nous utilisons les deux résistances d'une deuxième cellule photo-résistante.

Avec un tel procédé, nous avons doublé la sensibilité du détecteur. Il faut prendre soin, d'une part que les deux cellules photo-résistantes soient appariées, d'autre part que l'image de la fente lumineuse soit dédoublée. C'est le but du montage optique (Fig.2). Le faisceau provenant de la lanterne se réfléchit sur le miroir monté sur l'équipage mobile, puis se divise en deux sur un séparateur, une partie ayant été réfléchie, l'autre le traversant. Chacun de ces deux nouveaux faisceaux est réfléchi par un prisme à réflexion totale, ces deux prismes sont nécessaires pour réduire les dimensions du montage optique. Le chemin optique dans le verre est le même pour chaque faisceau. Il suffit alors de conserver le même chemin optique dans l'air pour avoir un même déplacement du spot sur chaque cellule, puisque placer un prisme sur un trajet optique revient à faire tourner le faisceau de  $90^\circ$  sans jouer sur la déviation initiale. L'intensité lumineuse des deux spots est la même puisque la lame semi-transparente est choisie avec un coefficient de réflexion égal au coefficient de transmission  $R = T$ , et qu'ensuite chaque faisceau traverse un prisme identique. Nous avons utilisé une lentille de 2 dioptries, de manière à obtenir un ensemble géométrique peu encombrant.

Le montage est, bien sûr, fermé par un couvercle adaptable sur un plateau fixe, le déplacement du montage étant exécuté par un pincement de ce plateau fixe à l'aide de deux plateaux mobiles. Des glissières à billes sont employées pour le rattrapage de jeu, et un pas de 5 dixièmes pour la vis permet un déplacement très précis. Seule une petite fenêtre permet le passage du faisceau lumineux et cela rend possible l'emploi de la balance dans un local éclairé. La lanterne utilisée est une lanterne courante de galvanomètre possédant une fente variable de 2 mm à 0,2 mm ; un transformateur 220 V - 6 V permet l'alimentation de la lampe.

Eclairage à réaliser : Pour les cellules photo-résistantes 9 G - 1831 (Segor) la charge permanente maximale par branche photo-résistante est de 6 mW. Comme la tension aux bornes de chaque branche est de 4,5 V environ,

# MONTAGE OPTIQUE

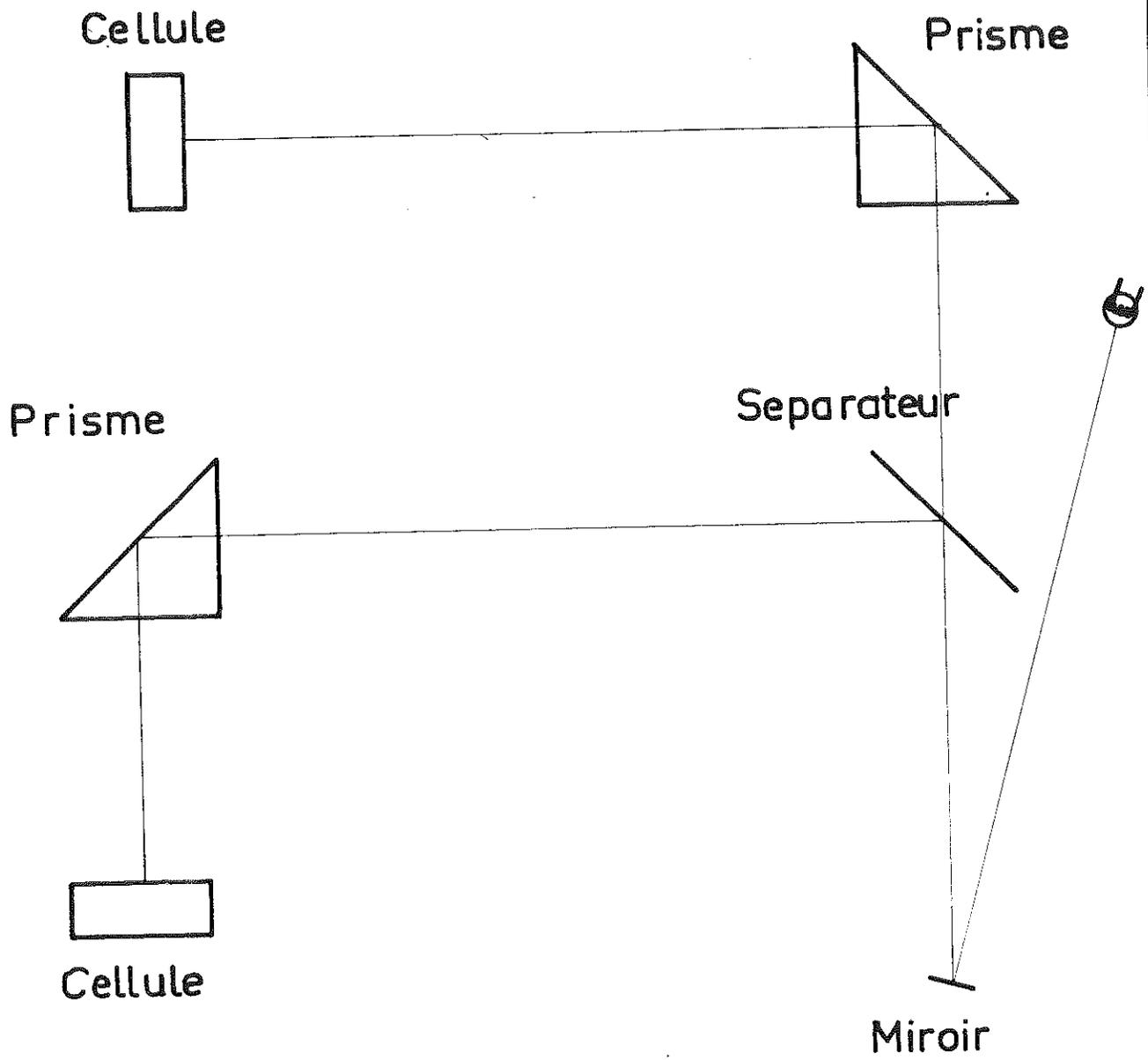
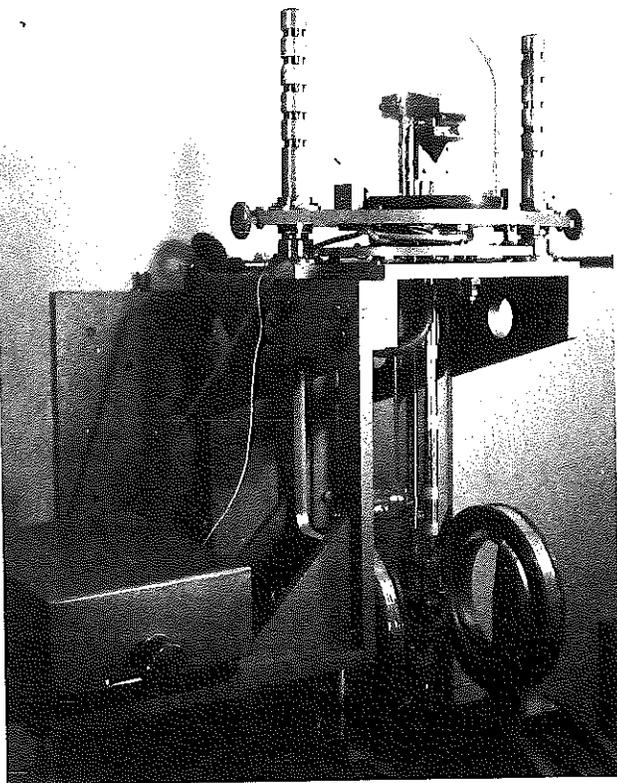
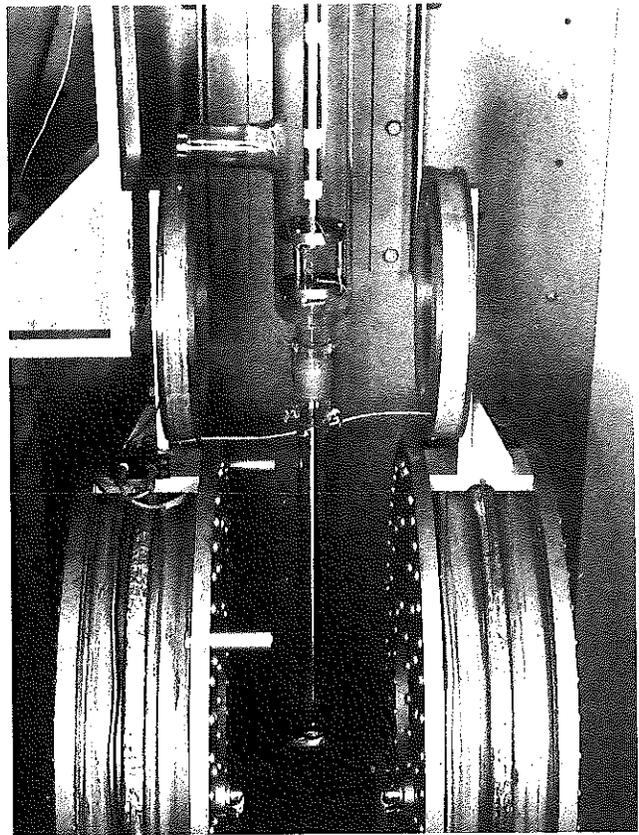


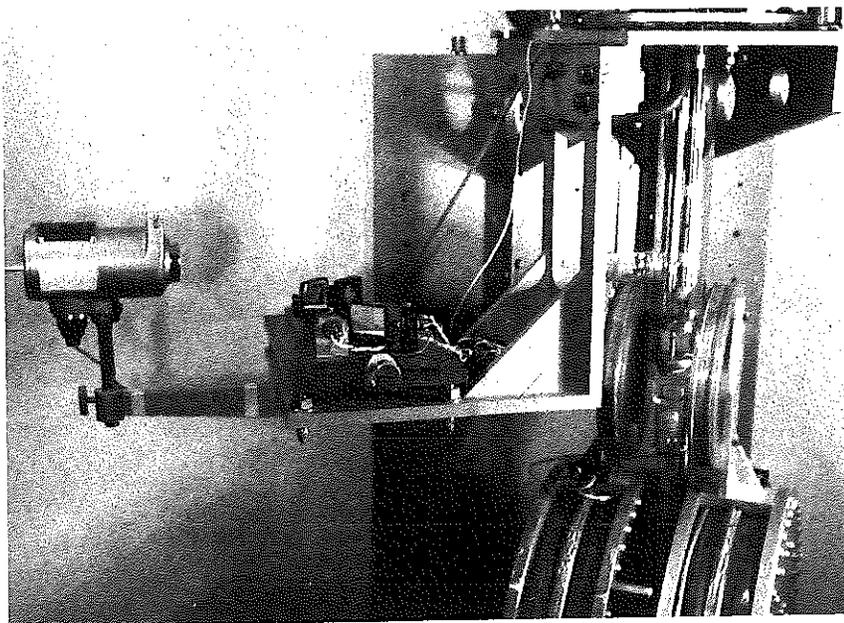
fig. 2



Suspension de l'équipage  
mobile



Compensation et  
porte - échantillon



Montage optique

il faut réaliser un éclairage tel que la résistance  $R$  de la branche satisfasse à  $\frac{(4,5)^2}{R} \leq 6 \text{ mW}$

$$\text{soit } R \geq \frac{4,5^2}{6 \cdot 10^{-3}} \rightarrow R \geq 3300 \Omega$$

#### 4.4.2 - Compensation :

Nous devons appliquer sur l'équipage mobile un couple de compensation  $\Gamma_c$  ; ce couple sera un couple électro-magnétique. Nous utiliserons l'action du champ magnétique créé par le courant de compensation sur un aimant permanent placé sur l'équipage mobile.

Pour effectuer une manipulation, on fait tourner les bobines d'Helmholtz. Nous abordons ici le problème le plus délicat qu'il ait fallu résoudre. On conçoit que le champ de fuite des bobines d'Helmholtz vient agir sur le petit aimant permanent placé sur l'équipage mobile. On pourrait donc penser que la meilleure solution est de placer sur l'équipage mobile une petite bobine, traversée par le courant de compensation : il suffit alors de placer cette bobine dans l'entrefer d'un aimant permanent fixe. Cette solution a été écartée à cause de la difficulté rencontrée pour amener le courant sur l'équipage mobile sans apporter de perturbations.

La solution idéale serait de monter l'équipage mobile entre deux fils de torsion, l'arrivée et la sortie du courant se faisant par ces deux fils : Or, à la partie inférieure de l'équipage mobile, nous avons placé le porte échantillon et il n'est pas possible de fixer le second fil de torsion.

Néanmoins, nous envisageons, lors d'une amélioration future de la balance, une suspension à trois ou quatre fils de torsion.

Nous avons donc monté un petit aimant torique pour respecter la symétrie axiale de l'équipage mobile. Cet aimant a été aimanté diamétralement ; ses caractéristiques sont les suivantes :

- Diamètre extérieur : 15 mm
- Diamètre intérieur : 11 mm
- Hauteur : 3 mm
- Poids : 1,65 g
- Champ dans l'entrefer : 100 Oe

L'aimant est monté sur une bague cylindrique en plexiglas fixée sur le tube de l'équipage mobile. Au niveau de l'aimant, deux petites bobines en position d'Helmholtz créent le champ nécessaire pour permettre la compensation. Chaque bobine comporte trois couches de 7 spires, soit 21 spires ; le diamètre extérieur des bobines est de 8 mm et la longueur de 6 mm.



Sch. 1

Nous avons un couple  
de la forme

$$\Gamma_c = M H \sin \theta$$

$M$  = moment de l'aimant

$H$  = champ créé par les bobines

$$H = k \cdot I_c$$

$\theta$  étant l'angle que fait l'axe des bobines avec la direction d'aimantation de l'aimant.

Comme nous voulons réaliser un asservissement de position, il suffit de faire en sorte que  $\theta$  soit égal à  $\frac{\pi}{2}$  pour obtenir le couple maximum, donc le maximum de sensibilité. Il suffit de placer l'axe de l'aimant perpendiculaire à l'axe des bobines. (Sch.1)

Le zéro mécanique doit correspondre aussi au zéro optique : cela fixe la place que le miroir doit avoir sur l'équipage mobile.

## CHAPITRE V

### ETUDE DE L'ASSERVISSEMENT

Dans la première partie, nous avons précisé la fonction de l'asservissement, ici nous allons préciser sa réalisation.

Nous avons donné un premier diagramme fonctionnel qui utilise comme signal d'entrée le couple de torsion ; on peut aussi bien raisonner en prenant comme variable  $\theta$ , l'angle qui repère la position de l'équipage mobile puisqu'il s'agit en définitive d'un servomécanisme de position. Ce servomécanisme comprend :

- l'équipage mobile,
- la détection optique,
- les cellules différentielles,
- l'amplificateur,
- la partie moteur, soit la compensation.

Nous pouvons alors présenter le nouveau diagramme fonctionnel (Fig.3).

Avant l'étude de la fonction de transfert, il faut étudier chaque élément de l'asservissement.

5.1 - Le pont de cellules : Nous utilisons deux cellules photo-résistantes différentielles montées en pont. Dans une diagonale du pont, on place un générateur, dans l'autre on récupère le signal de déséquilibre.

Comme générateur, nous avons en série deux piles de 4,5 V. Dès que le spot lumineux se déplace, on détecte un déséquilibre polarisé suivant le sens du déplacement. On peut, soit fixer la masse au point milieu du générateur, soit avoir une masse flottante. Les cellules employées ont les caractéristiques données (Fig.4) que nous avons relevées pour un spot de 1,5 mm d'épaisseur sur 20 mm de hauteur. Nous avons tracé la résistance en fonction de la position du spot, les deux courbes correspondent à chaque branche d'une cellule. Nous travaillons, bien sûr, près du point A et sur une faible région de manière à rester dans la zone linéaire. De

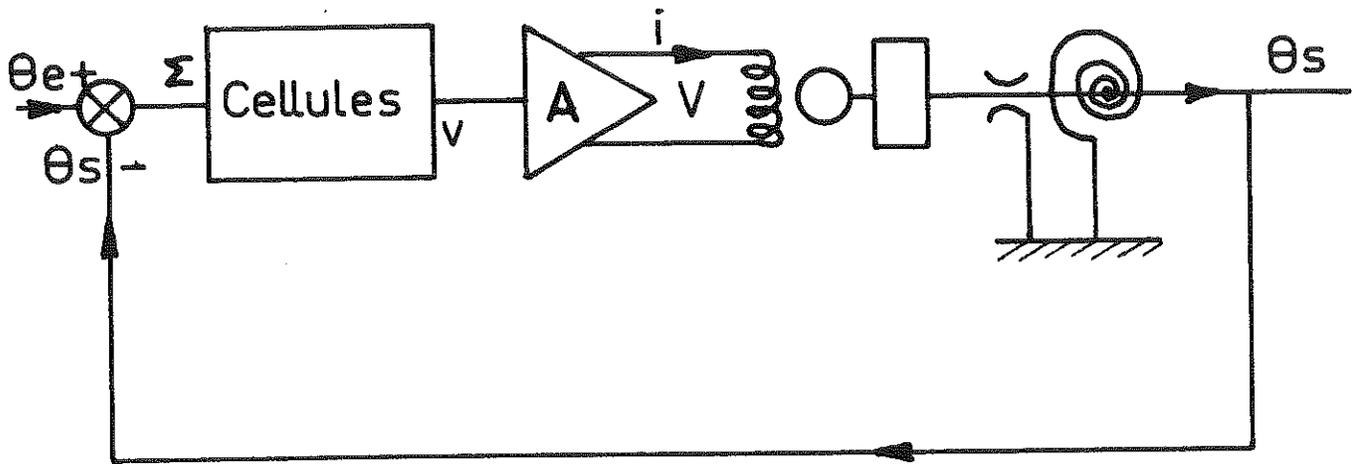
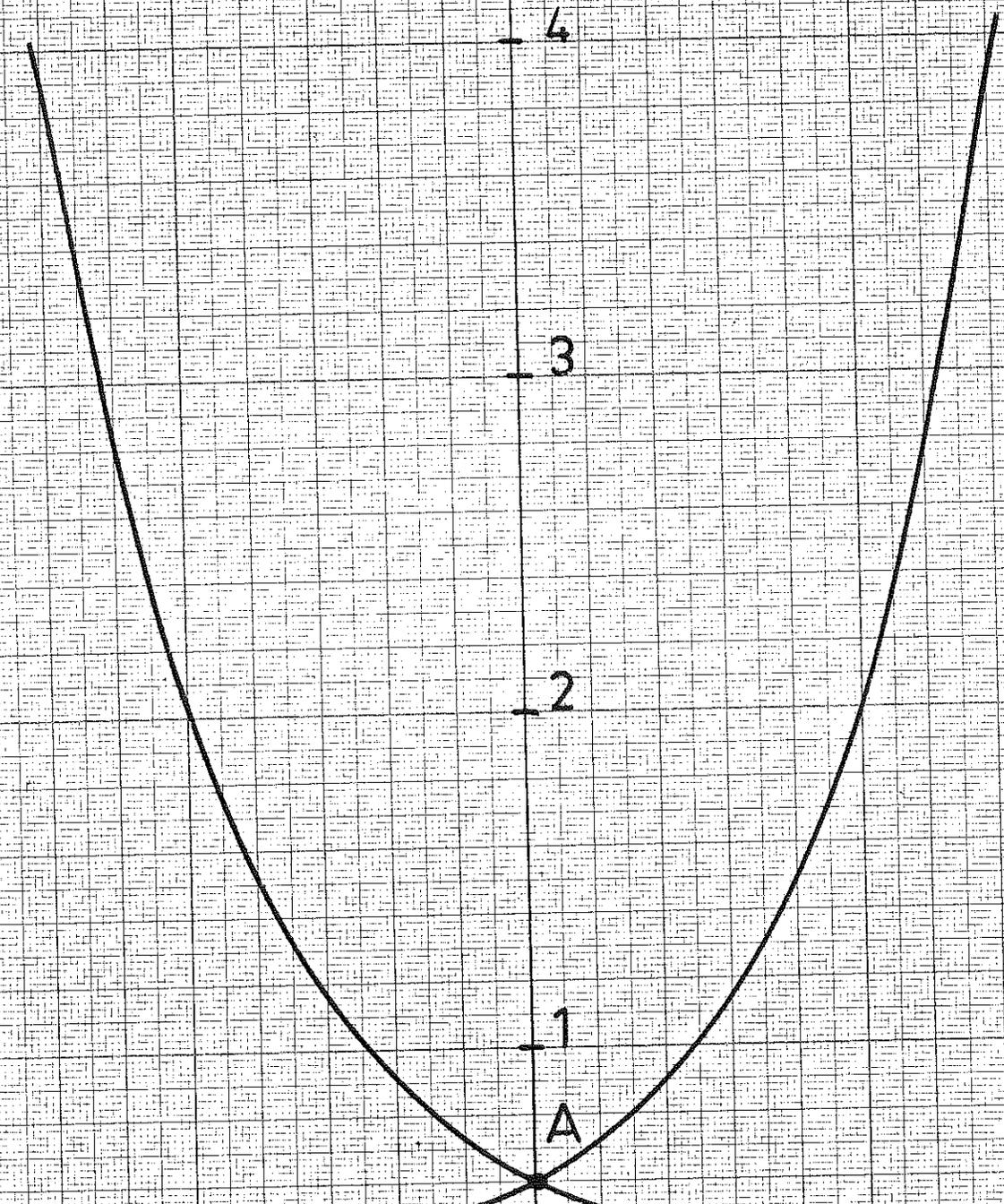


Diagramme fonctionnel

fig. 3

R MΩ

Résistance d'une cellule



0.5 0.25 0.25 0.5

fig. 4  
d mm

plus, utilisant un pont, il est nécessaire de travailler avec deux cellules appariées.

Deux solutions sont possibles pour l'éclairage : alimenter la lanterne,

- soit en alternatif,
- soit en continu.

A condition d'avoir un secteur suffisamment stable, l'alimentation peut se faire sur le secteur ; mais on récupère, aux bornes du pont du 100 Hz. Cependant, comme la balance n'est réceptive qu'aux très basses fréquences, elle ne peut être perturbée.

Nous avons fait le relevé statique du détecteur optique. On peut voir sur les graphiques une très bonne linéarité pour un déplacement du spot de 0 à 22/100 de mm (Fig.5), ce qui confirme que nous travaillons dans une bonne zone. La légère dérive du zéro, observée après un aller-retour, s'explique par le fait que des perturbations sont amenées pour chaque déplacement successif du plateau mobile : le miroir fixé sur l'équipage mobile avait été bloqué et le déplacement était obtenu en vissant et dévissant le réglage du zéro du montage optique. Le fait d'avoir la même pente pour des déplacements symétriques permet de constater une très bonne linéarité pour le détecteur.

On a pu voir l'influence de l'intensité lumineuse sur la sensibilité du détecteur car cet essai a été fait en continu sur batteries, nous avons effectué des relevés avec successivement 5,7 V et 3 V de tension aux bornes de la lampe. On a alors obtenu une pente moitié avec la tension de 3 V. La puissance normale de la lampe de la lanterne étant de 30 W, (6 V, 5 A), il est nécessaire d'avoir des batteries puissantes ; nous avons alors opté pour un éclairage sur secteur par transformateur 110-220 V/6 V ; les variations de secteur n'étant pas perçues grâce au rapport de transformation et à l'inertie thermique du filament.

Pour augmenter la sensibilité, trois solutions sont possibles :

- soit diminuer la largeur du faisceau optique,
- soit augmenter la tension aux bornes du pont de cellules,
- soit augmenter l'intensité lumineuse.

Détecteur

$$V = f(d)$$

300

200

100

100 mm

20

15

10

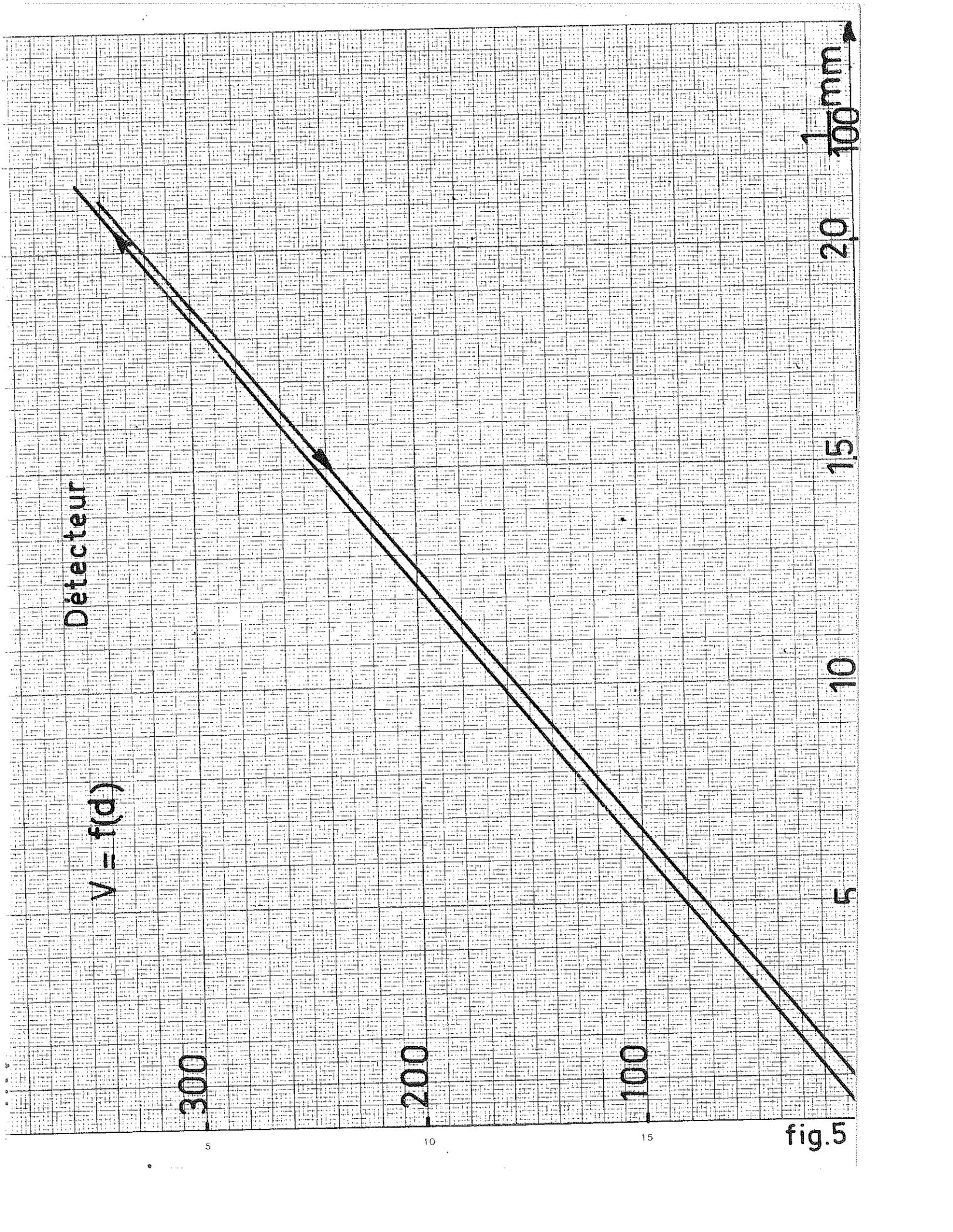
5

5

10

15

fig.5



Pour la fonction de transfert on a alors : pour une rotation  $\lambda$  : de l'équipage mobile, une tension  $v$  de déséquilibre aux bornes du pont. Depuis le miroir jusque sur chaque cellule le trajet optique est de 50 cm, (Sch.2).

Donc  $\text{tg } \lambda = \frac{\Sigma}{2d}$   $\Sigma$  déplacement du spot

Or  $v = k \Sigma$

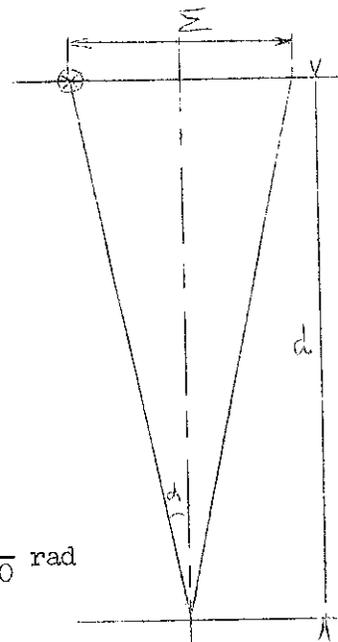
et  $v(p) = k \Sigma(p)$  Transformée de Laplace)

comme  $\lambda$  est très petit,  $\lambda = \frac{\Sigma}{2d}$   
 et  $\lambda(p) = \frac{\Sigma(p)}{2d}$

donc :  $v(p) = 2dk \lambda(p)$

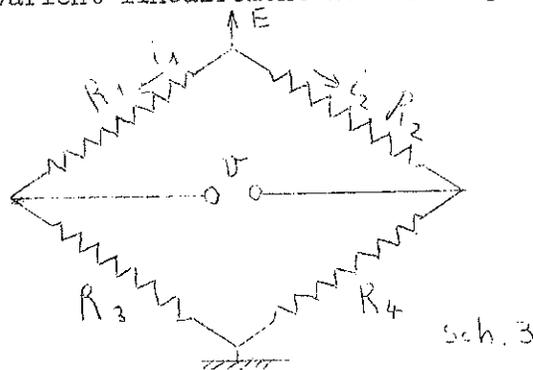
N.B. : Pour  $\Sigma = \frac{2}{10}$  mm  $\lambda = \frac{\frac{2}{10}}{2 \cdot 500} = \frac{1}{5.000}$  rad

donc  $\lambda = \text{tg } \lambda$



Sch.2

Nous avons écrit  $v = K \Sigma$  puisque les résistances de chaque branche du pont varient linéairement avec le déplacement du spot.



Sch.3

Puisque nous utilisons de très faibles déplacements, on peut écrire relativement au schéma 3 :

$$\begin{cases} R_1 = R_0 + a \Sigma \\ R_2 = R_0 - a \Sigma \end{cases} \quad i_1 = \frac{E}{R_1 + R_3} \quad i_2 = \frac{E}{R_2 + R_4}$$

$$\begin{cases} R_3 = R_0 - a \Sigma \\ R_4 = R_0 + a \Sigma \end{cases} \quad v = R_3 i_1 - R_4 i_2$$

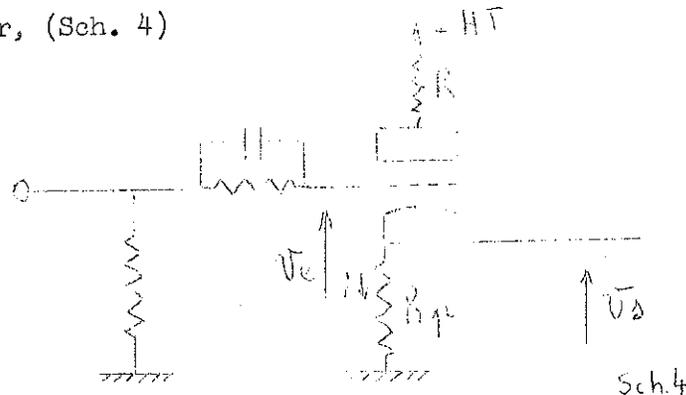
$$v = R_3 \frac{E}{R_1 + R_3} - R_4 \frac{E}{R_2 + R_4} \rightarrow v = \frac{Ea \Sigma}{R_0}$$

donc  $k = \frac{Ea}{R_0}$

5.2 - L'amplificateur (Fig.6) : Il est indispensable pour effectuer des mesures précises ; plus son gain sera grand, plus la précision augmentera. Cet amplificateur doit permettre de recevoir des tensions continues positives et négatives, il faut donc prévoir une entrée symétrique et nous avons donc besoin d'un amplificateur différentiel.

La puissance nécessaire pour la compensation sera évidemment faible puisqu'on se propose de mesurer des couples de torsion de l'ordre de 10 dyne cm au maximum. L'emploi des transistors s'impose et nous essaierons d'en tirer le meilleur parti en puissance. Le seul ennui de notre détecteur est de nous donner une tension  $v$  sous forte impédance, ce qui n'est pas commode pour attaquer un amplificateur à transistors.

1er Etage : Le premier étage de l'amplificateur sera donc un adaptateur d'impédance ; nous avons choisi une double triode montée en cathode follower, (Sch. 4)



Ici l'anode n'est pas tout à fait à la masse. Effectuons le calcul rigoureux :

$$V_g + V_b = V_e \quad V_g = V_e - V_s$$

et  $V_a + \mu (V_e - V_s) = \rho i$

comme  $V_a = -V_s \frac{R V_s}{R_p}$

On a  $-V_s \frac{R V_s}{R_p} + \mu V_e - \mu V_s = \frac{\rho}{R_p} V_s$



$$\frac{V_s}{V_e} = \frac{\beta R_p}{\beta + R + R_p (\beta + 1)}$$

comme  $R \ll R_p$  et  $\beta$

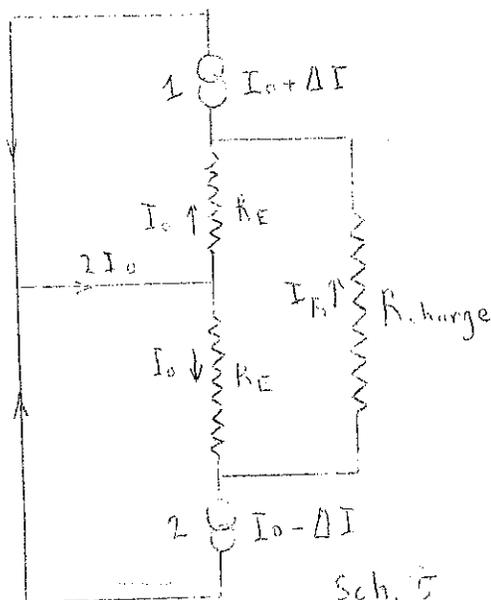
on a un générateur d'impédance interne de  $\frac{1}{\beta + 1}$  donc de faible valeur.

2ème Etage : On peut alors attaquer un étage à transistors. Le signal d'entrée entre sur la base, nous utilisons un montage à émetteur à la masse. Ce montage permet de transformer le déséquilibre de tension qui existe entre les bases des deux transistors en un déséquilibre de courant dans les collecteurs. Il est alors possible d'attaquer le 3ème étage.

3ème Etage : Nous désirons maintenant un amplificateur en courant pour permettre d'attaquer par la suite l'étage de puissance. Nous employons un montage à collecteur à la masse. Les collecteurs de ce troisième étage sont d'ailleurs directement reliés au  $-9v$ .

Etage de puissance : Nous avons  $I_e = \beta I_b$  et pour avoir une charge différentielle nous branchons la charge en parallèle sur les émetteurs de l'étage de puissance. A l'équilibre du pont de cellules, les deux émetteurs de l'étage de puissance sont au même potentiel débitant  $I_0$ , dès le déséquilibre il y a appel de courant sur l'un et blocage sur l'autre.

D'où le schéma de principe (Sch. 5) :



On applique la théorie de Thevenin.

$I_R = I_1 - I_2$ , les courants  $I_1$  et  $I_2$  provenant de chaque générateur de courant

$$\text{avec } I_1 = \frac{I_0 + \Delta I}{R_E + R} R_E$$

$$\text{et } I_2 = \frac{I_0 - \Delta I}{R_E + R} R_E$$

$$I_R = I_1 - I_2 = \frac{2 \Delta I R_E}{R_E + R}$$

$$\text{avec } \Delta I = i_E = \beta I_B$$

Donc, tout le long de l'amplificateur les lois sont linéaires, d'ailleurs les caractéristiques statiques de l'amplificateur le vérifient.

Nous remarquons la linéarité sur le graphique donné (Fig. 7). Pour des tensions négatives nous trouvons la même caractéristique. Pour un signal de 300 mV par rapport à la masse, soit 600 mV de déséquilibre, nous déclenchons un courant dans la charge de 430 mA. Le gain en courant est alors, sachant que les 600 mV proviennent du pont de cellules :

$$i_e \approx \frac{v}{470 \text{ k}\Omega} ; \quad v \approx 300 \text{ mV}$$

$$i_e = 0,7 \mu\text{A} \quad \text{prenons } 1 \mu\text{A}$$

Comme au maximum on obtient 430 mA le gain en courant sera alors :

$$G_i = \frac{430 \cdot 10^{-3}}{1 \cdot 10^{-6}} = 430 \text{ 000}$$

Puissance utile : La charge est de  $4,7 \Omega$ , avec 500 mA au maximum nous avons une puissance de

$$P = RI^2 \text{ soit } P = 1,175 \text{ W}$$

L'amplificateur, utilisant un premier étage à tube et le reste à transistors, a nécessité quatre alimentations :

- |         |         |                     |   |
|---------|---------|---------------------|---|
| a) + 9V | 1300 mA | $\pm 10 \text{ mV}$ | ) Alimentation stabilisée des étages<br>à transistors           |
| b) - 9V | 1300 mA | $\pm 10 \text{ mV}$ |   |
| c) 6,3V | 300 mA  | )                   | ) Alimentation stabilisée des filaments<br>de la double triode  |
| d) 250V | 16 mA   | $\pm 10 \text{ mV}$ | ) Alimentation stabilisée haute tension<br>de la double triode. |

Nous donnons (Fig. 8) les caractéristiques statiques globales pour la détection plus l'amplificateur.

mA

Amplificateur

$$I = f(V)$$

00

00

00

00

100

200

300

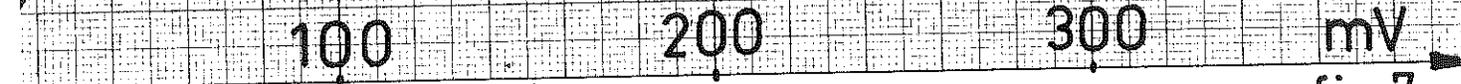
mV

5

10

15

fig.7



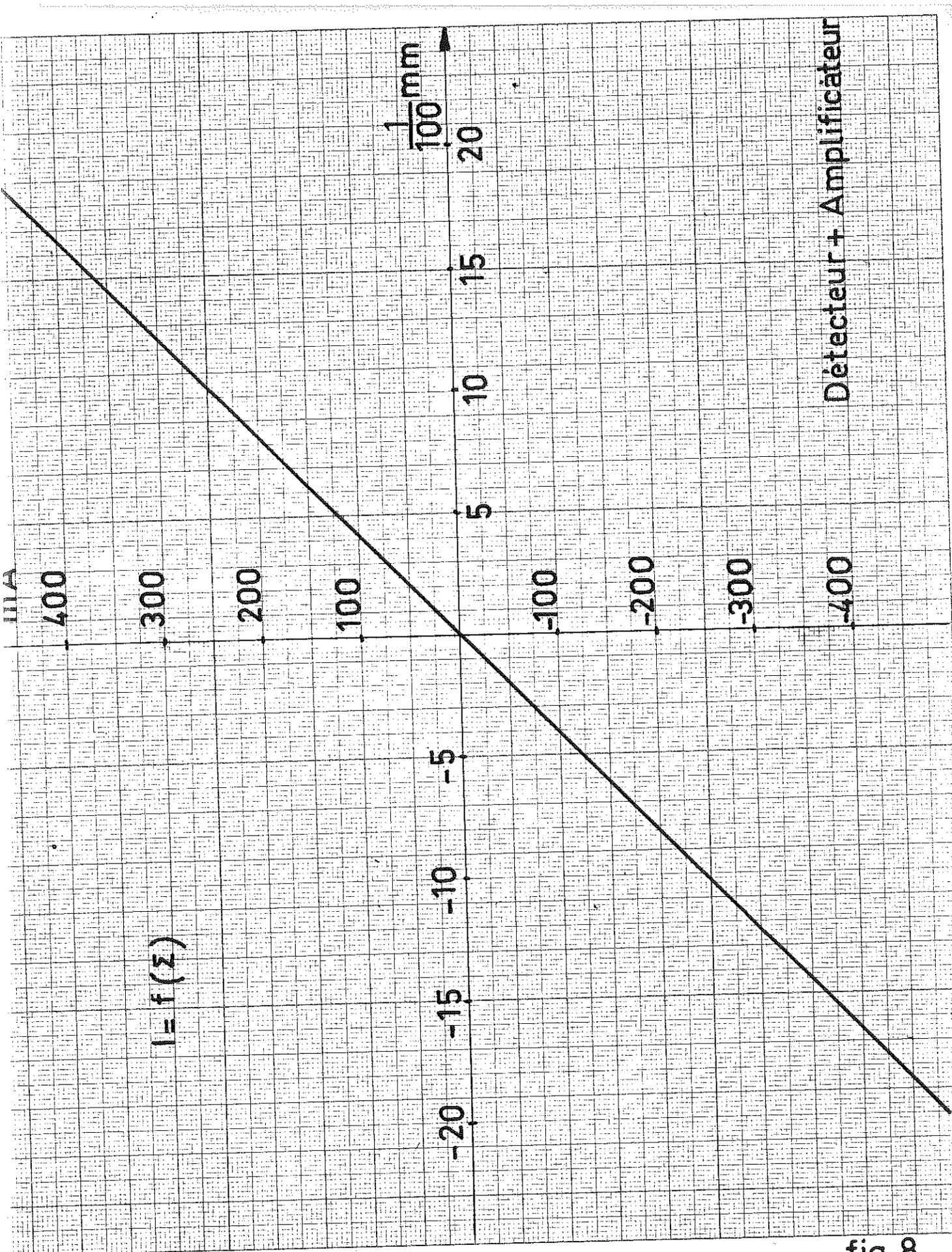


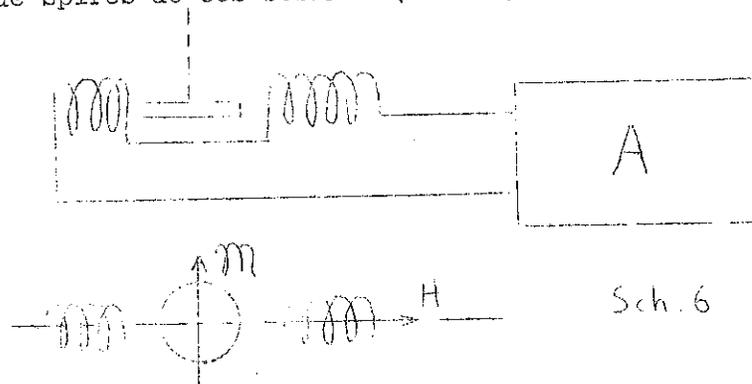
fig. 8

5.3 - Compensation du couple à mesurer (ou partie motrice) :

Comme nous l'avons déjà signalé, les spires en forme de bobines placées à l'extérieur de l'aimant torique, sont génératrices du couple de compensation. Ce couple de compensation est de la forme

$$\Gamma = k I_c$$

$I_c$  étant le courant de compensation traversant les petites bobines. On en déduit alors que, pour raidir le couplage, on peut : soit rapprocher les deux petites bobines près de l'aimant torique, soit augmenter le nombre de spires de ces bobines (Sch. 6).



$$\Gamma = M H \sin \theta \rightarrow \Gamma_{\max} \text{ pour } \theta = \frac{\pi}{2} \text{ ou } \frac{3\pi}{2}$$

$$H \text{ étant proportionnel à } I_c \rightarrow \Gamma_{\max} = k I_c$$

Néanmoins, il faut respecter la valeur de l'impédance de la charge qui doit être de 4,7Ω au maximum pour obtenir un courant de 430 mA. Mais comme nous ne sommes pas limités en place pour les bobines, il suffit de prendre un fil de section suffisante.

Il est à noter que la charge de l'amplificateur n'est pas seulement résistive mais aussi selfique.

5.4 - Equipage mobile : Nous le symboliserons par son moment d'inertie  $J$  et par un facteur d'amortissement  $A$  .

La constante de torsion sera celle du fil de suspension ; comme il s'agit d'un asservissement de position, la valeur de la constante de torsion peut être importante pourvu que, lors de l'équilibre de la balance, le couple exercé par le fil de torsion soit nul. Néanmoins, comme il est très difficile de réaliser cette condition, on préfère prendre un fil

à faible constante de torsion. Aussi, il ne faudra pas dépasser la limite élastique du fil de torsion au risque de rompre le système. C'est pourquoi nous donnons ici le poids de l'équipage mobile :

l'aimant	1,65 g
le porte aimant	1,304 g
masselottes	2,35 g
porte échantillon	1 g
miroir	0,35 g
tube laiton	1,165 g
Soit au total un poids de 7,819 g	

Pour déclencher le courant maximum de 430 mA, nous avons vu sur les caractéristiques qu'il fallait un déplacement du spot sur les cellules de 2/10 mm, soit une torsion de l'équipage mobile correspondant à un angle  $\alpha$  de  $\frac{1}{5000}$  rad. Nous pouvons en déduire alors le couple parasite

$$\Gamma_{\text{parasite}} = C \alpha$$

C étant la constante de torsion du fil.

Si l'on veut apprécier des couples de l'ordre de  $10^{-4}$  dyne cm il suffira que  $C \alpha \ll 10^{-4}$  dyne cm.

Nous disposons d'une série de fil de torsion au bronze béryllium dont les caractéristiques sont les suivantes :

Ref.	Effort de rupture approximatif	Valeur approchée de la constante de torsion/cm en dyne cm par rad.
0000	40 g	0,13
000	55 g	0,21
00	65 g	0,37
0	90 g	0,84

Notre fil de torsion a une longueur de 30 à 40 cm environ. Choisissons le 0000, nous aurons donc un couple parasite, si le fil fait 40 cm de longueur, de :

$$c = \frac{0,13}{40} = 3,25 \cdot 10^{-3} \text{ dyne cm/rad}$$

$$\text{et avec } \lambda = \frac{1}{5000} \text{ rad}$$

$$\Gamma_p = \frac{3,25 \cdot 10^{-3}}{5000} = 0,65 \cdot 10^{-6} \text{ dyne cm}$$

valeur que l'on peut négliger.

Il semble donc possible de choisir un fil de torsion dix fois moins sensible car dans ce cas le couple parasite sera de

$$\Gamma_p = 6,5 \cdot 10^{-6} \text{ dyne cm}$$

Néanmoins, pour l'étalonnage de la balance, nous utiliserons un fil de torsion qui devra nous permettre d'obtenir des couples de l'ordre de  $10^{-3}$  dyne cm pour un tour complet. C'est pourquoi nous avons gardé un fil aussi sensible.

Avant de présenter la fonction de transfert de l'asservissement nous allons donner les caractéristiques des bobines d'Helmholtz.

5.5 - Caractéristiques des bobines d'Helmholtz : Nous avons respecté pour les bobines la condition  $R = 2 a$ .  $R$  rayon moyen (condition rigoureuse pour 2 spires en position d'Helmholtz).  $2 a$  entre-axe des bobines. Condition qui permet d'obtenir une bonne homogénéité au troisième ordre près.

Sur l'axe des bobines près du centre et sur l'intervalle  $(-\frac{R}{10}, +\frac{R}{10})$   $\frac{H}{H_0}$  varie de 1,43 à 1,431, donc près du centre dans un intervalle de  $\frac{2R}{10}$  le champ est constant au 1/100 près.

Comme l'échantillon a un diamètre de 18 mm il suffit que

$$\frac{2R}{10} > 18 \text{ mm} \Rightarrow R > \frac{180}{2} \text{ mm} \quad \text{soit } 90 \text{ mm}$$

La valeur du champ au centre est donnée par la formule

$$B = 0,9 \frac{NI}{R}$$

I en ampère  
R en cm  
N nombre de spires

Si l'on désire un champ maximum de 2000 Oe, cela conduit pour une alimentation sous 220 V continu au système suivant

$$NI = 37\,300 \text{ At}$$

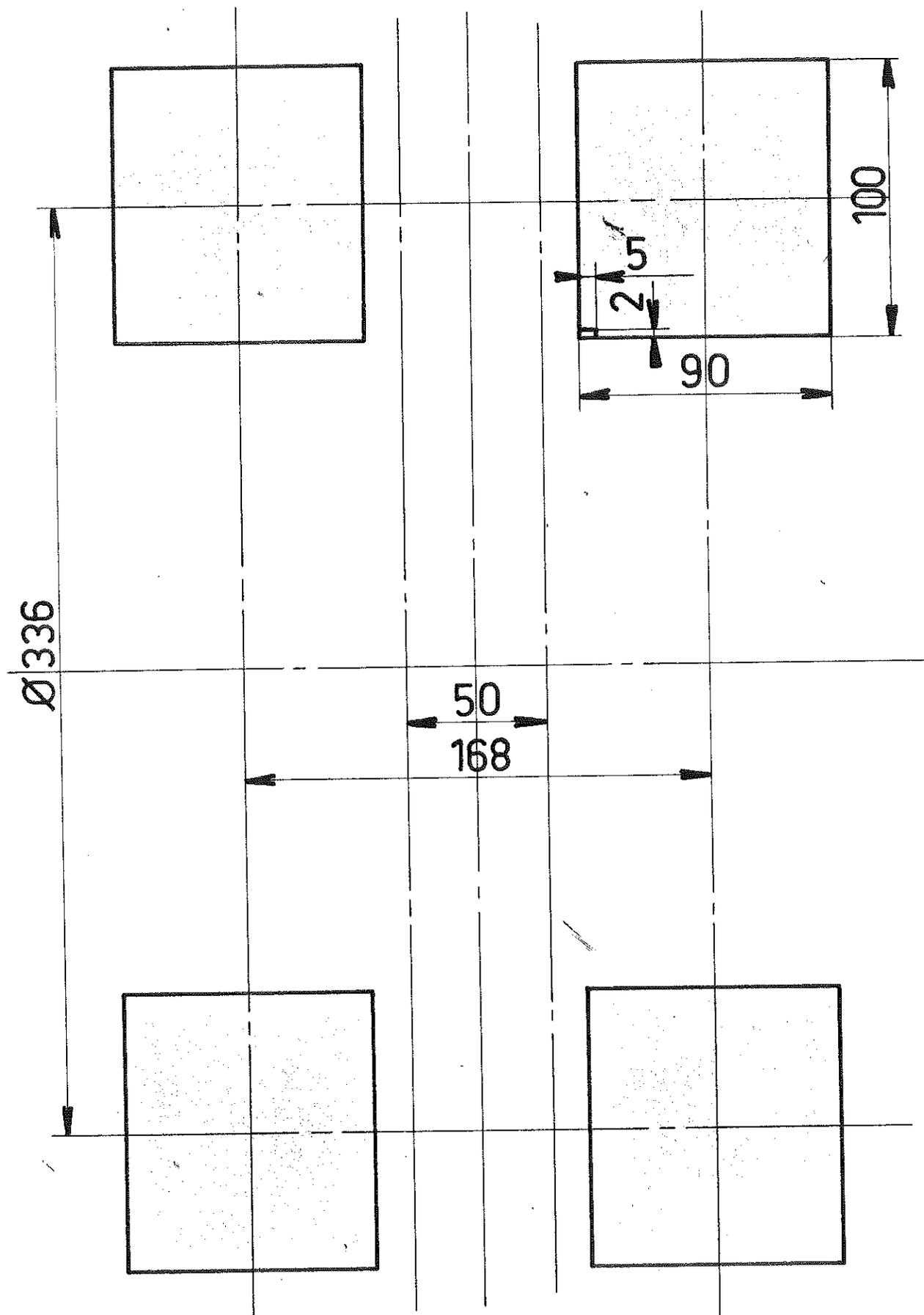
$$R = 16,8 \text{ cm}$$

Nous avons choisi un conducteur d'aluminium isolé par oxydation anodique de section 2 mm x 5 mm, soit 10 mm<sup>2</sup>. Avec I = 45 A et N = 830 spires, nous pouvons satisfaire le système.

Nous avons essayé de respecter aussi la condition d'homogénéité dans le cas de bobines à N spires qui impliquent un rapport de la hauteur de l'enroulement sur son épaisseur. Ce rapport doit être  $\sqrt{\frac{44}{37}}$ . Nous l'avons respecté en prenant  $\frac{10}{9}$ . D'ailleurs, nous donnons (Fig. 9 et 10) un schéma des bobines ainsi que leurs caractéristiques. Le champ maximum possible est de H max = 1620 Oe.

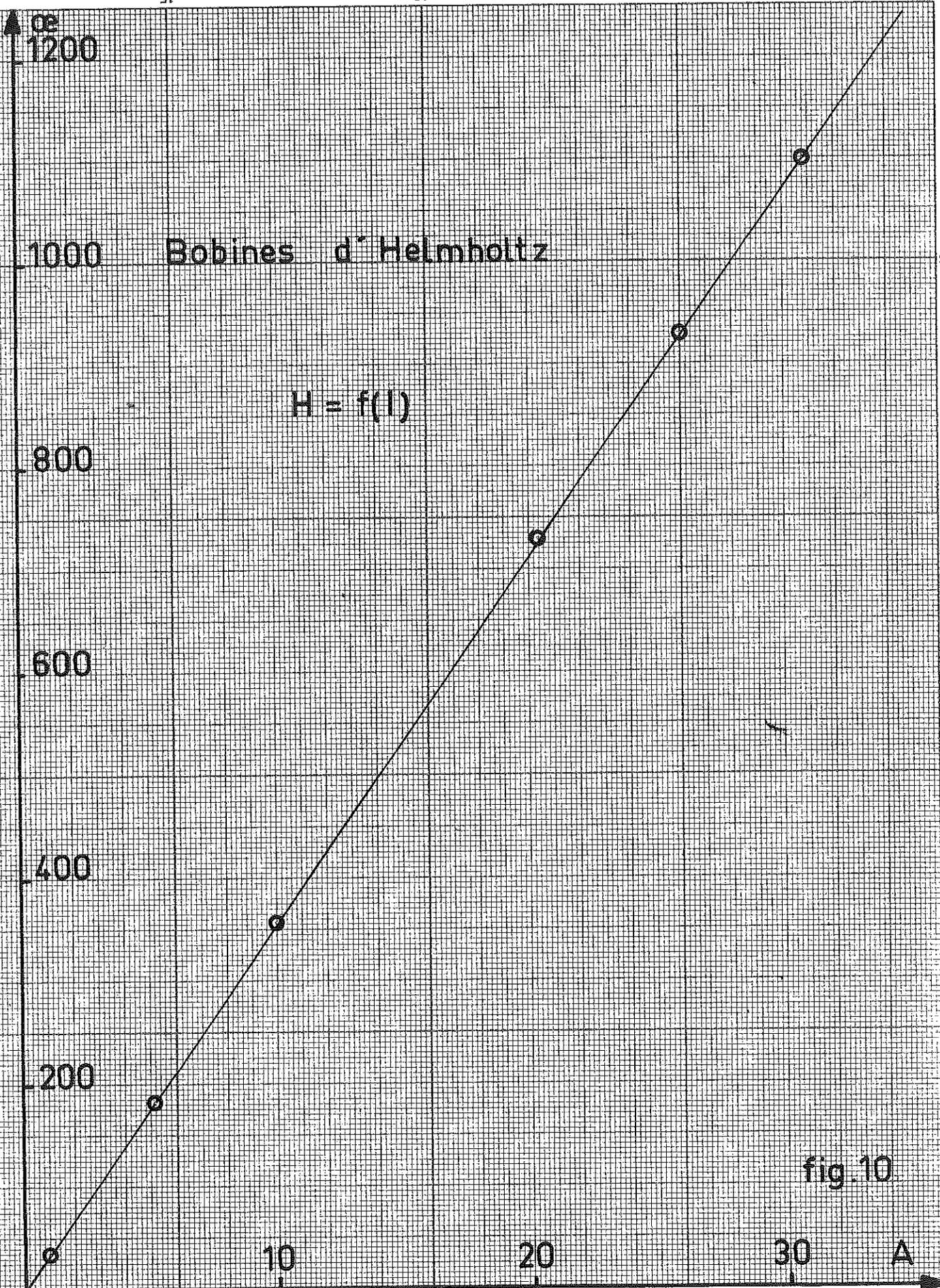
Il a fallu prévoir un circuit de refroidissement puisque la puissance des bobines est de

$$P = U I \text{ soit } 220 \times 45 \text{ A} \rightarrow P = 10 \text{ KW.}$$



Bobines de Helmholtz

fig. 9



Bobines d' Helmholtz

$H = f(I)$

fig. 10

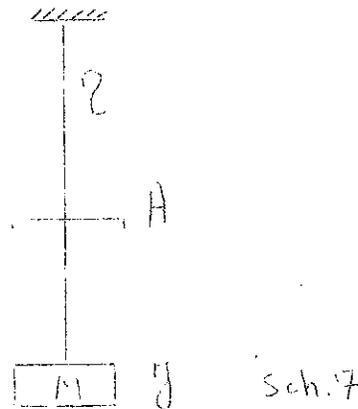
A

CHAPITRE VI

FONCTION DE TRANSFERT

6.1 - Calcul : Nous allons utiliser les analogies électromécaniques pour effectuer le calcul de la fonction de transfert. [13]

L'équipage mobile est suspendu par le fil de torsion de constante de torsion  $\zeta$ . On lui affecte un coefficient d'amortissement  $A$ , une masse  $M$  et un moment d'inertie  $J$ . (Sch. 7)



Rappel : L'analogie du type M que nous allons utiliser s'obtient en écrivant les expressions de la puissance électrique et de la puissance mécanique

$$P = U I \quad \text{et} \quad P = \Gamma \Omega$$

$$\text{Il correspond à } \Gamma \rightarrow I$$

ou  $F$

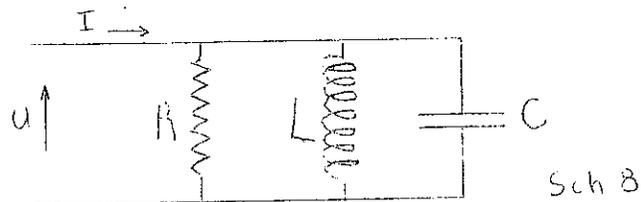
On a alors les équations suivantes pour un système mécanique :

$$\Gamma_{\text{inertie}} = J \frac{d\Omega}{dt} ; \quad \Gamma_{\text{amortissement}} = A \Omega ; \quad \Gamma_{\text{torsion}} = \zeta \int \Omega dt$$

L'équation mécanique régissant le mouvement de l'équipage mobile est alors :

$$\Gamma = J \frac{d\Omega}{dt} + A \Omega + \zeta \int \Omega dt$$

En utilisant l'analogie du type M, nous avons pour le circuit électrique (Sch. 8) :



$$I = \frac{1}{R} U + C \frac{dU}{dt} + \frac{1}{L} \int U dt$$

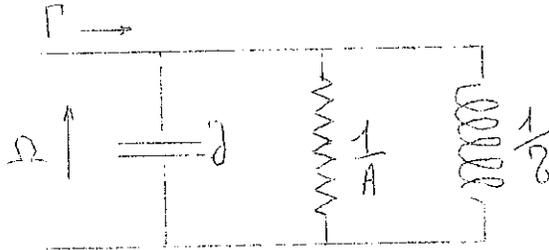
et comme l'équation mécanique correspondante est :

$$\Gamma = A \Omega + J \frac{d\Omega}{dt} + \int \Omega dt$$

nous avons donc la correspondance

$$A \rightarrow \frac{1}{R} ; \quad J \rightarrow C ; \quad L \rightarrow \frac{1}{\int}$$

d'où le quadripôle symbolisant l'équipage mobile (Sch. 9) :



Sch. 9

En transformée de Laplace nous pouvons écrire

$$\Gamma(p) = J_p \Omega(p) + A \Omega(p) + \frac{\int}{p} \Omega(p)$$

$$\text{et } \left(\frac{\Gamma}{\Omega}\right)^{-1} = J_p + A + \frac{\int}{p}$$

$$\text{soit } \left(\frac{\Omega}{\Gamma}\right)^{-1} = \frac{J_p^2 + A_p + \int}{p}$$

le dénominateur a pour discriminant  $A^2 - 4 J \int$  qui peut être  $> 0$  ou  $< 0$ . S'il est positif il y a deux racines et  $\frac{\Omega}{\Gamma} = \frac{p}{(A_p + B)(A'p + B')}$

De plus,  $\Theta(p) = \frac{\Omega(p)}{p}$  et  $v = k \Sigma$ ;  $v$  tension à la sortie du pont de cellule.

$V = A_v \cdot v = A_v \cdot k \Sigma$ ;  $V$  tension à la sortie de l'amplificateur  
 $A_v$  gain en tension de l'amplificateur

Or  $I' = KI$  et  $I = \frac{V}{R + Lp}$   $R, L$  résistance et self de la charge

$$I' = K \frac{V}{R + Lp}$$

$$\text{donc } \frac{\Omega(p)}{\Sigma(p)} = K A_v k \frac{1}{R + Lp}$$

$$\text{et } \frac{\Omega(p)}{\Sigma(p)} = \frac{I'(p)}{\Sigma(p)} \cdot \frac{\Omega(p)}{I'(p)} = K \cdot A_v \cdot k \cdot \frac{\Omega(p)}{I'(p)} \cdot \frac{1}{R + Lp}$$

Ce qui nous conduit à la fonction de transfert en boucle ouverte :

$$T(p) = \frac{\theta(p)}{\sum(p)} \quad T(p) = \frac{1}{p} \cdot \frac{K A_V k}{R + Lp} \cdot \frac{\Omega(p)}{f_i(p)}$$

$$T(p) = \frac{1}{p} \cdot \frac{K A_V k}{R + Lp} \cdot \frac{p}{Jp^2 + Ap + \zeta}$$

$$T(p) = \frac{K A_V k}{(Jp^2 + Ap + \zeta)(R + Lp)}$$

N.B. : L'introduction du terme  $\frac{1}{R + Lp}$  symbolise la charge de l'amplificateur mais aussi tous les termes de retard non chiffrables. La présence de pompage en bouclant l'asservissement dans les conditions précitées nous permet d'affirmer que le terme  $Lp$  n'est pas négligeable.

6.2 - Relevé expérimental : De manière à avoir les courbes de phase et de gain de la fonction de transfert en boucle ouverte, nous avons fait un relevé expérimental. Pour un tel relevé, il était nécessaire d'avoir un générateur TBF, un déphaseur et un oscilloscope "bi-courbes". Nous avons manipulé avec :

- un générateur TBF Solartron
- un déphaseur Solartron
- un oscilloscope "bi-courbes" CRC

Pour faire un tel relevé, il fallait ouvrir la boucle, nous avons choisi de rentrer le signal sur les bobines de compensation. Ces bobines étant de faibles impédances  $0,1 \Omega$  et le générateur ne pouvant pas débiter sur une aussi faible charge, nous avons monté en série avec les petites bobines une charge de  $220 \Omega$ . Le signal de sortie est alors récupéré sur l'étage de puissance de l'amplificateur. La mesure a été effectuée avec deux fils de suspension.

- D'abord avec un fil de cuivre  $\phi = 8/100$  mm pour les couples à mesurer de  $10^{-1}$  dyne cm à  $10^{-3}$  dyne cm.
- Ensuite avec un fil au bronze béryllium (0000) pour la mesure des couples de  $10^{-3}$  à  $10^{-5}$  dyne cm.

Schéma de principe de mesure (Fig. 11).

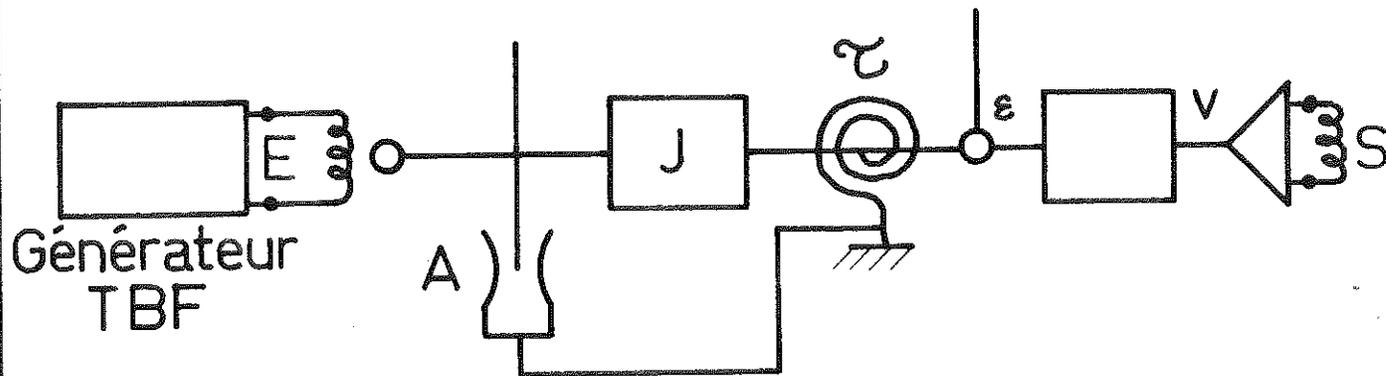


Schéma de principe

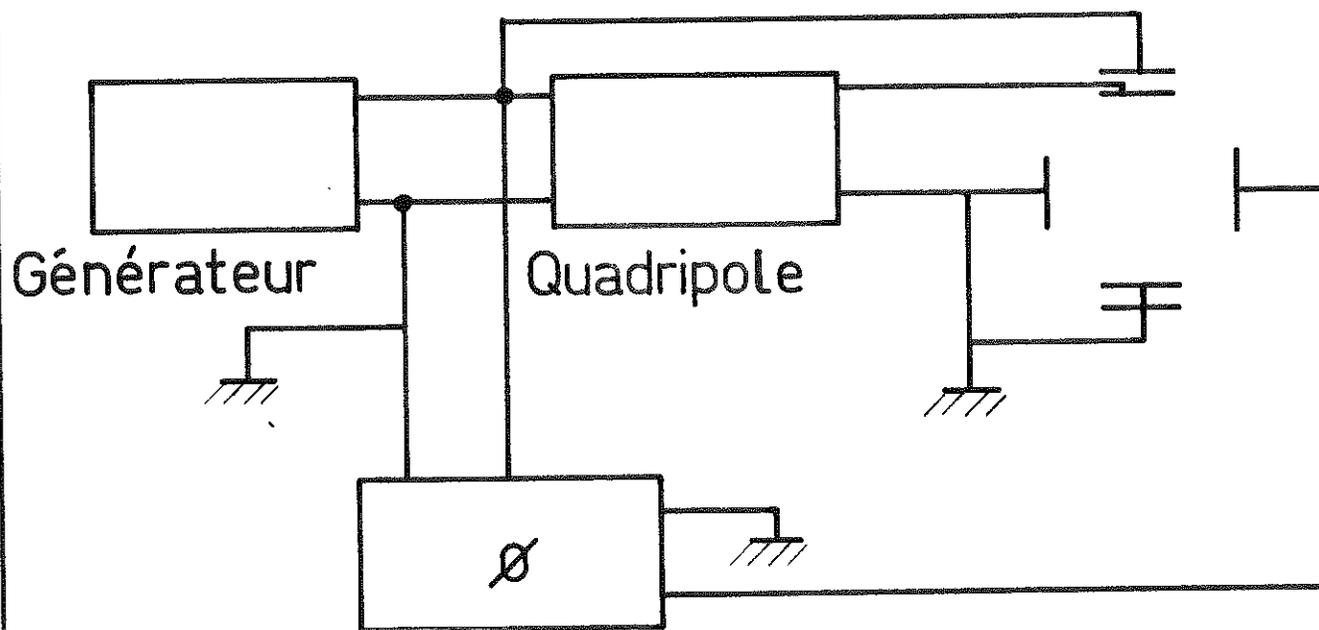


Schéma pratique

On injecte en E { Il nous suffit de mesurer l'amplitude  
 et l'on sort en S { en E et en S, ainsi que la phase de S/E.

Pour mesurer l'amplitude, l'oscilloscope "bi-courbes" est pratique ; pour mesurer la phase une première méthode consiste à utiliser l'oscilloscope en X Y, mais ceci est trop imprécis. Nous utilisons ici un déphaseur qui permet d'obtenir un signal déphasé par rapport à E . Le "bi-courbes" permet d'avoir sur l'oscilloscope E et S d'où le gain  $G = \frac{S}{E}$  .

Pour la mesure de la phase, on passe en X Y en balayant horizontalement avec le signal provenant du générateur mais que l'on déphase de  $\varphi$  ; en Y c'est le signal de sortie. En jouant sur  $\varphi$  on cherche à obtenir une droite, cela permet d'avoir  $\varphi$  avec une bonne précision.  
 $\varphi$  déphasage de S/E .

Le seul point délicat de ce relevé est qu'il faut pour l'équipage mobile, des déviations  $< \frac{1}{5000}$  rad, pour rester dans la partie linéaire du quadripole. De plus, pour le pont de cellules, il faut des déviations symétriques par rapport au zéro. Cela a nécessité pour chaque fréquence une remise au zéro longue et délicate, vue la sensibilité des fils de torsion utilisés.

6.2.1 - Relevé de  $T(p)$  avec suspension fil de cuivre  $\varnothing$  8/100 mm :

f c/s	$\varphi$	G	G db
0,5	95°	1170	61,4
1	127°	1000	60
3	157°	126	42
5	170°	47	33,5
6	180°	31,4	30
10	195°	12,8	22,2
15	207°	6,4	16,1
20	207°	1,035	0,3

Ce tableau nous permet de tracer  $A(\omega)$  et  $\phi(\omega)$  dans le plan de Black ou dans le plan de Nyquist. On trouve ci-joint  $A(\omega)$  et  $\phi(\omega)$  dans le plan de Black (Fig.12).  $T(p)$  dans le plan de Nyquist est donné dans le paragraphe "Correction".

Dans Black, on remarque très bien les trois changements de pente qui permettent d'affirmer la présence d'un terme  $\frac{1}{R + Lp}$  (retard). Sur le plan de Nyquist on voit de suite que le système va pomper puisque pour  $\phi = -180^\circ$ ,  $G = 31,4$ . On pense immédiatement à la nécessité d'un réseau correcteur avec un amortissement assez important aux fréquences hautes (6 c/s). D'ailleurs l'expérience nous a montré qu'il y avait pompage à 5,7 c/s. Nous représentons aussi la même mesure avec la suspension utilisant le fil au bronze béryllium 0000, là aussi il y a pompage, mais à 6,25 c/s.

6.2.2 - Relevé de  $T(p)$  avec suspension fil au bronze béryllium :

f c/s	$\phi$	G	G db
0,1	10°	1600	64,1
0,2	20°	1410	63
0,5	60°	705	57
0,9	100°	586	55,4
1,9	110°	335	50,5
2,9	155°	200	46
4,9	175°	59	35,5
6,9	180°	27	28,6
10,9	202°	8,9	19
15,9	212°	4,4	12,9

On remarque que pour un déphasage de  $-180^\circ$  on a un gain de 27, ce qui explique facilement le pompage. Cela va entraîner le choix d'un réseau correcteur satisfaisant, si possible, à toutes les suspensions utilisables pour le domaine que l'on se propose. Les courbes  $A(\omega)$  et  $\phi(\omega)$  des deux suspensions sont très approchantes, ce qui permet de penser pouvoir réaliser un réseau correcteur commun.

Le relevé 1 → pompage à 5,7 c/s avec  $G = 31,4$  pour  $\phi = -180^\circ$   
 Le relevé 2 → pompage à 6,25 c/s avec  $G = 27$  pour  $\phi = -180^\circ$

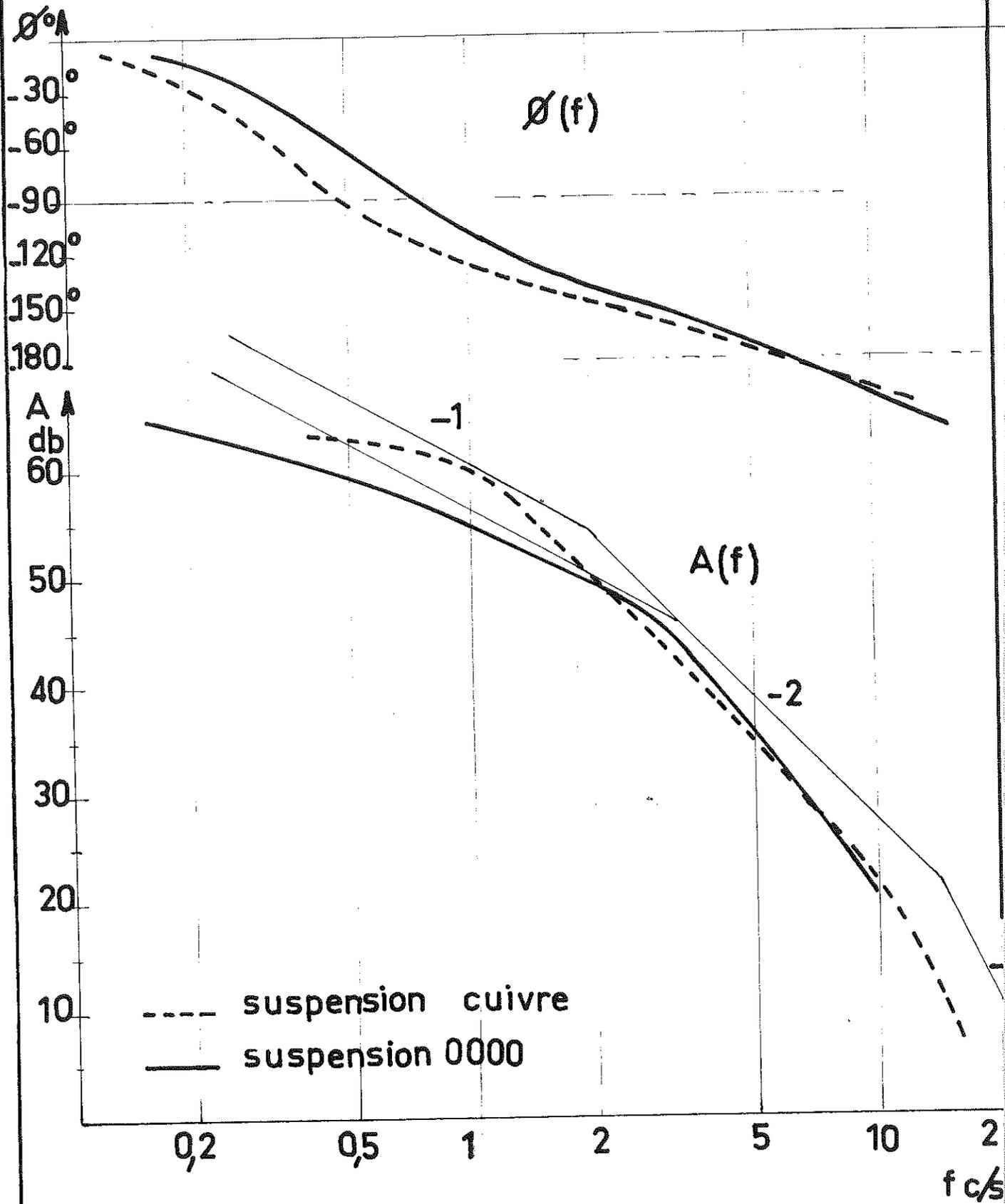


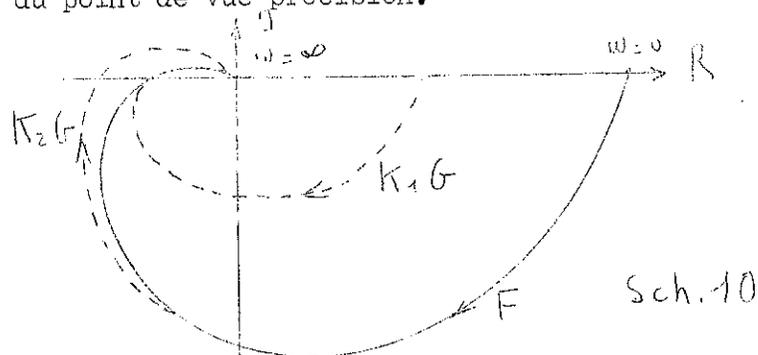
fig.12

6.3 - Réseau correcteur [14] : Une manière simple pour annuler le pompage serait de diminuer le gain de l'asservissement, puisque faire varier le gain d'un système, cela revient dans le plan Nyquist par exemple, à transformer le lieu de Nyquist par une homothétie de centre O à partir du lieu  $G(j\omega)$  correspondant à  $K = 1$  et lorsque  $K \nearrow$  le lieu  $KG$  se rapproche du point critique et le système risque de devenir instable. Ici le point critique a été dépassé puisque les performances de l'amplificateur différentiel ont été poussées au maximum. Mais d'autre part, plus le gain en boucle ouverte est élevé, plus "raide" est l'asservissement et meilleures sont les performances aux basses fréquences, en particulier sa précision en régime statique. Il y a lieu, par conséquent, de régler le gain de façon à réaliser un compromis satisfaisant entre des marges de stabilité acceptables et une précision suffisante.

### 6.3.1 - Principe de la notion de correction :

La correction est un moyen de s'affranchir du dilemme stabilité-précision ; elle consiste à modifier dans un certain domaine de fréquences la forme du lieu de transfert  $KG(j\omega)$  d'un S.A. de telle sorte que son gain puisse être augmenté au-delà de la valeur qui conduirait sans correction à l'instabilité, ou du moins à une marge de stabilité insuffisante.

On a représenté (Sch. 10) une fonction de transfert  $F$  qui présente à la fois les avantages de la F.T.  $K_1 G$  du point de vue stabilité et ceux de la F.T.  $K_2 G$  du point de vue précision.



Il y a deux manières de placer le correcteur :

a) soit dans la chaîne directe (correcteur en cascade) : afin de réduire les pertes par dissipation. Il se situe alors presque toujours à l'étage basse puissance après le détecteur d'écart.

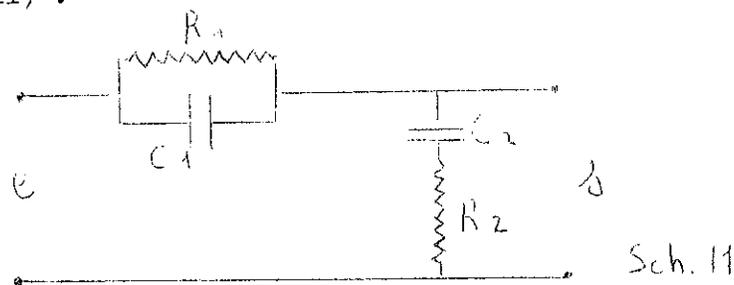
b) soit dans la branche de retour. Dans notre cas, il faut atténuer le gain au voisinage de la fréquence de résonance, puisque nous sommes dans le cas de  $K_2G$ .

De plus, il ne faut pas atténuer le gain aux basses fréquences, pour une telle correction seul un réseau correcteur "retard" peut convenir.

### 6.3.2 - Correction avance-retard :

L'avance de phase, liée au contrôle dérivé, intéressante pour les fréquences voisines de la fréquence de résonance, n'améliore pas la précision aux basses fréquences. Le contrôle intégral, avantageux dans la zone des basses fréquences, présente l'inconvénient, au voisinage de la fréquence de résonance, d'introduire un retard de phase qui risque de provoquer l'instabilité. L'effet nuisible de chacun de ces types de correction étant opposé à l'effet favorable de l'autre et les domaines de fréquences dans lesquels se produisent les effets utiles du contrôle dérivé et du contrôle intégral étant différents, il est possible au moyen des deux, de cumuler leurs avantages tout en annulant leurs inconvénients.

L'adjonction d'un réseau-avance à un réseau-retard donne le schéma suivant (Sch.11) :



La fonction de transfert de ce circuit est :

$$F(p) = \frac{S(p)}{E(p)} = \frac{(1 + R_1 C_1 p) (1 + R_2 C_2 p)}{(1 + R_1 C_1 p) (1 + R_2 C_2 p) + R_1 C_2 p}$$

soit en posant  $R_1 C_1 = r_1$

$$R_2 C_2 = r_2 \quad F(p) = \frac{r_1 r_2 p^2 + (r_1 + r_2) p + 1}{r_1 r_2 p^2 + (r_1 + r_2 + r_{12}) p + 1}$$

$$R_1 C_2 = r_{12}$$

Le diagramme dans le plan de Nyquist de cette F.T. est le cercle représenté schéma 12 :

Pour  $\omega = 0$  comme pour  $\omega = \infty$

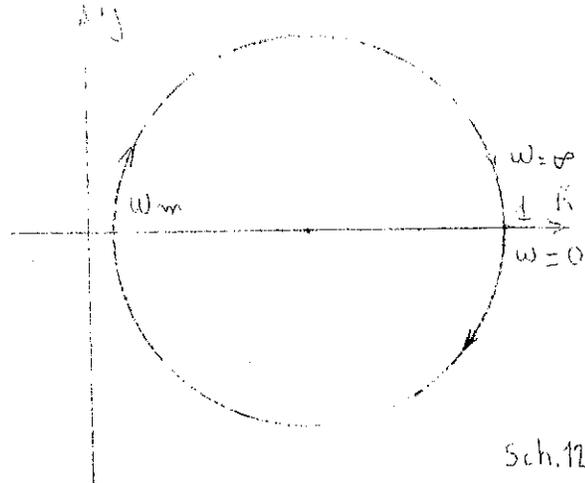
$$F(j\omega) = 1$$

Pour la pulsation  $\omega_m$  définie par

$$r_1 r_2 \omega_m^2 = 1$$

l'argument de la F.T. est nul et son module est minimal

$$\left| F(j\omega_m) \right| = \frac{r_1 + r_2}{r_1 + r_2 + r_{12}}$$



Pour obtenir un retard ou une avance de phase appréciable, il est nécessaire que  $F(j\omega)$  soit faible, c'est-à-dire que

$$R_1 C_2 \gg R_1 C_1 + R_2 C_2 \quad \text{soit} \quad R_1 > R_2 \\ C_2 > C_1$$

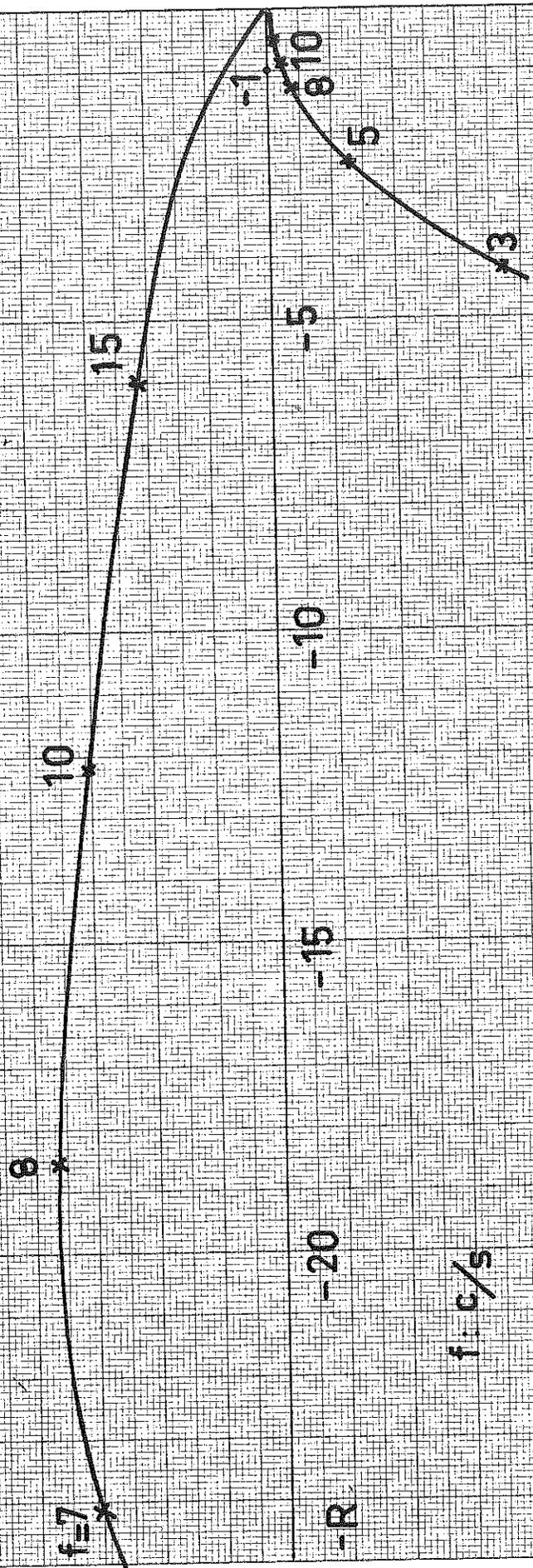
Pour effectuer le calcul valable du correcteur, il nous faut sous les yeux la fonction de transfert dans le plan de Nyquist que l'on veut corriger. On trouve, ci-jointes, les courbes relatives aux deux suspensions (Fig. 13-14).

- a) Fil de cuivre 8/100 mm
- b) Fil au bronze béryllium 0000

L'instabilité est très marquée car on est bien au-delà du point critique. D'après ces courbes, on voit que si l'on corrige pour (a) la correction sera aussi valable pour (b). La courbe (a) passe par  $G = 31,4$  pour  $\phi = -180^\circ$  il faut donc une atténuation de l'ordre de 30 près de la fréquence de pompage.

T(p) suspension cuivre

Sans correction



Avec correction

Pour  $f = 6\% \delta = 180^\circ$   
 $G = 314$

fig.13

T(p) suspension 0000

Sans correction

Avec correction

10,9

8,9

15,9

-10

-15

-20

-R

-5

-1

5,9

10,9

$f = 7,9$

4,7

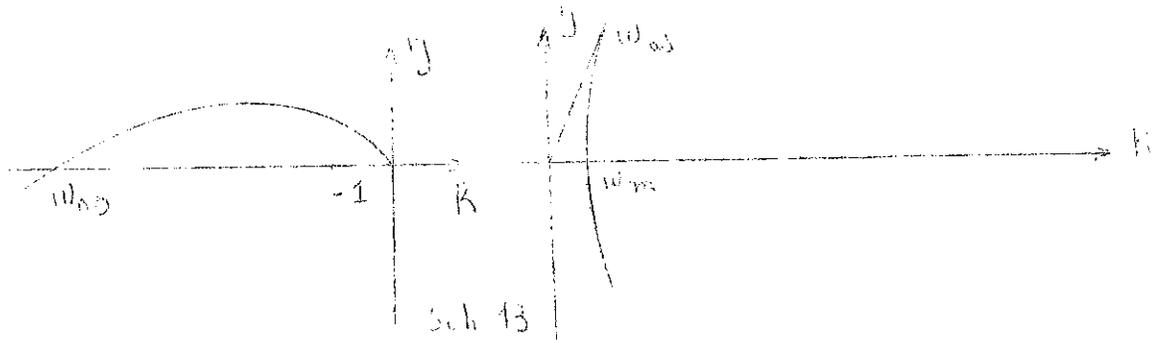
3,1

$f: c/s$

Pour  $f = 6,99/s$   $\theta = 180^\circ$

$G = 27$

fig.14



Pour avoir une forte avance de phase à  $\omega_{os}$  il est nécessaire de prendre  $\omega_{os}$  sur la partie supérieure du cercle représentatif de  $F(p)$  et pour avoir  $\phi$  le plus grand possible il faut  $\omega_m < \omega_{os}$  (Sch. 13).

Ici nous prenons  $f_m = 1$  c/s soit  $\omega_m = 2\pi$  rad/s

Nous avons de plus  $\omega_m^2 r_1 r_2 = 1$  soit  $r_1 r_2 = \frac{1}{\omega_m^2} \approx \frac{1}{40}$

On prend  $r_1 + r_2 = 1$

et  $r_{12} = 26,5$

D'où  $r_2 = \frac{39}{40}$

$r_1 = \frac{1}{40}$

Avec  $C_2 = 5 \mu f$

$R_2 = \frac{r_2}{C_2} = \frac{39/40}{5 \cdot 10^{-6}} = 194 \text{ k}\Omega$

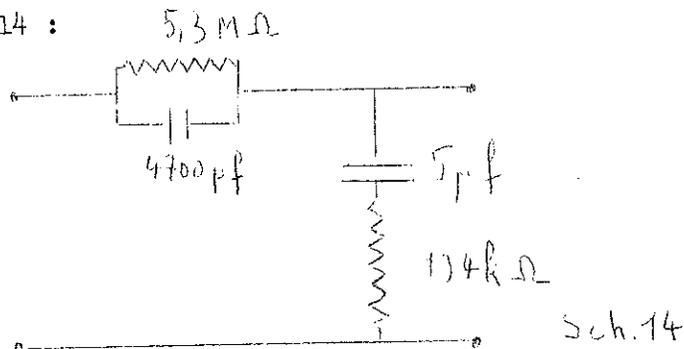
et comme  $r_{12} = R_1 C_2 = 26,5$

$R_1 = \frac{26,5}{C_2} = \frac{26,5}{5 \cdot 10^{-6}} = 5,3 \text{ M}\Omega$

De plus  $r_1 = R_1 C_1 = \frac{1}{40}$

$C_1 = \frac{1}{R_1} = \frac{1}{5,3 \cdot 10^6} = 4700 \text{ pf}$

Soit le réseau du schéma 14 :



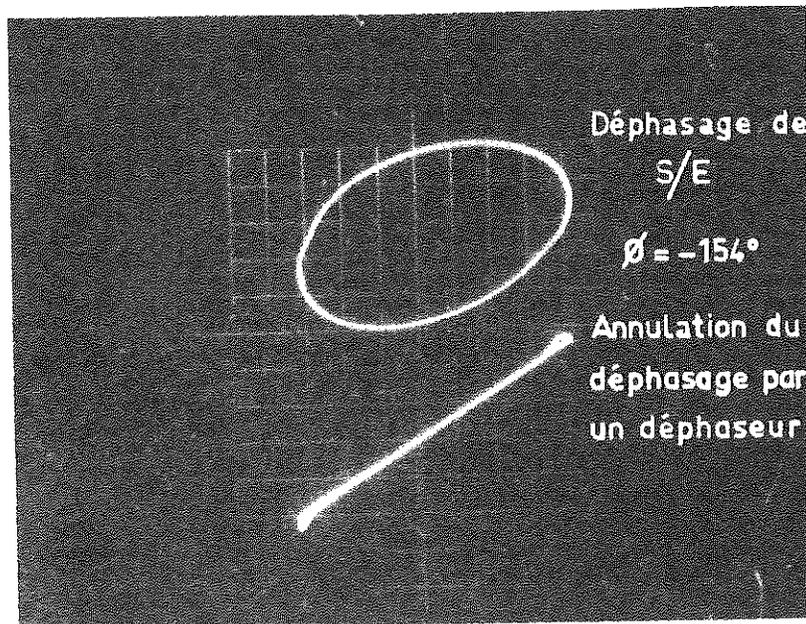
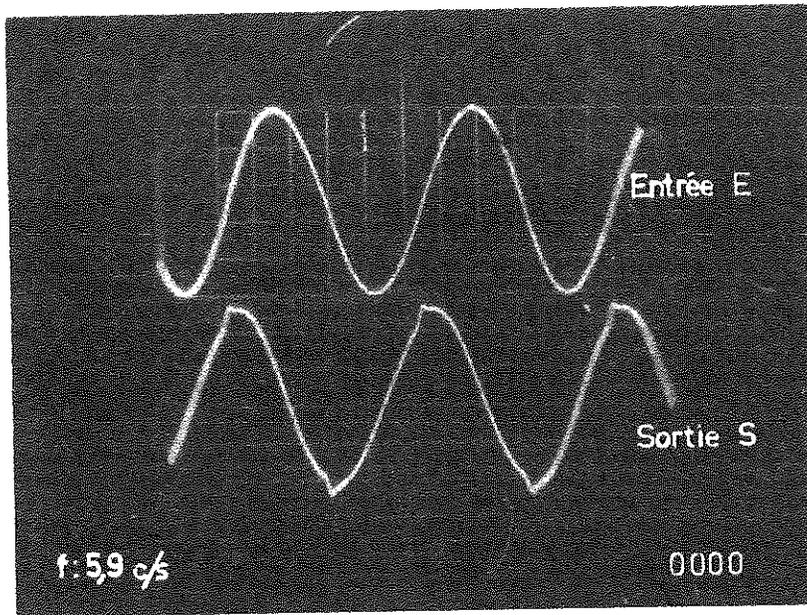
Nous avons effectué le relevé de  $F(p)$ , on donne ci-joint la courbe (Fig.15).

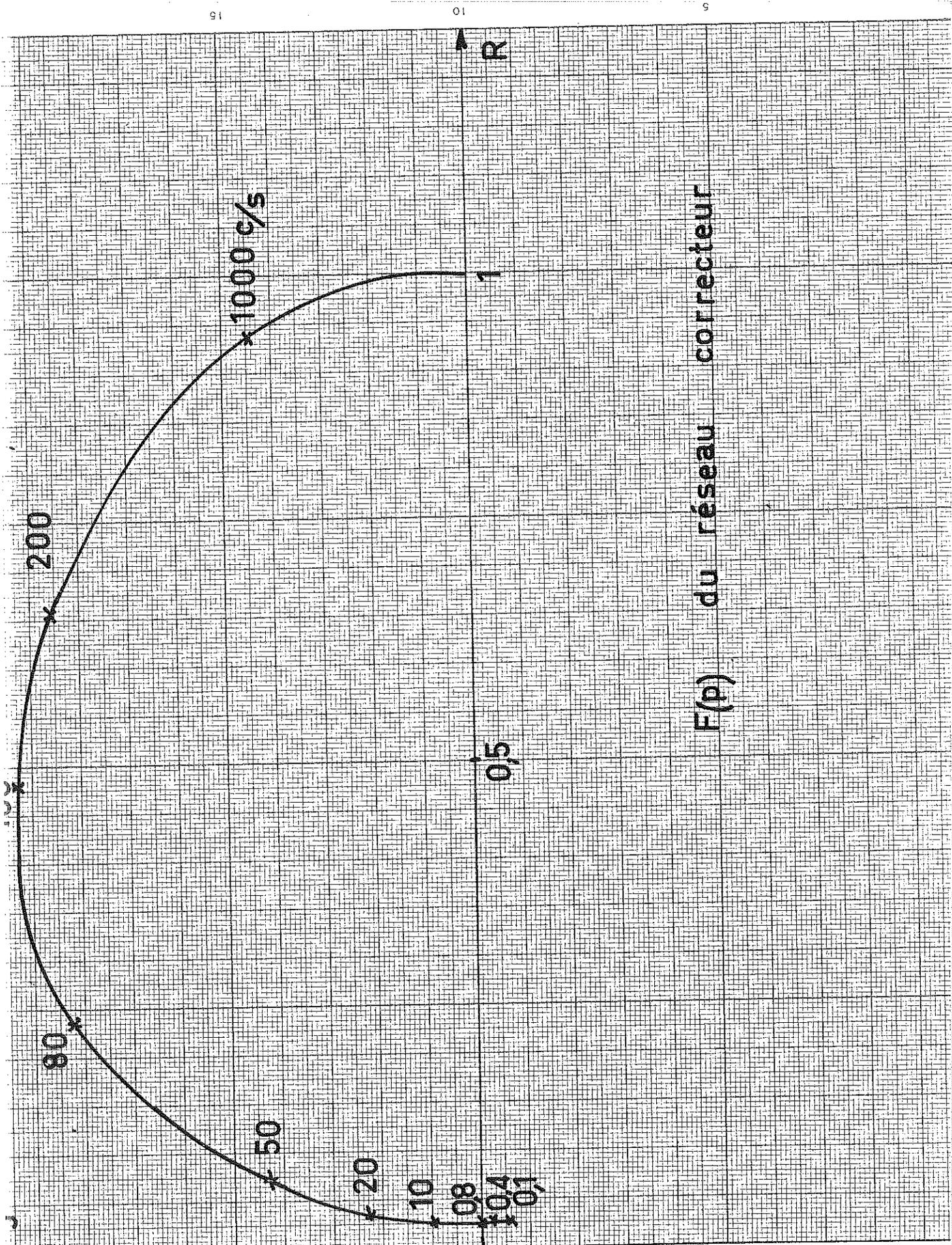
On peut voir que pour  $\omega_{OS} : \varphi = +50^\circ$  avec une atténuation de 28. Après mise en circuit du correcteur nous avons relevé de nouveau la fonction de transfert pour les deux équipages.

- a) suspension fil de cuivre  $\varnothing 8/100$  mm
- b) suspension fil au bronze béryllium 0000

	c/s	$\varphi$	G
a)	15	171°	0,52
	10	170°	1,04
	8	164°	1,17
	5	154°	2,65
	3	140°	5,6
	1	115°	15,7
	0,6	105°	60
	0,2	85°	122
	0,1	75°	248
	b)	15,9	176°
10,9		167°	0,89
5,9		154°	1,95
4,1		143°	3,64
3,1		134°	4,76
2,1		112°	9,9
1,1		82°	14,5
0,6		75°	29,7
0,1		60°	56,5

Voir les courbes "avec correction" sur le diagramme de Nyquist (Fig.13-14). Ces nouvelles courbes nous montrent que la correction est satisfaisante ; d'ailleurs le pompage a disparu.





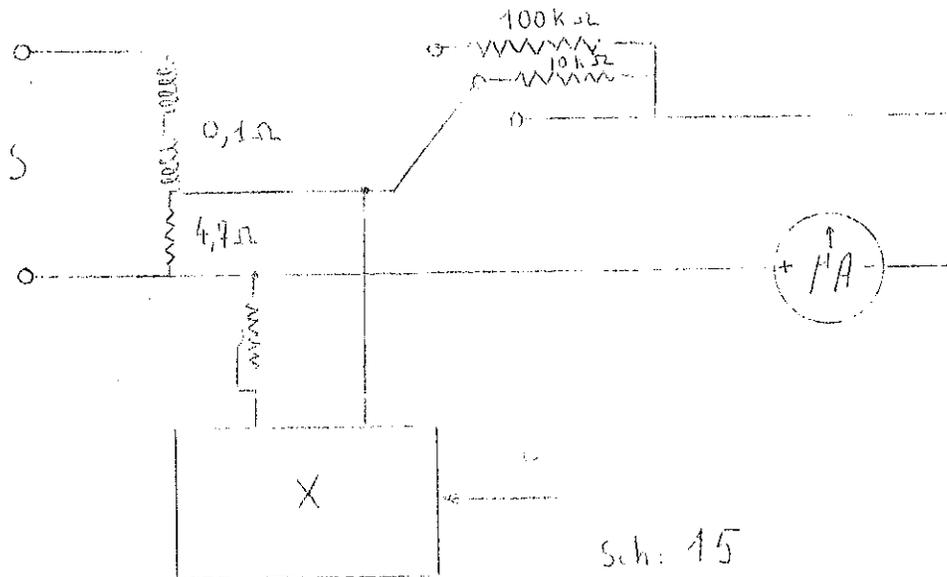
F(p) du réseau correcteur

fig.15

CHAPITRE VII

MESURE DU COURANT DE COMPENSATION ET ETALONNAGE DE LA BALANCE

7.1 - Courant de compensation : C'est le courant  $I_c$  qui, en traversant les petites bobines de compensation, produit le couple  $\Gamma_c$ . Il suffit donc de mesurer ce courant pour avoir une grandeur proportionnelle au couple. L'étalonnage donnera ensuite la correspondance. La charge de l'amplificateur est une résistance de  $4,8 \Omega$  soit une résistance de  $4,7 \Omega$  plus la résistance des petites bobines qui est de  $0,1 \Omega$ .



Sur l'amplificateur, nous avons monté un microampèremètre ; il est alimenté par la tension existant aux bornes de la résistance de  $4,7 \Omega$ , de plus, nous avons en série un commutateur à 3 positions : avec des résistances de  $100 \text{ K} \Omega$ ,  $10 \text{ K} \Omega$  et  $0 \Omega$ . Le microampèremètre a une résistance de  $3,5 \text{ K} \Omega$ . (Sch.15)

Aux bornes de la charge de  $4,7 \Omega$ , nous avons aussi branché l'enregistreur. Il s'agit d'un enregistreur à suiveur de spot, sa sensibilité est alors fonction du galvanomètre employé. Nous utilisons un galvanomètre AOIP de sensibilité de  $4,8$  à  $2,6 \cdot 10^{-9} \text{ A/mm}$  à  $1 \text{ m}$ .

En série avec le galvanomètre on monte un potentiomètre de  $2,5 \text{ M} \Omega$

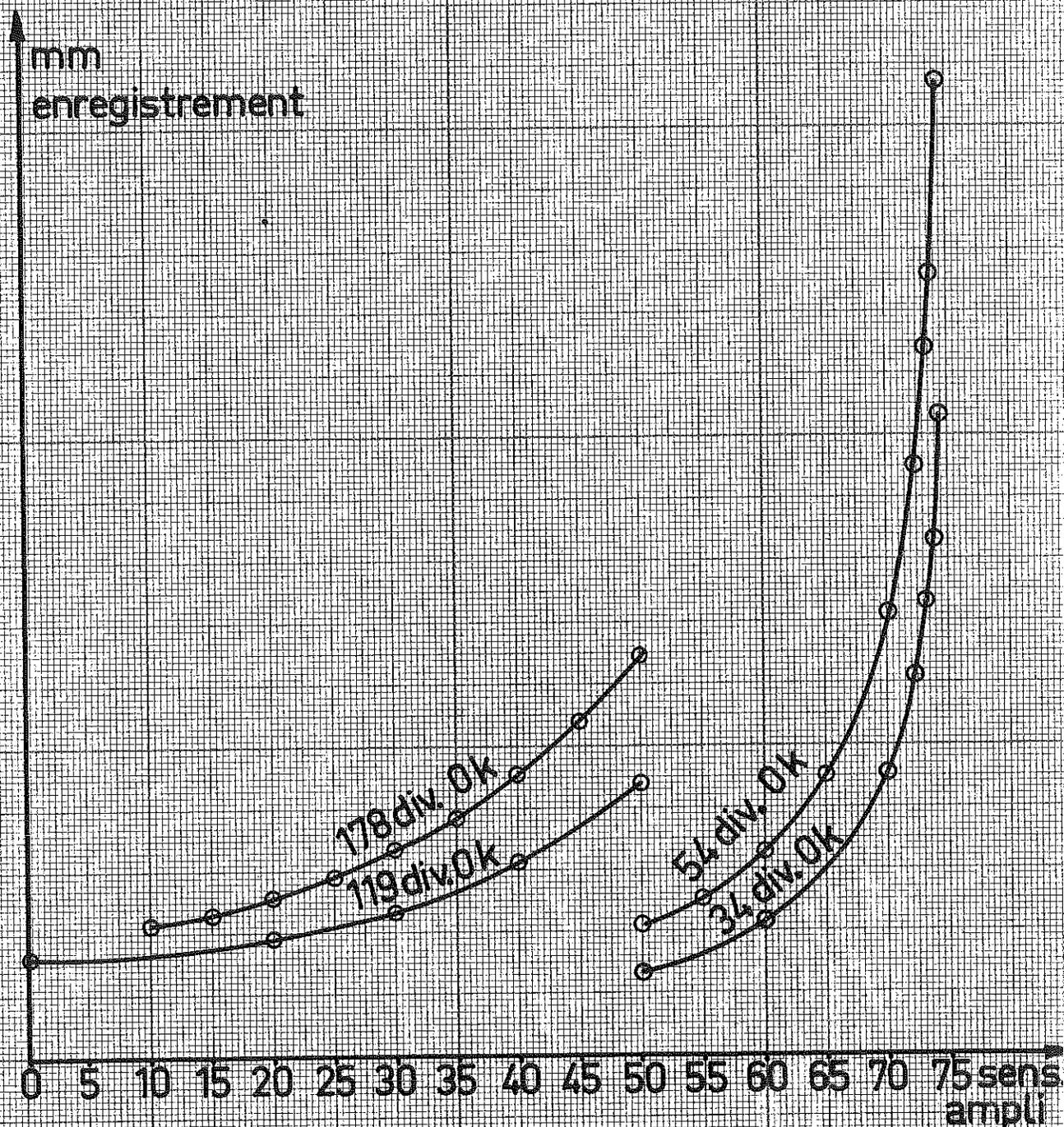
un vernier gradué au 1/10 mm de 0 à 100 permet de repérer sa position. Nous donnons (Fig.16) la courbe de correspondance entre les mm enregistrés et les différentes sensibilités du galvanomètre de l'enregistreur. En paramètre, nous avons les déviations du microampèremètre suivant la position du commutateur.

Les premiers essais sans échantillon, avec les bobines d'Helmholtz en pleine charge ( $H = 1620 \text{ Oe}$ ) ont révélé des couples parasites très importants. Nous avons déjà précisé lors du choix du mode de compensation les principales difficultés à résoudre.

Il a fallu, en définitive, diminuer le plus possible le champ de fuite des bobines d'Helmholtz et désaimanter partiellement l'aimant monté sur la compensation. Cela a été un travail assez délicat, néanmoins nous avons pu obtenir un réglage satisfaisant.

Pour diminuer le champ de fuite des bobines, nous avons monté sur celles-ci deux petites bobines en position d'Helmholtz donnant un champ opposé au champ de fuite. (Ce montage est très visible sur la photographie d'ensemble de la balance, repère h). C'est un relevé du champ de fuite au niveau de l'aimant qui a permis de déterminer les dimensions de ces bobines. Nous avons donc choisi des bobines de 10 cm de rayon et de  $2 \times 7 \Omega$ , soit  $14 \Omega$  de résistance avec le montage série. Pour pouvoir alimenter ces bobines sous 220 V continu et avec un courant maximum de 3 A, nous avons monté, sur le plateau tournant de la balance, un rhéostat pouvant supporter 3 A. A l'aide de blindages en mumétal au niveau de l'aimant et de ces bobines, nous avons pu régler le courant à l'aide du rhéostat de manière à annuler le couple parasite dû au champ de fuite des grosses bobines d'Helmholtz. Ce réglage a été fait sans échantillon, les bobines de champ à pleine puissance, le moteur entraînant les bobines, le couple étant directement enregistré.

Nous avons d'abord exécuté un réglage grossier, puis un réglage plus fin. En définitive, pour un courant de 20 A dans les bobines d'Helmholtz, il subsiste un couple d'amplitude correspondant à 1 mm sur l'enregistrement et cela sur la sensibilité 75 (se reporter sur la courbe précédente).



1 div a 0k → 192 10<sup>4</sup> dyne/cm  
25,35 div. avec 10k → 119 div a 0

Courbe d'étalonnage ampli → enregistreur

L'étalonnage nous permettra de faire la correspondance et l'on trouvera un couple parasite de l'ordre de  $5 \cdot 10^{-5}$  dyne cm.

7.2 - Etalonnage : Ne pouvant pas accepter les valeurs approximatives des constantes de torsion que nous avons déjà données, nous avons effectué la mesure de la constante de torsion pour un fil du type 000 (modèle que nous avons adopté en définitive à cause de la trop grande fragilité du type 0000).

Pour cette mesure, nous avons suspendu à la place de l'équipage mobile et du porte échantillon, un tube sur lequel est monté un disque d'argent.

Tube de laiton	∅ ext.	1,98 mm	
	∅ int.	1,47 mm	+ miroir d'un poids de 0,28305 g
	poids	1,1613 g	

Disque d'argent	∅ ext.	36,02 mm
	épais.	0,4 mm
	rebord	2,02 mm
	poids	4,6607 g

Le fil supporte donc un poids total de 6,101 g.

La période d'oscillation d'un tel système est de la forme  $T = 2\pi \sqrt{\frac{I}{C}}$

Le calcul du moment d'inertie de l'ensemble disque + tube donne

$$I = 8,212 \text{ cgs}$$

Il suffit alors de donner une petite impulsion  $\theta_0$  du système pour qu'il se mette à osciller en s'amortissant très lentement. Nous avons effectué la mesure de la période lors de très petites oscillations à l'aide d'un chronomètre. Nous avons préalablement collé sur le tube un petit miroir réfléchissant le faisceau optique qui provient de la lanterne ; la lecture du spot s'effectuant à 5 m du miroir, la précision s'est avérée très bonne, et pour plusieurs manipulations nous avons trouvé la même valeur pour la période  $T = 3 \text{ mn } 2 \text{ s} \rightarrow 182 \text{ s}$

$$\text{de } T = 2\pi \sqrt{\frac{I}{C}} \longrightarrow C = \frac{(2\pi)^2}{T^2} I$$

On trouve alors  $C = 0,978 \cdot 10^{-2}$  dyne cm/rad

Nous remontons alors l'équipage mobile de la balance.

Le poids de l'équipage mobile étant de 7,819 g le fil de torsion travaille dans les mêmes conditions qu'avec le disque d'argent.

Pour étalonner, on cherche d'abord l'accrochage de la balance qui correspond à la position zéro (zéro mécanique aussi bien qu'électrique). Nous exécutons alors une rotation positive ou négative de l'équipage mobile de  $2\pi$  radians ; nous recherchons de nouveau l'accrochage de la balance. Le microampèremètre étant branché sur la position la plus sensible  $0 \Omega$  (sans résistance en série) on apprécie une déviation de 320 divisions. Le couple créé par la rotation d'un tour du fil a pour valeur :

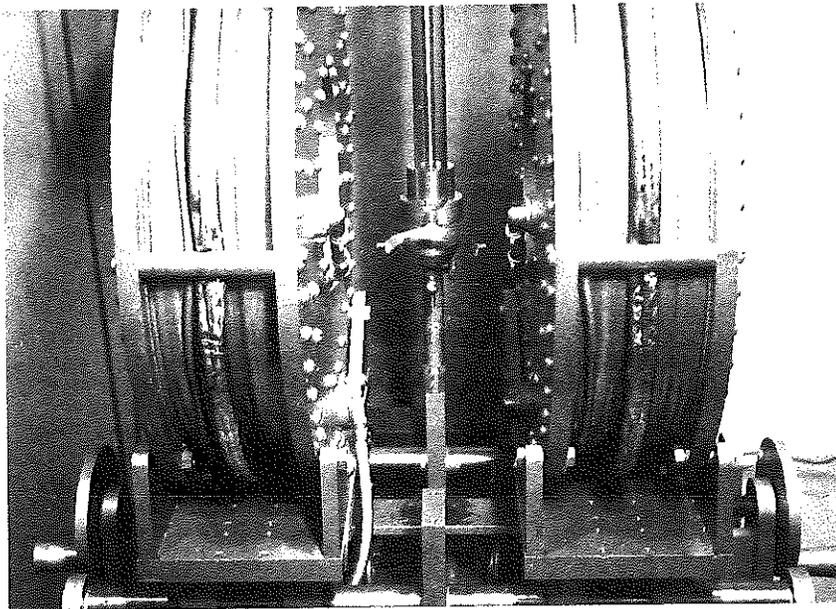
$$\Gamma = 2\pi C \text{ soit } 6,15 \cdot 10^{-2} \text{ dyne cm}$$

Donc nous avons pour une division :

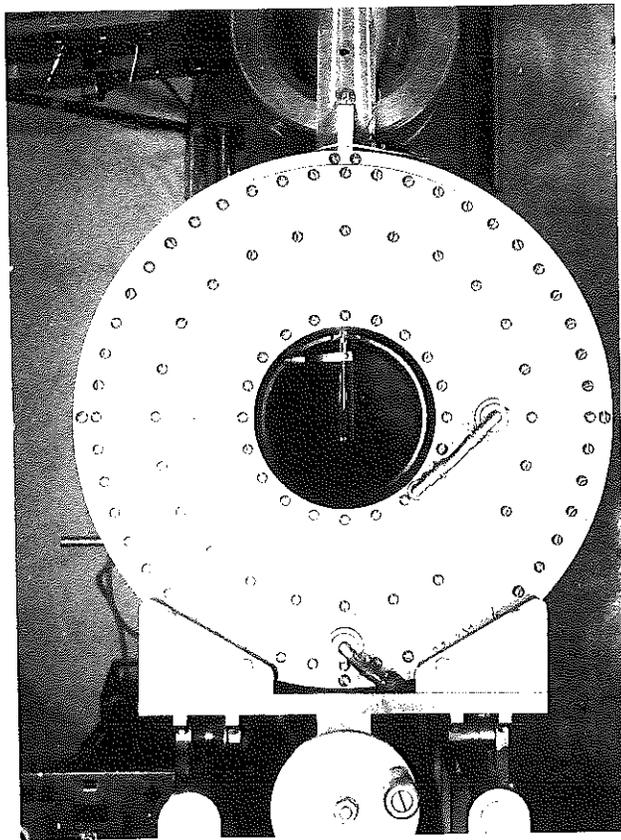
$$\frac{6,15 \cdot 10^{-2}}{320} = 1,92 \cdot 10^{-4} \text{ dyne/cm}$$
$$\simeq 2 \cdot 10^{-4} \text{ dyne/cm}$$

Comme avec l'enregistreur on apprécie facilement le quart de division, puisqu'il comporte un amplificateur, on peut apprécier des couples de l'ordre de  $\frac{1}{4} \cdot 2 \cdot 10^{-4}$  soit  $5 \cdot 10^{-5}$  dyne cm. Pour de faibles champs, jusqu'à une centaine d'oersteds, on apprécie facilement cet ordre de grandeur ; puisque pour 700 Oe le couple parasite dû au champ de fuite est de  $5 \cdot 10^{-5}$  dyne cm.

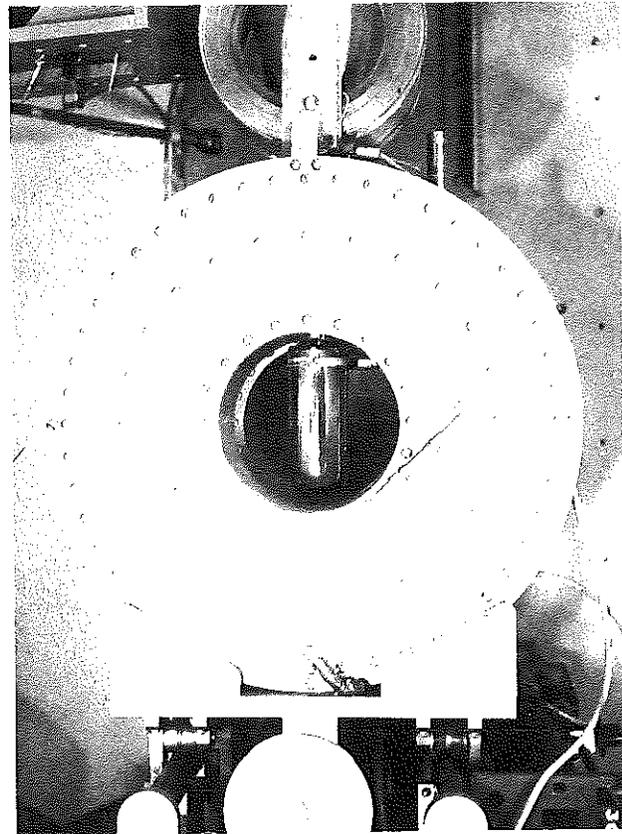
7.3 - Manipulations à basse température : Elles sont exécutées à l'aide d'un vase Dewar dans lequel plonge l'extrémité de l'enceinte en verre. L'échantillon se situe alors au milieu du vase Dewar.



Centrage de l'échantillon



Mesure à 20° C



Mesure à -185° C avec  
le vase Dewar

Nous effectuons un pompage primaire pendant 15 mn, et ensuite nous remplissons le vase Dewar avec de l'azote liquide puis nous effectuons une entrée d'argon. Après 15 mn d'attente, on arrive à liquéfier l'argon, donc au niveau de l'échantillon nous avons  $-185,8^{\circ}\text{C}$  .

D'ailleurs, à l'aide d'un thermocouple nous avons trouvé de bons résultats. Néanmoins, si l'on effectue une longue manipulation il faut maintenir le niveau d'air liquide dans le vase Dewar.

CHAPITRE VIII

MESURE DES CARACTERISTIQUES DES FILMS MINCES A LA BALANCE

8.1 - Mesure de la constante d'anisotropie K : Avec un champ magnétique appliqué dans le plan du film, l'anisotropie peut être définie par l'énergie, par unité de volume, de l'échantillon :

$$E = K \sin^2 \phi - H M \cos (\alpha - \phi) \quad (1)$$

où K est la constante d'anisotropie relative à l'anisotropie uniaxiale, H le champ magnétique appliqué qui forme l'angle  $\alpha$  avec l'axe de facile aimantation, M l'aimantation (par unité de volume) de l'échantillon formant l'angle  $\phi$  avec l'axe d'anisotropie qui est confondu avec l'axe de facile aimantation.

A l'équilibre  $\frac{dE}{d\phi} = 0$

et l'application du champ extérieur  $\vec{H}$  donne

un couple  $\vec{\Gamma} = \vec{M} \wedge \vec{H} = -M H \sin (\alpha - \phi)$

(Sch. 16), mais la condition

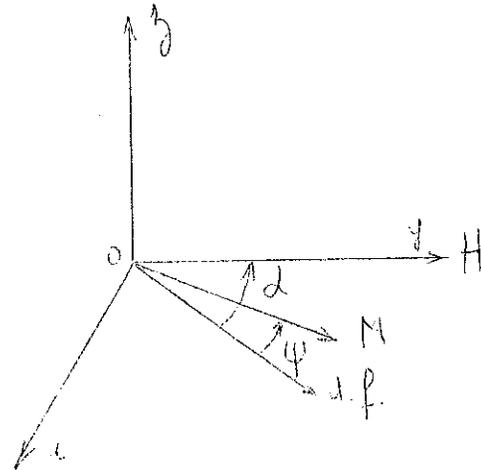
$$\frac{dE}{d\phi} = 0 \rightarrow M H \sin (\alpha - \phi) = K \sin 2 \phi$$

donc  $\Gamma = -K \sin 2 \phi$

Le rôle de l'asservissement est d'annuler le couple provenant du champ extérieur  $\vec{H} \rightarrow \vec{\Gamma}_c + \vec{\Gamma} = 0$

et  $\Gamma_c = K \sin 2 \phi$

Il est alors facile de mesurer K .



Sch. 16

8.2 - Mesure de l'aimantation : Il suffit de mesurer le couple parallèle au plan du film lorsqu'on applique un champ faisant l'angle  $\alpha$  avec le plan du film. Avec l'axe facile perpendiculaire à l'axe de torsion, l'énergie d'interaction avec le champ est donnée par :

$$E = -M H \cos (\alpha - \theta) + \frac{1}{2} N M^2 \sin^2 \theta \quad (2)$$

$\alpha$  est l'angle entre  $H$  et le plan du film

$\theta$  angle entre l'aimantation  $M$  et le plan du film

$N$  facteur de désaimantation qui est de  $4\pi$  dans le cas d'un film perpendiculaire.

Le second terme de l'expression (2) est l'énergie magnétostatique de désaimantation.

A l'équilibre :  $\frac{dE}{d\theta} = 0$

et  $-H M \sin (\alpha - \theta) + 4 \pi M \sin \theta \cos \theta = 0$

Il faut vérifier si, pour un angle  $\alpha$  petit  $\sim 10^\circ$ , l'aimantation reste dans le plan du film. Dans l'expression ci-dessus on peut voir que

$$4\pi M \sin \theta \cos \theta = H \sin (\alpha - \theta)$$

soit  $\sin \theta = \frac{H \sin (\alpha - \theta)}{4\pi M \cos \theta} = \frac{H}{4\pi M} \sin \alpha - \frac{H}{4\pi M} \cos \alpha \operatorname{tg} \theta$

Puisque le second terme est toujours plus petit que le premier

$$\sin \theta < \frac{H}{4\pi M} \sin \alpha$$

Ceci étant, l'aimantation sera toujours dans le plan du film jusqu'à des champs appliqués de l'ordre de  $4\pi M$  (de  $6 \cdot 10^4$  gauss pour le permalloy 80-20)

Comme on utilise des champs  $\ll 4\pi M$  et que  $\alpha$  est petit, on peut affirmer que l'aimantation ne sort pas du plan du film.

Donc avec  $\theta = 0$

$$\vec{\Gamma} = \vec{M} \wedge \vec{H} = -M H \sin \alpha$$

D'où  $\boxed{\Gamma_c = M H \sin \alpha} \rightarrow \vec{M}$

De ces deux procédés de mesure nous pouvons aussi déduire le champ coercitif, le champ d'anisotropie, l'hystérésis de rotation et l'aimantation rémanente.

8.3 - Applications : Des couches minces de permalloy ont été obligeamment prêtées par O. Massenet pour effectuer ces mesures : Nous présentons ici les résultats obtenus sur la lame étalon de permalloy Q B de 1600 Å d'épaisseur.

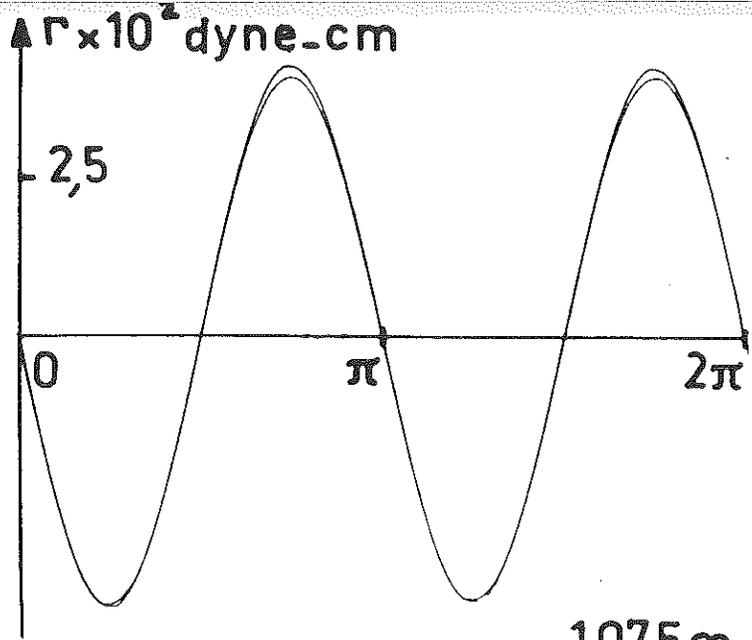
### 8.3.1 - Courbes du couple dû à l'anisotropie :

L'échantillon étant placé horizontalement, avec l'axe de torsion perpendiculaire au plan du film, lorsque le champ appliqué tourne, trois formes de courbes sont à prévoir en fonction de l'intensité du champ, [courbes a-b-c-d-e-f-g-h-i] .

On a porté en abscisse l'angle que fait le champ avec la direction de facile aimantation (vitesse de rotation : 1 t en 3 mn).

α) Pour  $H \gg H_K$  on a une courbe en  $\sin 2 \phi$  car l'aimantation est bien entraînée par le champ. [courbes a-b-c]

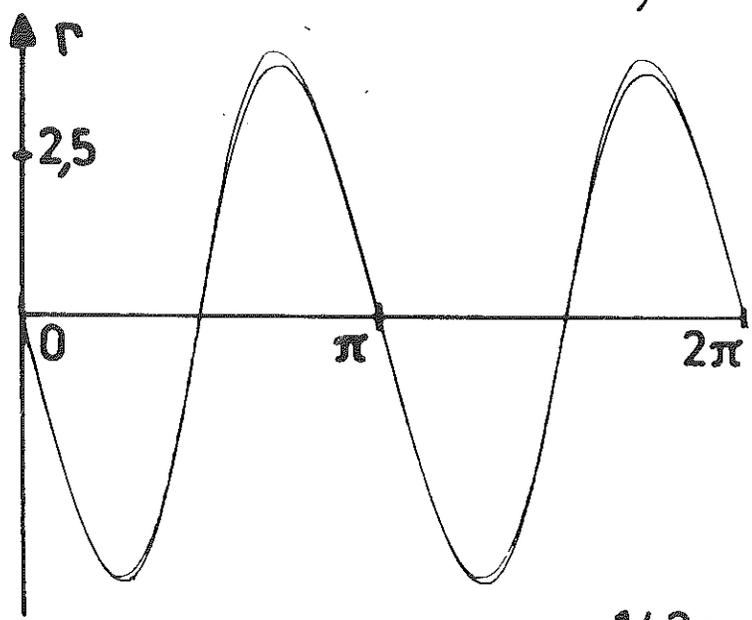
β) Pour  $H \sim H_K$  on détecte une déformation du  $\sin 2 \phi$  ; cela vient du fait que le vecteur aimantation tourne encore, mais après un certain retard sur le champ. En effet, on voit apparaître sur les courbes [d-e-f-g] le maximum du couple pour le champ appliqué faisant un angle supérieur à  $\frac{\pi}{4}$  . C'est-à-dire que l'angle  $\alpha - \phi$  devient appréciable ; d'où une plus faible pente aux environs de la direction facile (pour  $\phi = 0$  et  $\pi$ ).



Courbes de couple montrant l'hysteresis de torsion d'un film de permalloy de 1600 Å d'épaisseur

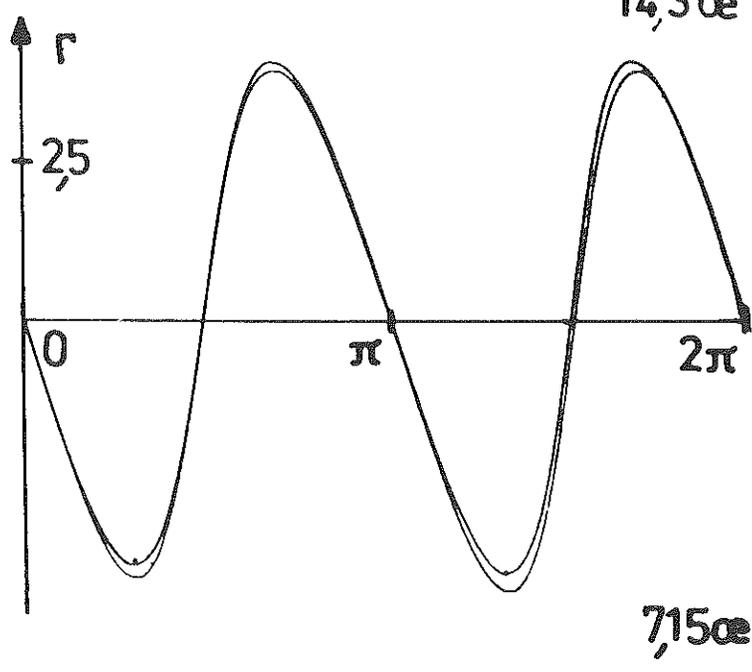
107,5 oe

a



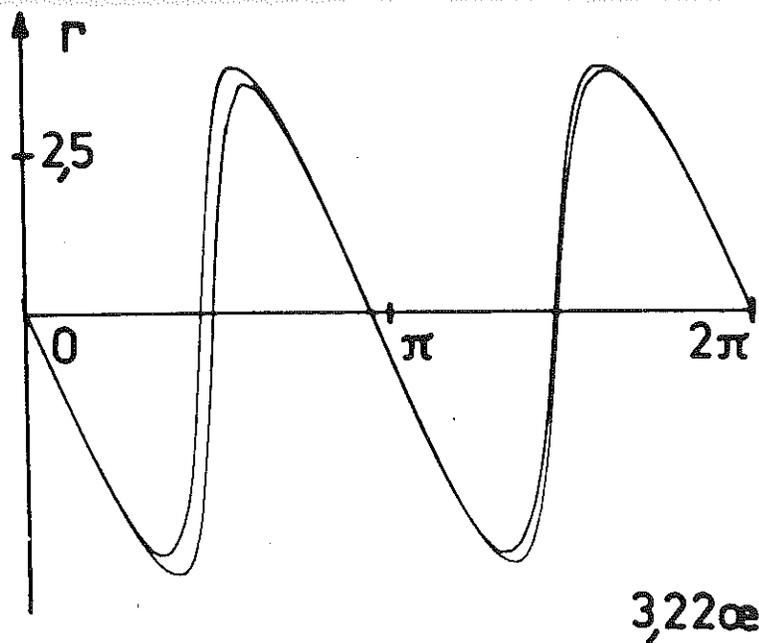
14,3 oe

b



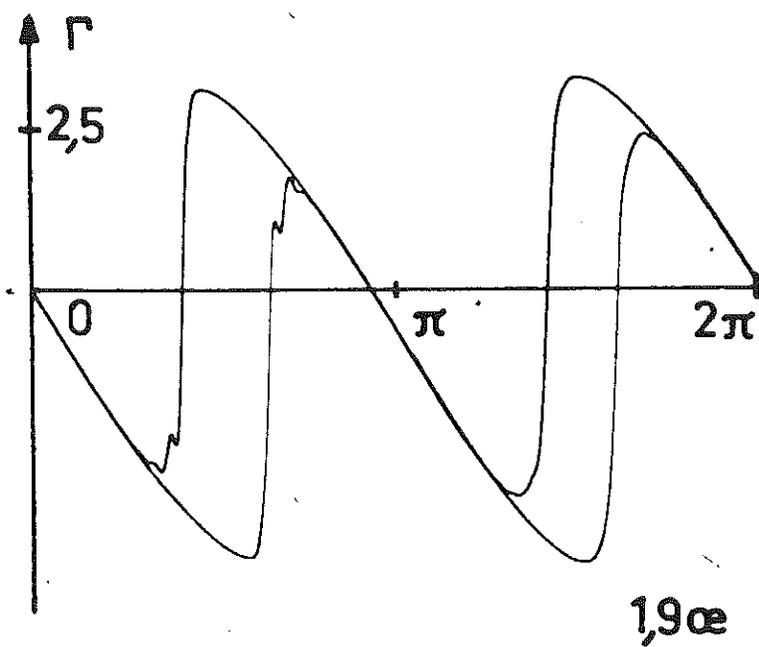
7,15 oe

c



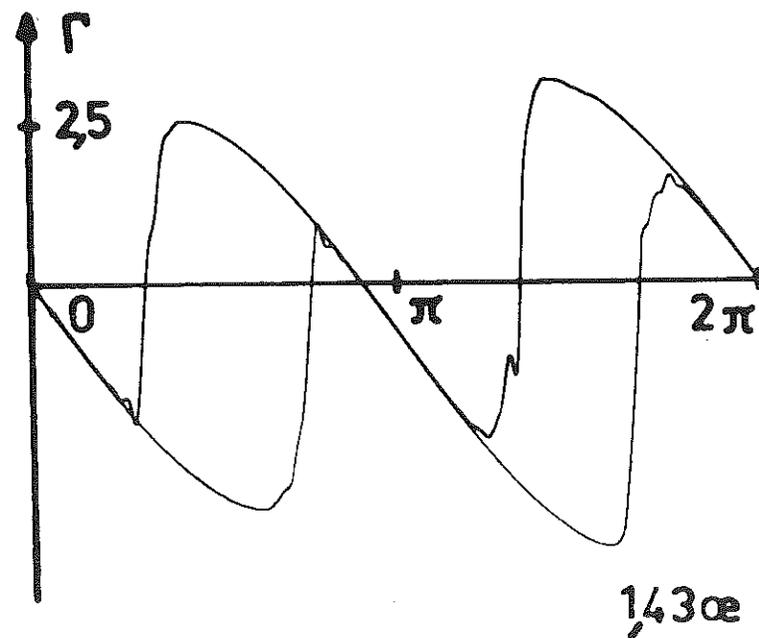
3,22αε

d



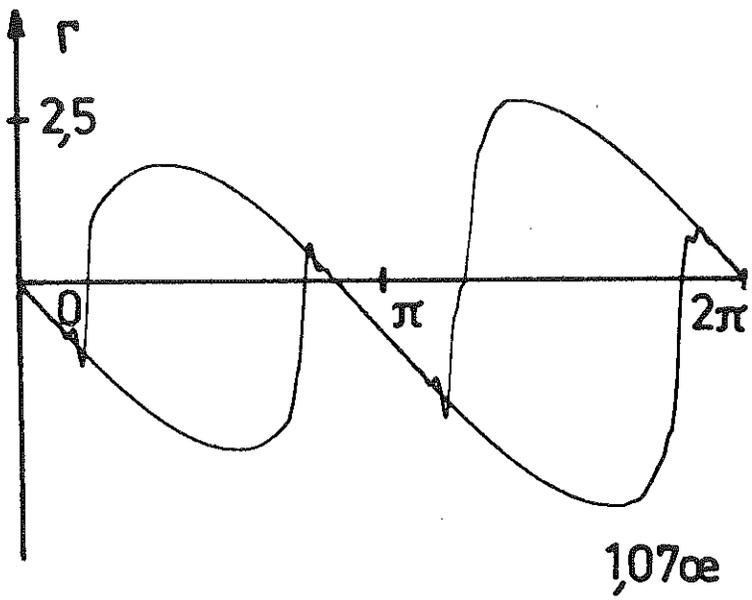
1,9αε

e

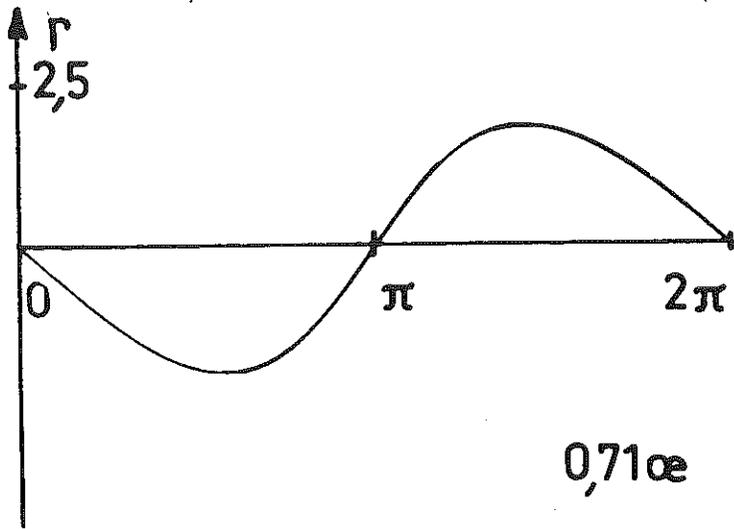


1,43αε

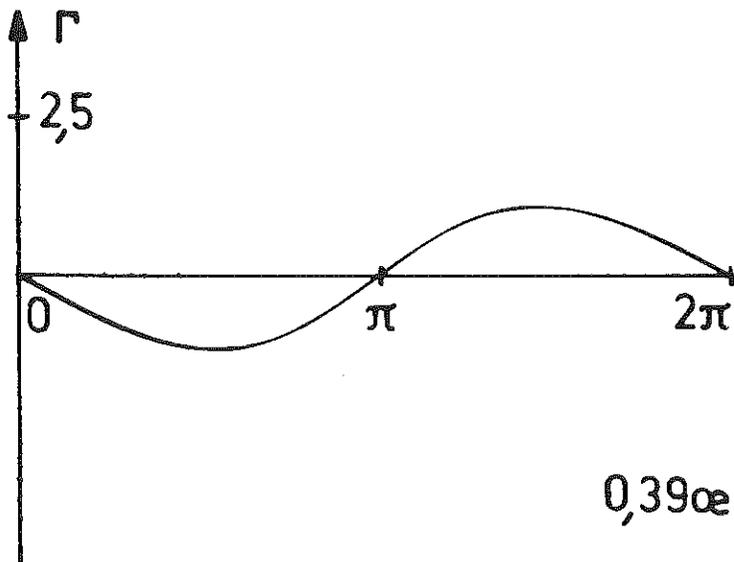
f



g



h



i

De plus, l'hystérésis de rotation apparaît dès la courbe [d], soit pour un champ de 3,22 Oe.

γ) Pour des champs très faibles, on détecte le signal dû à l'aimantation rémanente :  $\Gamma = -\vec{M}_r \vec{H} \sin \lambda$ , car la couche mince se comporte alors comme un simple aimant, le vecteur aimantation ne bougeant plus dans la couche. [courbes h-1]. L'hystérésis de rotation a alors disparu.

### 8.3.2 - Constante d'anisotropie :

On choisit une courbe de couple obtenu à fort champ

[courbe a]  $\Gamma = -K \sin 2 \phi$

pour  $\phi = \frac{\pi}{4}$   $\Gamma = -K$

et comme  $\Gamma_m \rightarrow 22 \text{ div à } 0 \Omega$ .  $\Gamma_{\max} = 220 \times 1,92 \cdot 10^{-4}$

Comme le volume est de  $V = 3,02 \cdot 10^{-5} \text{ cm}^3$

on obtient

$K = 1400 \text{ ergs/cm}^3$
------------------------------

N.B. Pour un champ plus fort le couple obtenu ne changera pas. C'est pourquoi dès l'apparition du couple en  $\sin 2 \phi$  sans déformation on appelle ce couple  $\Gamma_{\phi}$ .

### 8.3.3. Aimantation rémanente :

Avec l'équation  $\Gamma = \vec{M} \vec{H} \sin (\alpha - \phi)$

pour  $\vec{H}$  très faible  $\phi = 0$  ( $\vec{M}$  reste fixe)

et pour  $\alpha = \frac{\pi}{2}$ , on a  $\Gamma = -M_r H$

D'où  $M_r = \frac{\Gamma_{\max}}{H V}$

Pour 0,39 Oe on a  $\Gamma_0 = 9 \text{ mm}$

Les enregistrements ont été faits avec la sensibilité  $S = 71$

$\rightarrow \Gamma_0 = 10,86 \cdot 10^{-3} \text{ dyne cm}$

et  $M_r = \frac{\Gamma_0}{VH} = 910 \text{ gauss}$

$M_r = 910 \text{ gauss}$
---------------------------

### 8.3.4 - Perte par hysteresis de rotation :

La perte par hystérésis par unité de volume peut être définie comme suit :

$$- W_r = + \frac{1}{2} \int_0^{360} \Gamma d\alpha - \int_{360}^0 \Gamma d\alpha = \int_0^{360} \Gamma d\alpha$$

si on normalise la perte  $\frac{W_r}{k}$  comme une fonction de  $h = \frac{H}{H_k}$

( $H_k$  étant le champ d'anisotropie qui par définition est le champ nécessaire pour saturer la lame dans la direction perpendiculaire à l'axe facile). La courbe résultante sera la même pour les films du même modèle.

D'après l'étude de  $\Gamma$  en fonction du champ [courbes a.b.c.d.e.f.g.h.i.] on peut mesurer graphiquement l'aire du cycle, et

$$\frac{W_r}{k} = \frac{\text{aire d'un cycle}}{\Gamma_{\text{max}}}$$

On trouve une hystérésis approximativement nulle pour des champs compris entre 0 et  $\frac{H_k}{2}$ , maximum pour  $H = \frac{H_k}{2}$  et de nouveau approximativement nulle pour  $H > H_k$  (courbe d).

### 8.3.5 - Aimantation à saturation et champ coercitif :

On place le film verticalement, on repère la direction du film en appliquant  $H$  de manière à ce que le couple soit nul. On repère cette position et l'on effectue une rotation du champ d'un angle  $< 10^\circ$ , soit  $\alpha = 8^\circ$ .

On aura alors, pour des champs croissants, un couple toujours croissant puisque dans ce cas la relation entre  $\Gamma_c$  et  $H \alpha$  est linéaire (Fig.17).

$$\begin{aligned} \Gamma_c &= - M_S H \alpha \sin \alpha \\ \Gamma_c &= M_S H \alpha \sin \alpha \end{aligned}$$

Sur cette figure, pour des champs forts deux droites apparaissent suivant le sens du champ ; ces deux droites ne sont pas symétriques par rapport à l'axe  $\Gamma_c$  à cause d'un champ parasite existant au niveau de l'échantillon. Ce champ parasite créé un couple  $\Gamma_p$ , soit positif, soit négatif, suivant l'orientation de l'aimantation. De plus, le zéro électrique ne correspondant pas au zéro mécanique, nous avons encore en plus  $\Gamma_o$ . Donc pour  $\vec{H} = 0$  on a soit  $\Gamma_o + \Gamma_p$ , soit  $\Gamma_o - \Gamma_p$

D'autres points de mesure ont été pris avec des champs plus forts jusqu'à 600 mA soit 21,48 Oe et la pente des droites obtenues est restée constante. L'aimantation  $M_S$  est justement donnée par la pente de la droite  $\Gamma = f(H)$

puisque  $M_S = \frac{\Delta \Gamma}{\Delta H} \frac{1}{\sin \alpha}$  on obtient  $M_S = 907 \text{ gauss}$

Le champ coercitif est obtenu à partir des mêmes courbes (Fig.17). La couche ayant été saturée avec le champ  $\vec{H}$  on applique alors le champ  $-\vec{H}$  depuis 0 Oe jusqu'à  $-\vec{H}$  saturation. On trouve alors une portion de courbe linéaire à pente positive jusqu'à  $H'C_1$ . Ce champ négatif entraîne alors le basculement brutal de l'aimantation et si l'on fait croître ce champ négatif on décrit la portion linéaire [b] à pente négative. Ensuite l'application d'un champ positif depuis  $H = 0$  jusqu'à  $H'C_2$  entraîne de nouveau le basculement de l'aimantation et l'on se retrouve sur la droite [a] à pente positive.

Malgré les couples parasites  $\Gamma_o$  et  $\Gamma_p$ , la manipulation est valable puisque nous avons pu tracer l'axe de champ réel en pointillé, il passe par le point  $[0, \Gamma_o]$

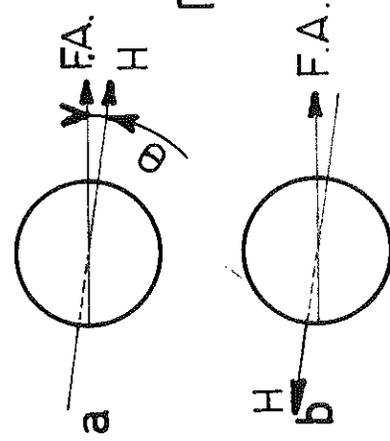
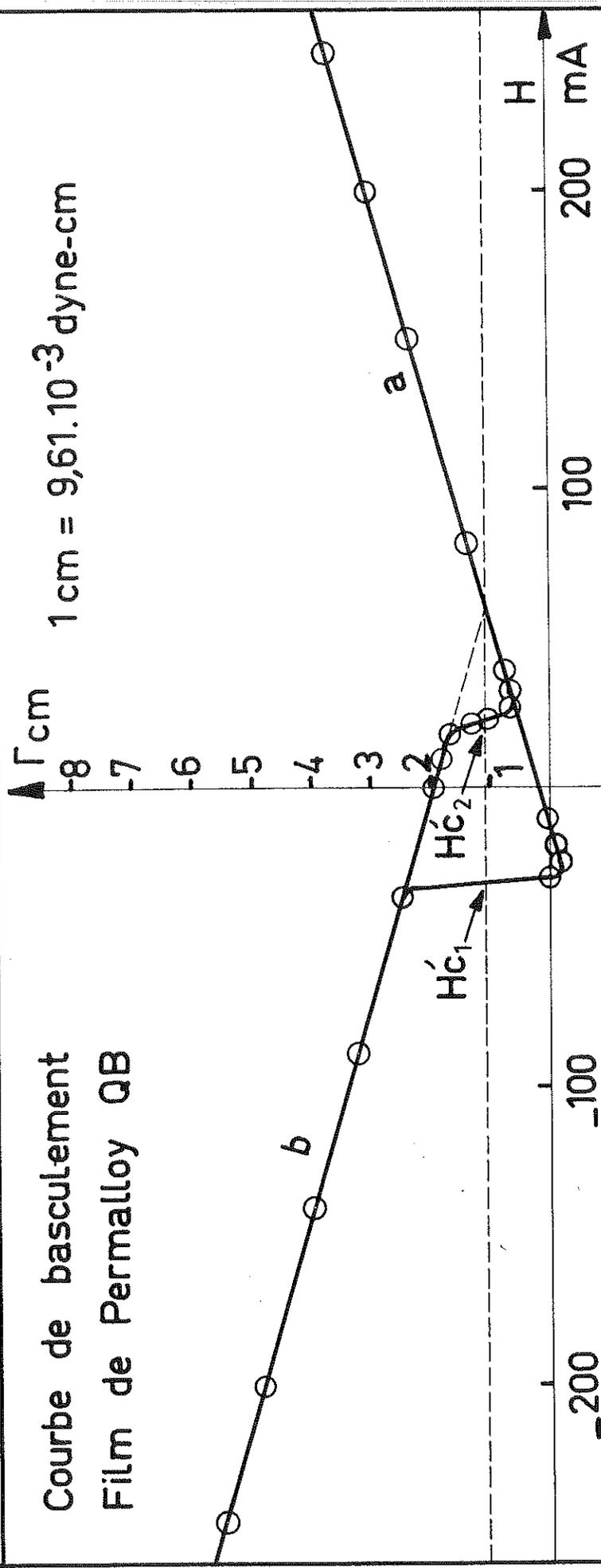
D'ailleurs, le champ parasite ne gêne en rien pour connaître le vrai champ coercitif car

$$H'_c = \frac{H'_{c1} + H'_{c2}}{2} \quad \rightarrow \quad \text{H}_c = 0,97 \text{ Oe}$$

et  $H_c = H'_c \cos \alpha$

Courbe de basculement  
Film de Permalloy QB

1 cm =  $9,61 \cdot 10^{-3}$  dyne-cm



$\Gamma = M.H.\sin\theta.V$

- $M_s = 907$  gauss
- $H_c = 0,97$  Oe
- $H_k = 308$  Oe
- $M_r = 910$  gauss
- $K = 1400$  erg/cm<sup>3</sup>

fig.17

1000mA  $\rightarrow$  35,8 Oe

### 8.3.6 - Champ coercitif d'un film de permalloy à basse température :

Nous avons aussi étudié l'influence de la température sur le champ coercitif  $H_c$ , pour un film de permalloy (Fig.18)

On constate une augmentation de  $H_c$  de 1,5 à 1,9 Oe entre 20°C et -185°C .

De plus, le basculement à basse température a lieu beaucoup plus lentement ; on a relevé des temps de basculement de l'ordre de quelques secondes. Ce basculement lent entraîne un cycle d'hystérésis qui n'est plus rectangulaire ; cela a aussi été détecté sur l'hystériscope à basse température. L'augmentation du champ coercitif ainsi que la non-rectangularité du cycle sont liées :

- d'une part aux tensions internes qui peuvent se créer à basse température,
- d'autre part à l'anisotropie cristalline qui augmente à basse température et qui entraîne une augmentation de la dispersion.

### 8.3.7 - Champ d'anisotropie :

Il a été défini par le champ nécessaire pour saturer la lame dans la direction difficile et cela a conduit à

$$H_K = \frac{2K}{M_S}$$

Or,  $K$  est obtenu par le couple d'anisotropie  $\Gamma_\alpha$  pour un champ infini,

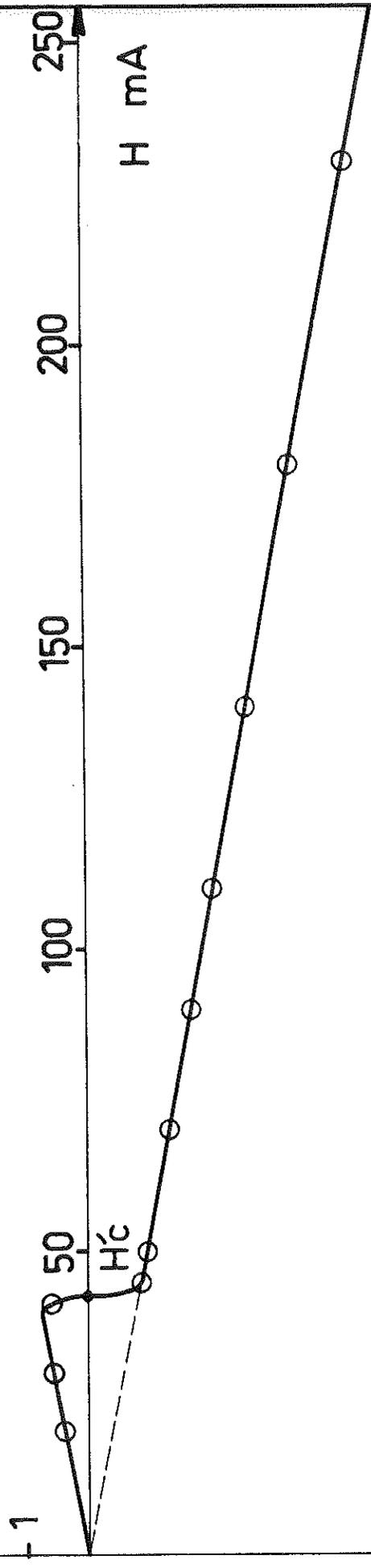
et  $M_S$  par la formule 
$$M_S = \frac{\Gamma_\alpha}{H_\alpha V \sin \alpha}$$

Donc 
$$H_K = \frac{2K}{M_S} = \frac{2 \Gamma_\alpha}{V} \frac{H_\alpha V \sin \alpha}{\Gamma_\alpha}$$

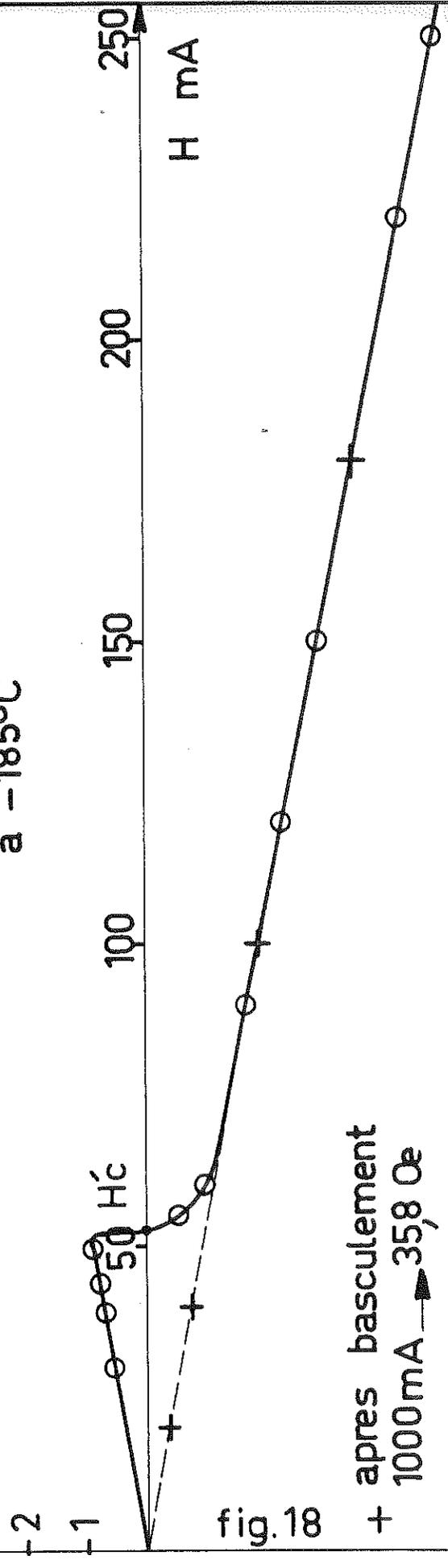
Dans cette formule, on a  $\frac{\Gamma_\alpha}{\Gamma_\alpha}$  ; ce rapport est donc indépendant de l'é-talonnage de la balance et la mesure de  $H_K$  peut être très précise.

$\Delta \Gamma$  Courbes de basculement a 20°C et a -185°C

a 20°C



a -185°C



Pour le film de permalloy étalon Q B on a trouvé :

$$H_K = 3,08 \text{ Oe}$$

8.3.8 - Mesure de l'aimantation d'un film mince de cobalt et de sa constante d'anisotropie - Epaisseur : 750 Å :

Il s'agit de la mesure de l'aimantation rémanente, puisqu'au lieu de faire la manipulation avec la lame verticale, on fait une étude du couple de torsion en fonction du champ, la lame étant horizontale, et ceci pour des champs  $H \ll H_K$  qui n'entraînent pas l'aimantation.

On a  $\Gamma = M_r V H \sin \phi$

et pour différents champs on a  $\Gamma_{1 \text{ max}} = V H_1 M_r$

$$\Gamma_{2 \text{ max}} = V H_2 M_r$$

et l'on a tracé  $\Gamma = f(H)$

$$\text{et } M_r = \frac{\Delta \Gamma}{\Delta H} \cdot \frac{1}{V}$$

Le cycle à la température ambiante d'un film de cobalt étant rectangulaire

on a  $M_r \simeq M_S$

On a relevé une droite jusqu'à 14 Oe. (Fig.19)

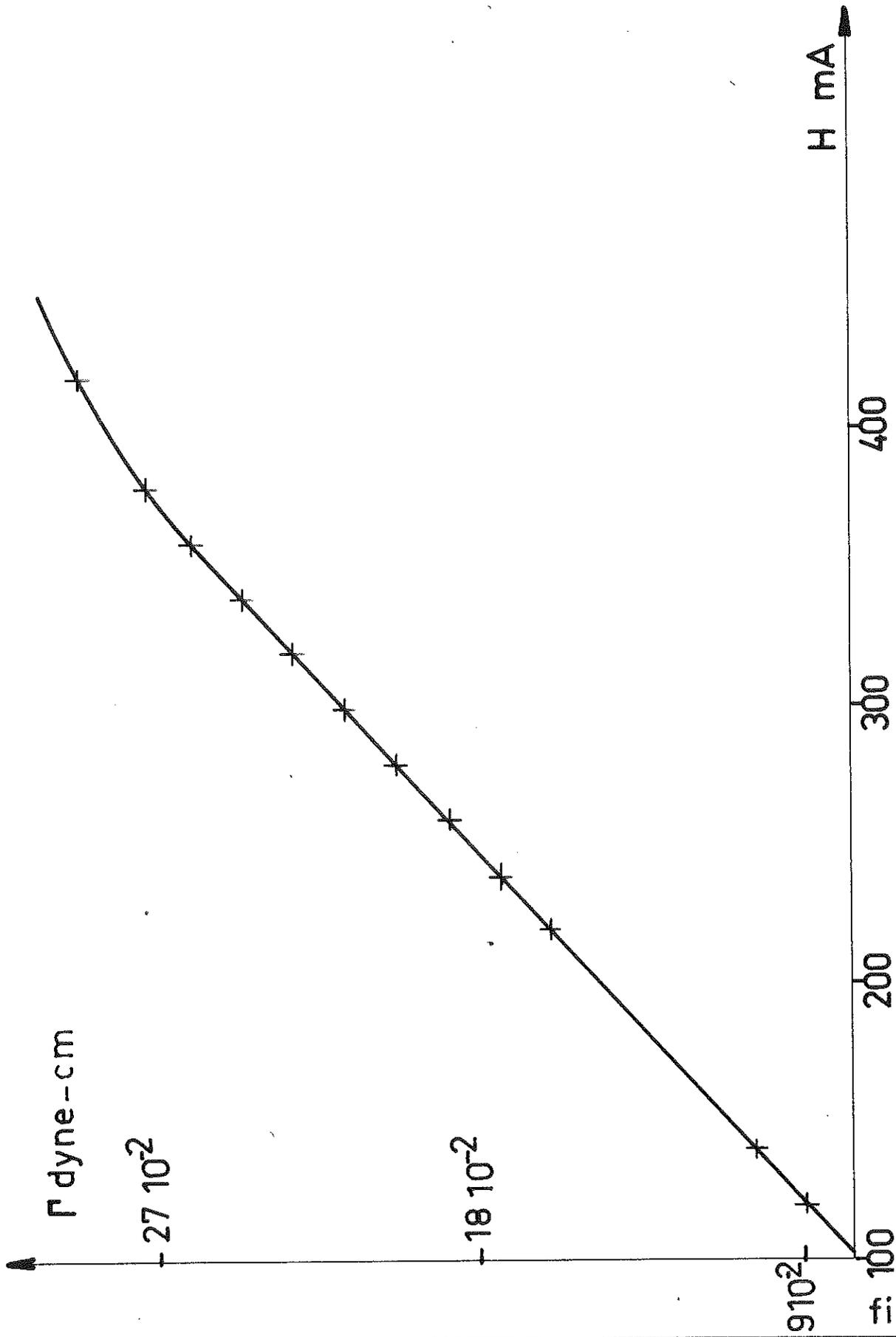
et on trouve

$$M_r = 1408 \text{ gauss}$$

Avec un champ de 100 Oe, la courbe se transforme en  $\sin 2 \phi$ . C'est le couple d'anisotropie qui apparaît. On en déduit la constante d'anisotropie du cobalt

$$K \simeq 12 \text{ 000 erg/cm}^3$$

Ces manipulations montrent les possibilités de la balance ; d'ailleurs, nous avons entrepris à l'aide des échantillons de O. Massenet et de Mme C. Schlenker d'autres manipulations, notamment sur l'étude des couplages ferromagnétiques-ferromagnétiques et ferromagnétiques-antiferromagnétiques.



Mesure d'aimantation du Cobalt

1000mA → 3580e

CHAPITRE IX

MESURES SUR DES FILMS A COUCHES MULTIPLES

9.1 - Mesure de l'énergie superficielle de couplage entre deux couches ferromagnétiques séparées par une épaisseur de palladium :

- 1ère couche : 1000 Å de FeNi
- 2ème couche : 550 Å de Pd
- 3ème couche : 750 Å de Co

Lors de la préparation de la lame couplée, il a été préparé sur deux autres lames :

- 1) Une couche de Co seul, de même épaisseur (1000 Å)
- 2) Une couche de FeNi seul, de même épaisseur (750 Å)

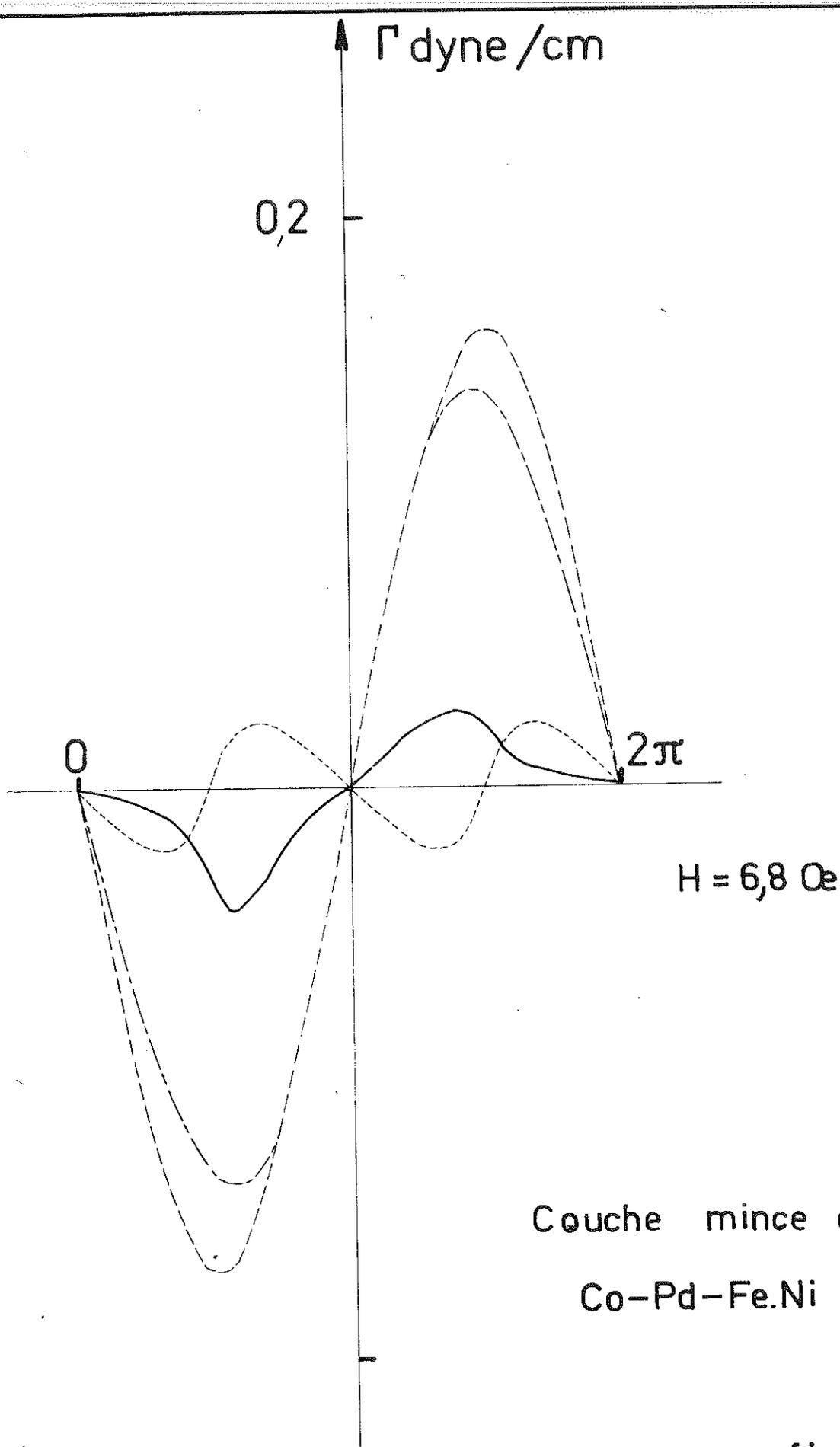
A la balance, nous avons étudié les courbes de couples de ces trois échantillons, à un champ inférieur au champ d'anisotropie du cobalt.

$$H = 6,8 \text{ Oe}$$

Sur la figure 20 les courbes pointillées correspondent aux mesures enregistrées à la balance sur la sensibilité  $S = 66$

- 1) Le tracé  correspond à la couche couplée ; on détecte un signal en  $\sin \phi$  déformé.
- 2) Le tracé mixte  correspond à l'aimantation du cobalt, d'où le signal en  $\sin \phi$
- 3) Le tracé  correspond à la couche de FeNi ; cette couche correspond à l'anisotropie du FeNi

$$\text{Soit } |\tau| = K \sin 2\phi$$



3cm = 0,2 dyne / cm

fig. 20

La courbe en trait plein a été obtenue après soustraction des courbes 2 et 3 à la courbe 1 ; c'est la courbe de variation du couple exercé entre les deux aimantations des deux couches ferromagnétiques, du fait de leur couplage : courbe grossièrement en  $\sin \theta$  qui fait apparaître une énergie de couplage en fonction de l'angle  $\theta$  des deux aimantations variant en  $\cos \theta$  .

Le couple maximum dû au couplage est de  $3,36 \cdot 10^{-2}$  dyne cm et entraîne une énergie superficielle de couplage  $K$  tel que  $E = K S \cos \theta$

$$\Gamma_{\max} = K S \qquad K = \frac{\Gamma_{\max}}{S} = 1,8 \cdot 10^{-2} \text{ erg/cm}^2$$

De plus  $K = h \cdot J \cdot e$

- e épaisseur du FeNi
- J aimantation du FeNi
- h champ de couplage

On peut alors en déduire la valeur du champ de couplage

$$h = \frac{K}{Je} \longrightarrow \boxed{h = 2 \text{ Oe}}$$

valeur satisfaisante puisqu'au mesureur de cycle par effet Kerr on trouve 2,2 Oe.

9.2 - Mesure du couplage ferromagnétique-antiferromagnétique sur une couche mince de structure Fe-Ni + Mn : Le manganèse

a été évaporé sur Fe-Ni à 350°C.

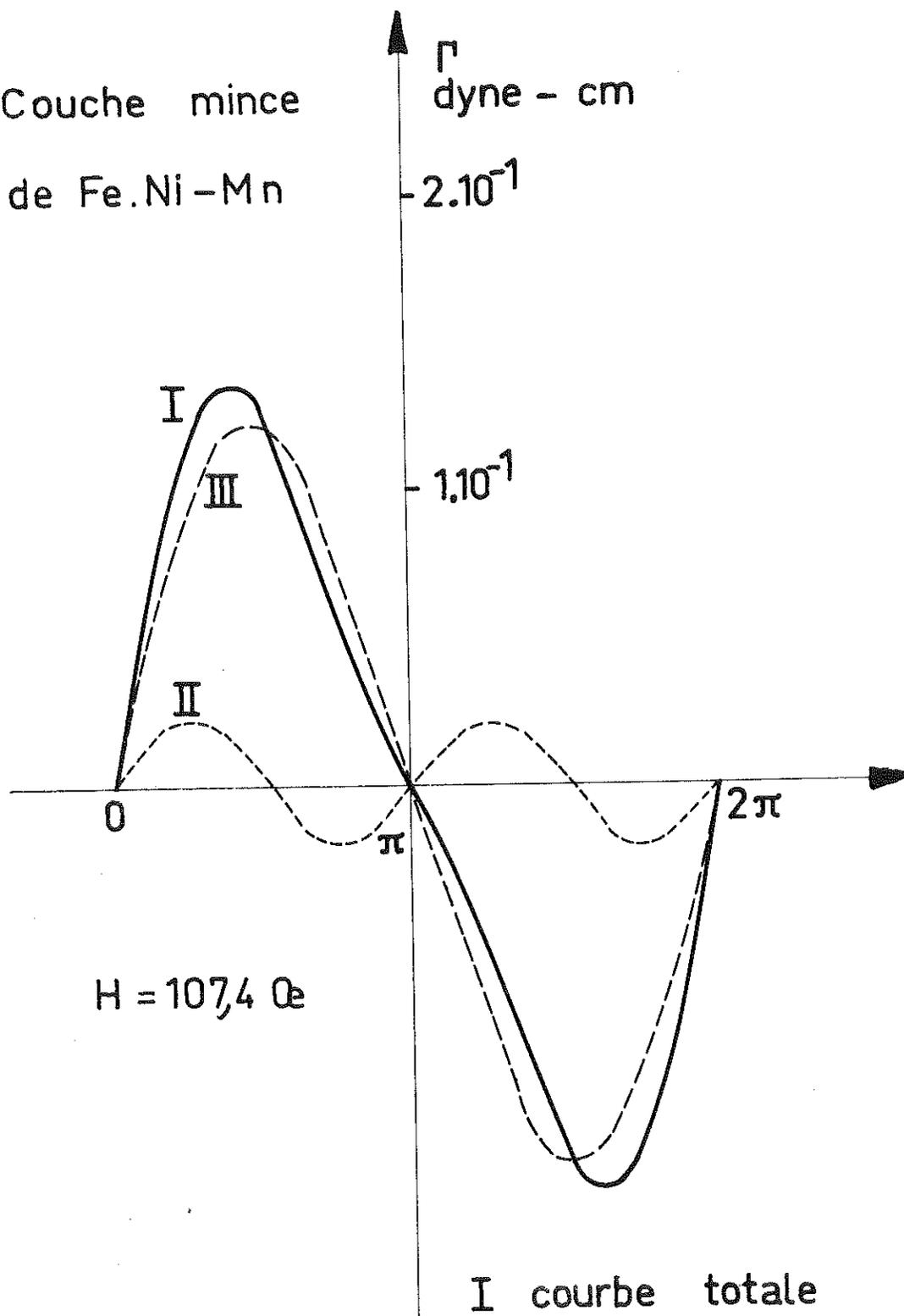
FeNi	750 Å
Mn	250 Å

De plus, une couche de 750 Å de Fe-Ni a été préparée pendant l'évaporation de la lame couplée.

La figure 21 comprend :

- la courbe I relative à la courbe de la lame couplée
- la courbe II relative à l'anisotropie du Fe-Ni
- la courbe III obtenue par soustraction de II à I qui représente le couplage et qui est en  $\sin \theta \longrightarrow E$  en  $\cos \theta$  .

Couche mince  
de Fe.Ni-Mn



$H = 107,4 \text{ Oe}$

I courbe totale  
II anisotropie Fe\_Ni  
III couplage ferro\_antiferro.

fig. 21

On trouve alors pour l'énergie superficielle de couplage

$$K = 6,6 \cdot 10^{-2} \text{ erg/cm}^2$$

$$\text{et } h = \frac{K}{J_e} \quad h = 9,8 \text{ Oe}$$

J aimantation du FeNi

Par effet Kerr au traceur de cycle il a été trouvé 10,4 Oe .

9.3 - Mesure de la variation du flux avec la température pour une couche de Co-Pd-Co :

Co	-	Pd	-	Co
180 Å	-	1000 Å	-	180 Å

Sur la figure 22, on a détecté une variation importante du flux en utilisant la mesure d'aimantation exposée précédemment.

A  $-180^\circ\text{C}$  l'aimantation augmente, ce qui prouverait la formation d'alliages Co-Pd dont l'aimantation s'accroît fortement lors du refroidissement. Le couple est donné en unité arbitraire puisqu'il s'agit d'une mesure qualitative.

9.4 - Mise en évidence de la diffusion du Mn dans le FeNi par diminution de l'aimantation spontanée après différents recuits : Là encore on utilise la mesure de l'aimantation.

Sur la figure 23,

la droite I correspond à la couche de FeNi sans Mn

la droite II correspond à la couche de FeNi + Mn (750 Å) évaporée à  $350^\circ\text{C}$

la droite III correspond à II après plusieurs recuits.

Il y a donc eu formation d'alliages antiferromagnétiques, ce qui crée la diminution de l'aimantation.

La diminution de pente de 27 % entraîne une profondeur de diffusion de 190 Å .

Le couple est donné en unité arbitraire.

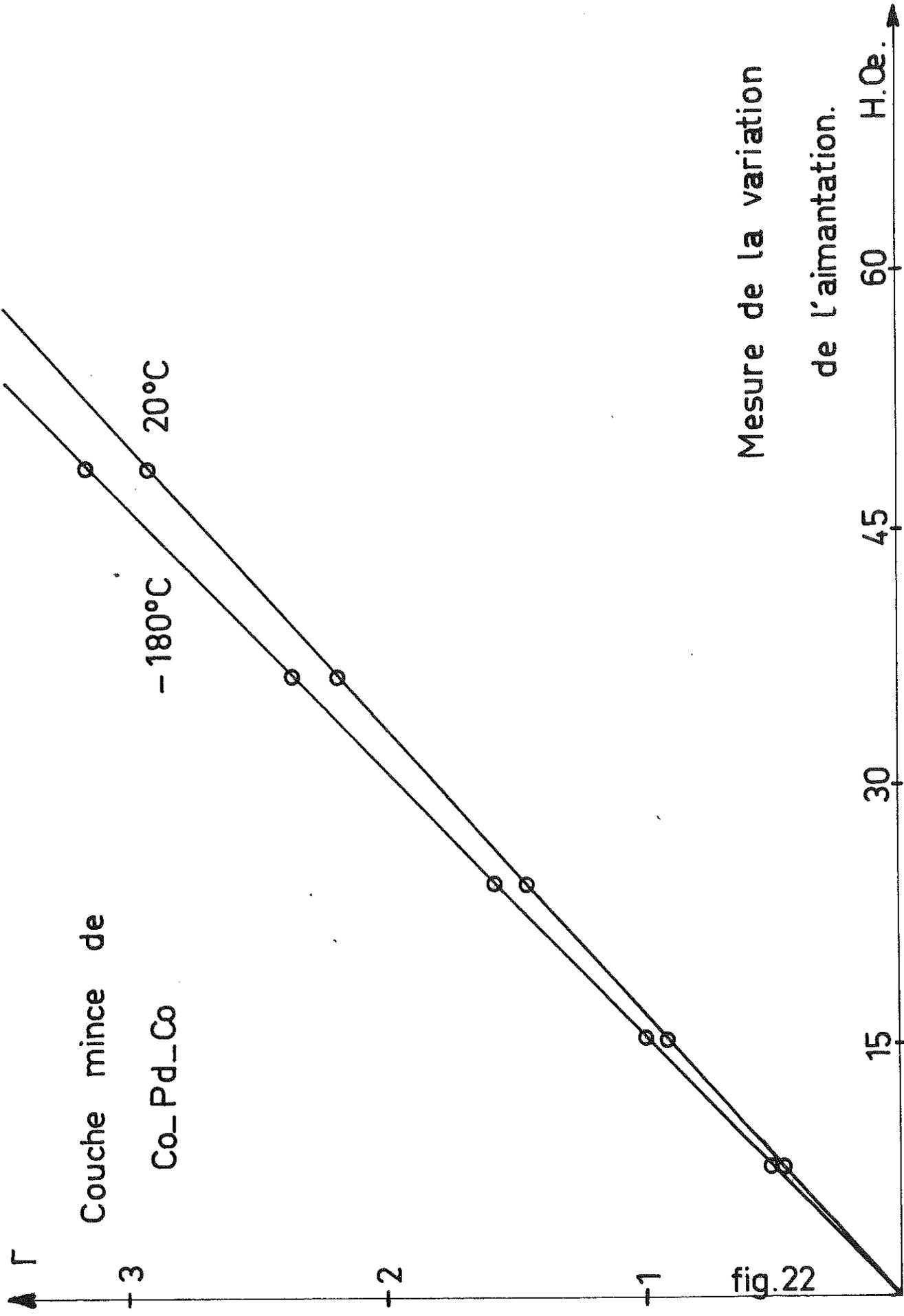


fig.22

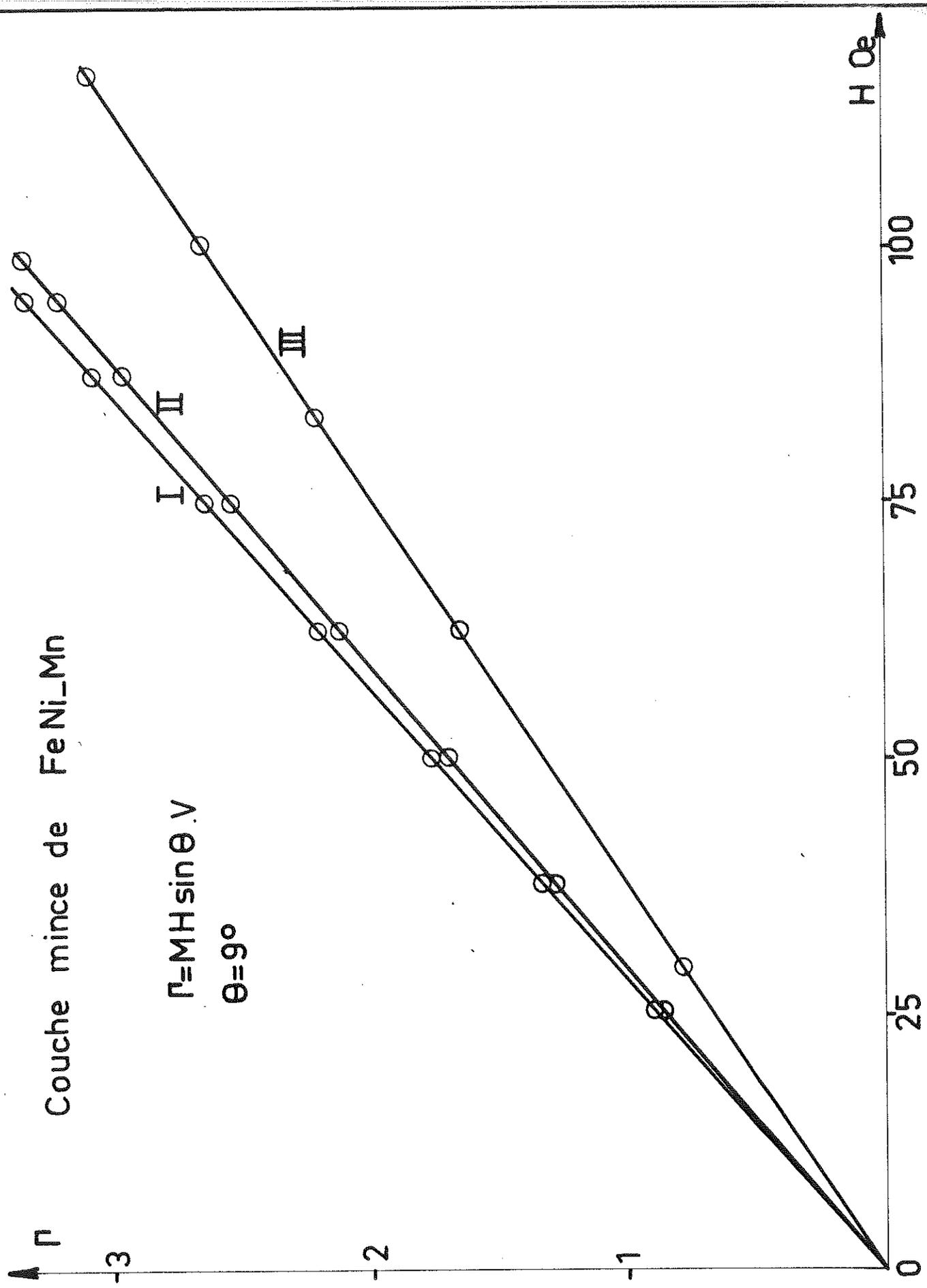


fig. 23

9.5 - Mesures du couplage ferromagnétique-antiferromagnétique et de l'hystérésis de rotation d'une couche mince de cobalt oxydé :

Introduction : Si l'on oxyde des couches minces ferromagnétiques de cobalt, on s'attend à obtenir un film d'oxyde  $\text{CoO}$  antiferromagnétique, à point de Néel de  $18^\circ\text{C}$ . On s'attend donc à mettre en évidence, à basse température, des phénomènes de couplages ferromagnétiques-antiferromagnétiques se manifestant par

- un cycle d'hystérésis dissymétrique
- une courbe de couple magnétique comprenant une forte composante de Fourier en  $\sin \theta$
- une forte hystérésis de rotation ne disparaissant pas dans les champs forts.

A la balance, nous avons donc étudié ces deux derniers points.

9.5.1 - Etude du couple d'anisotropie magnétique à la balance de torsion :  
(Fig. 24)

a) A la température ambiante,  $20^\circ\text{C}$ , on relève un couple magnétique uniaxial, donc en  $\sin 2\theta$ .

C'est le couple d'anisotropie du cobalt  $\Gamma = K V \sin 2\theta$

On relève  $K V = 0,33$  dyne cm

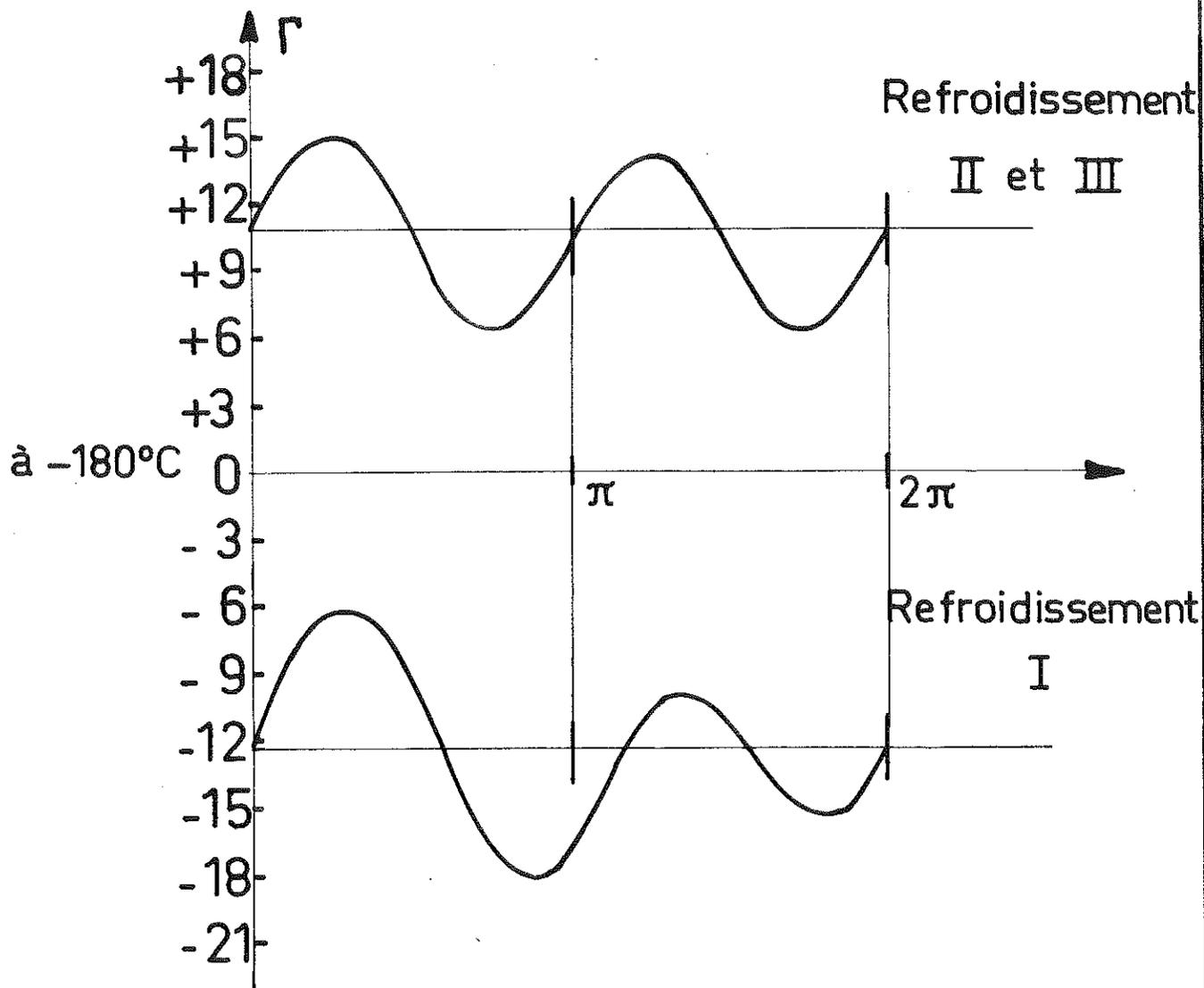
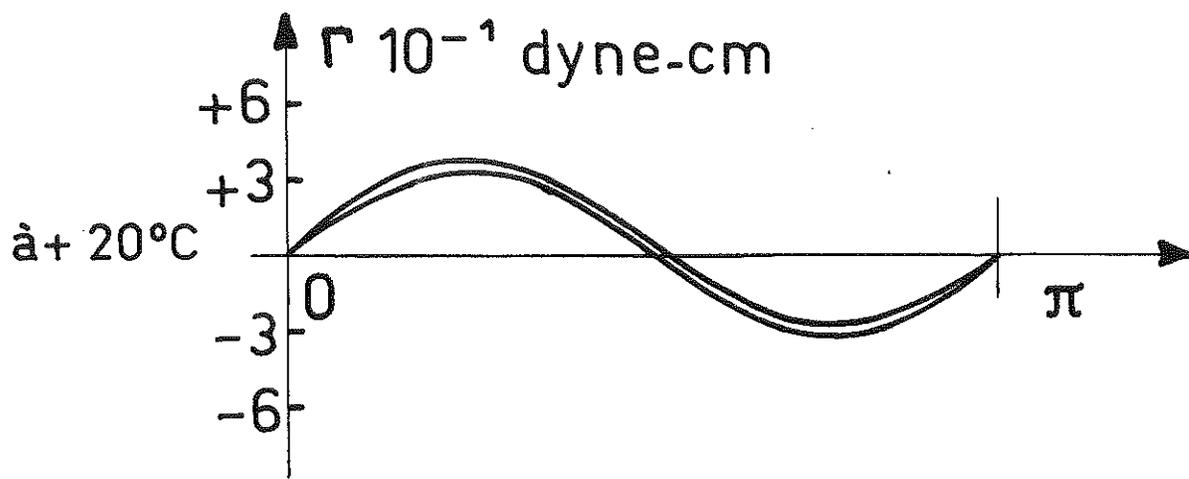
L'épaisseur de la couche étant de  $1160 \text{ \AA}$   $\rightarrow V = 2,2 \cdot 10^{-5} \text{ cm}^3$

$$K = \frac{0,33}{0,22 \cdot 10^{-4}} = \frac{0,33}{0,22} \cdot 10^4 = 12\ 000 \text{ erg/cm}^3$$

et on a comme champ d'anisotropie  $H_K = \frac{2K}{M_S}$

Comme l'aimantation du cobalt est de 1400 gauss  $\rightarrow H_K = 21,2 \text{ Oe}$

b) A basse température,  $-180^\circ\text{C}$  il existe deux possibilités suivant le mode de refroidissement employé.



Couple d'anisotropie d'une couche mince de  
Cobalt oxydé.  $H = 358 \text{ Oe.}$

fig.24

Refroidissement I : La lame de cobalt est saturée à température ambiante dans la direction facile et reste saturée pendant le refroidissement (ce qui est réalisé plus sûrement en appliquant un champ continu de quelques centaines d'Oe, parallèle à l'axe facile pendant le refroidissement, bien que ce ne soit pas indispensable).

La courbe obtenue est la superposition d'une composante uniaxiale et d'une composante unidirectionnelle.

$$\Gamma = K V \sin 2 \theta + K_u V \sin \theta + \Gamma_0 \quad (\Gamma_0 \text{ étant dû à l'hystérésis de rotation})$$

L'enregistrement nous permet d'en déduire  $K_u V$  et  $KV$

$$\begin{aligned} \text{On trouve } K_u V &= 0,225 \text{ dyne cm} \longrightarrow K_u = 11\,000 \text{ erg/cm}^3 \\ K V &= 0,42 \text{ dyne cm} \quad \text{et pour l'énergie superficielle de} \\ &\quad \text{couplage } \frac{K_u V}{S} = 0,125 \text{ erg/cm}^2 \end{aligned}$$

Les spins de l'oxyde antiferromagnétique se sont donc ordonnés pendant le refroidissement, en fonction de leur interaction avec les spins du cobalt et restent bloqués à basse température, quelle que soit l'aimantation ferromagnétique. On a donc créé une anisotropie unidirectionnelle, dont le sens est déterminé par le sens de l'aimantation du cobalt pendant le refroidissement.

Refroidissement II : L'échantillon est refroidi en présence d'un champ magnétique alternatif appliqué selon la direction facile, suffisant pour faire basculer constamment l'aimantation ferromagnétique. Le couple relevé est alors uniaxial.  $\Gamma = \Gamma_0 + K V \sin 2 \theta$ . Tout se passe comme si les spins dans l'antiferromagnétique voyaient une aimantation moyenne nulle dans le temps, et par conséquent, s'orientaient au hasard. Néanmoins l'hystérésis de torsion existe toujours ainsi que le couplage, mais à l'échelle microscopique seulement.

Refroidissement III : La lame est préalablement désaimantée à 20°C et refroidie à l'état désaimanté, en l'absence de tout champ magnétique. Le couple est aussi dans ce cas uniaxial, puisque l'antiferromagnétique s'est orienté sur une aimantation globale nulle. Le couplage ne se manifeste pas globalement, mais il existe à l'échelle microscopique.

9.5.2 - Etude de l'hystérésis de rotation : (Fig. 25)

Pour cette étude nous avons utilisé la même lame de cobalt oxydé.

a) A 20°C on a une courbe présentant un maximum pour un champ approximativement égal à  $H_K$  et qui décroît rapidement vers zéro pour les champs forts.

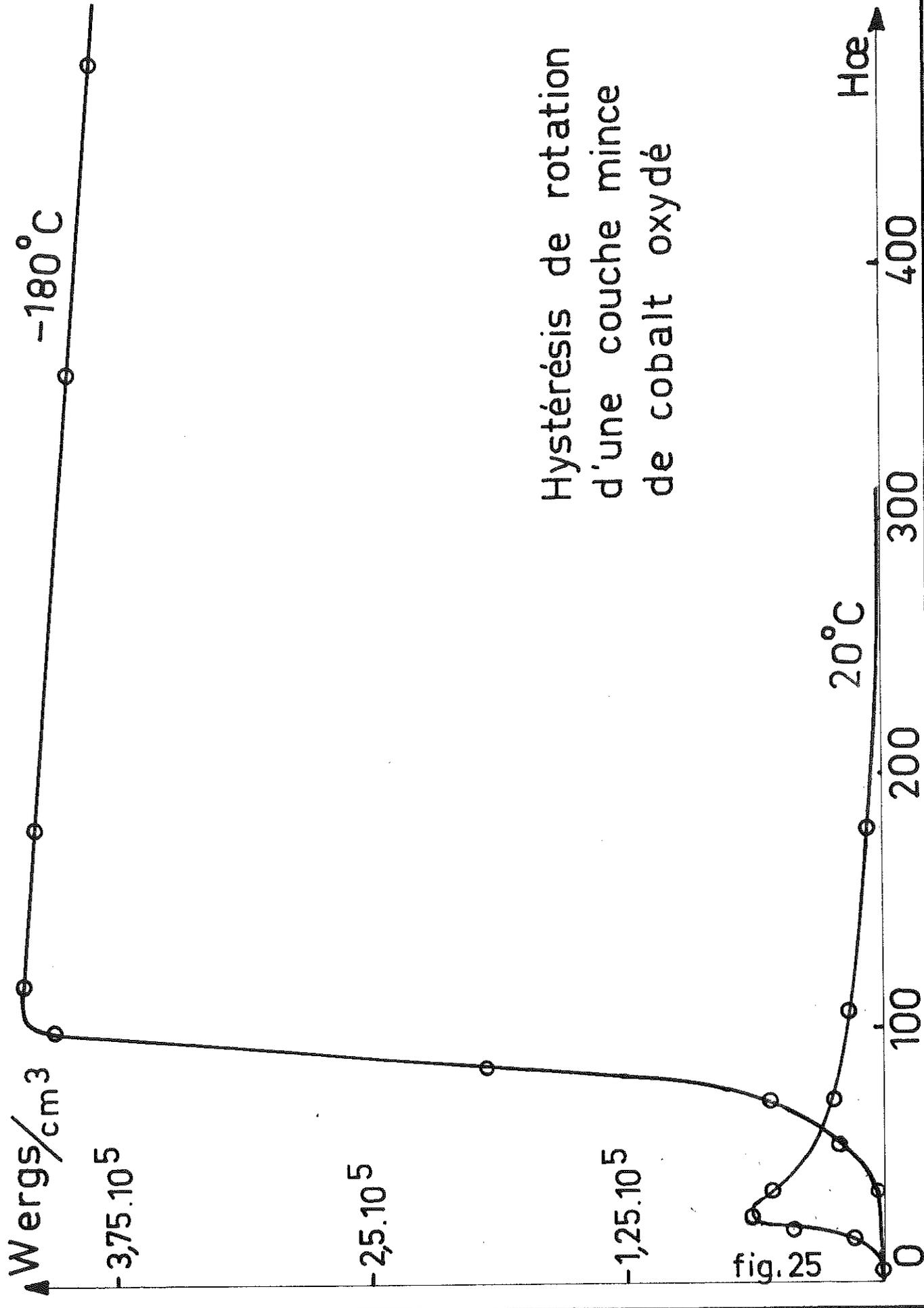
b) A -180° on constate que l'hystérésis de torsion est très forte et décroît très peu avec le champ pour  $H > 100$  Oe.

On pense que cette hystérésis, comme l'anisotropie unidirectionnelle, est due à l'oxyde de cobalt antiferromagnétique. Elle persiste, quel que soit le mode de refroidissement, ce qui est normal puisque si le couplage n'existe plus à l'échelle macroscopique il existe à l'échelle microscopique.

Une explication de l'hystérésis de rotation peut être donnée en admettant que l'aimantation du cobalt suit le champ  $H$  appliqué avec un léger retard. Si  $\alpha$  représente ce retard, on a un couple

$$\Gamma_0 = M H \sin \alpha$$

Si le retard est constant,  $\Gamma_0$  est constant. De plus,  $\Gamma_0$  change de signe quand on change le sens de rotation du champ. Néanmoins, ce modèle ne tient pas compte de l'action des spins antiferromagnétiques qui sont peut-être la cause de cette hystérésis de rotation qui subsiste aux champs forts.



Hystérésis de rotation  
d'une couche mince  
de cobalt oxydé

fig. 25

## CONCLUSION

---

Nous avons réalisé une balance de torsion d'une sensibilité de 10 dynes cm à  $5 \cdot 10^{-5}$  dynes cm. Le champ magnétique de mesure peut varier entre 0 et 1700 Oe environ.

L'appareil construit nous a permis d'obtenir d'excellents résultats dans l'étude des propriétés magnétiques des matériaux en couches minces.

Cette balance permet la mesure du couple de torsion perpendiculaire au plan du film, ainsi que la mesure du couple parallèle à ce plan.

Avec cet appareil, nous avons déterminé des constantes d'anisotropie induite  $K_y$  pour différents matériaux, des aimantations à saturation  $M_s$ . Ces deux données nous ont permis de déterminer le champ d'anisotropie  $H_K$  avec une très bonne précision, puisque la précision d'étalonnage de la balance n'intervient pas dans le rapport  $\frac{2K}{M_s}$ .

Nous avons pu faire également des mesures d'aimantation rémanente  $M_r$ , des études d'hystérésis de rotation, des déterminations de champ coercitif. Notre balance nous a également été utile dans les recherches sur les couplages ferromagnétiques-ferromagnétiques et les couplages ferromagnétiques-antiferromagnétiques, etc... Elle constitue un complément aux appareillages existant dans le laboratoire :

- hystériscope (à température ambiante et à basse température)
- montages d'effet Kerr.

Quelques modifications doivent être apportées au montage décrit dans ce mémoire pour pouvoir effectuer des mesures entre la température ambiante et 600°C environ.

De plus, il semblerait intéressant de réaliser avec cet appareillage un traceur de cycles à très basses fréquences (T.B.F.) (de quel-

ques dixièmes d'Hertz à une dizaine d'Hertz). Il suffit d'adjoindre à la balance un champ magnétique variable à T.B.F. et un enregistreur X-Y.

En effet, dans le cas des films de cobalt oxydé, une étude à T.B.F. semble particulièrement intéressante, à cause des variations du champ coercitif obtenues à la balance après plusieurs basculements.

B I B L I O G R A P H I E

---

- 3 BOYD E.L., I.B.M. J. Res. Dev. (1960) 4, p.116
- 14 de CARFORT F., cours d'automatisme professés à la Faculté des Sciences et à l'Institut Polytechnique de Grenoble (1962) chap.IX
- 12 DECAULNE P., GILLE J.C., PELEGRIN M.,  
les organes des systèmes asservis (Dunod, Paris) (1957) p.133
- 4 DOYLE W.O., RUDISILL J.E., SHTRIKMAN S.,  
J. Appl. Phys. U.S.A. (1961) 32, p.1785
- 9 GRAHAM G.D. Jr., LOMMEL J.M.,  
J. Appl. Phys. U.S.A. (1961) 32, p.835
- 5 HUMPHREY F.B., JOHNSTON A.R., Jet Propulsion Laboratory (JPL) -  
California Institute of Technology, Pasadena, California (1962)  
Technical Report N° 32-321
- 10 KAMBERSKY V., MALEK Z., KACZER J.  
Czech. J. Phys. (1961) 11, N° 5, p.369
- 6 NEEL L., C.R. Acad. Sci., Fr. (1953) 237, p.1468 et 1613
- 2 PENOYER R.F., Rev. Sci. Instr. (1959) 30, p.711
- 13 PERRET R., cours de servomécanismes professés à la Faculté des Sciences et à l'Institut Polytechnique de Grenoble (1962)
- 8 SCHUPPEL W., STEMME O., ANDRA W., MALEK Z.,  
Fiz. met. metalloed (1959) 8, p.837  
Deutsche Übersetzung : Phys. Abh. Sowjetunion (1960) NF 2, p.488
- 11 TAKAHASHI M., WATANABE D., SASAGAWA T., SAITO H., OGAWA S.  
J. Phys. Soc. Japan (1959) 14, p.1459
- 7 TANIGUCHI S., YAMAMOTO M., Sci. Repts. Res. Inst., Tohoku Univ.  
(1954) series A6, p.330 - (1955) series A7, p.269
- 1 WILLIAMS H.J., Rev. Sci. Instr. (1937) 8, p.56

T A B L E D E S M A T I E R E S

-----

	Pages
INTRODUCTION .....	1
CHAPITRE I - COURBE REPRESENTATIVE DU COUPLE DE ROTATION .....	2
CHAPITRE II - DESCRIPTION DE LA BALANCE .....	4
CHAPITRE III - TECHNOLOGIE .....	5
3.1 - Remarques .....	5
3.2 - Causes d'erreurs dans les mesures .....	5
3.3 - Montage .....	7
CHAPITRE IV - MESURE AUTOMATIQUE .....	9
4.1 - Balances déjà existantes, non asservies .....	9
4.2 - Balances existantes, déjà asservies .....	9
4.3 - Utilité d'un asservissement .....	10
4.4 - Diagramme fonctionnel de la balance .....	11
CHAPITRE V - ETUDE DE L'ASSERVISSEMENT .....	16
5.1 - Le pont de cellules .....	16
5.2 - L'amplificateur .....	19
5.3 - Compensation du couple à mesurer .....	22
5.4 - Equipage mobile .....	22
5.5 - Caractéristiques des bobines d'Helmholtz .....	24
CHAPITRE VI - FONCTION DE TRANSFERT .....	26
6.1 - Calcul .....	26
6.2 - Relevé expérimental .....	28
6.3 - Réseau correcteur .....	31

	Pages
CHAPITRE VII - MESURE DU COURANT DE COMPENSATION ET ETALONNAGE DE LA BALANCE .....	36
7.1 - Courant de compensation .....	36
7.2 - Etalonnage .....	38
7.3 - Manipulations à basse température .....	39
CHAPITRE VIII - MESURE DES CARACTERISTIQUES DES FILMS MINCES A LA BALANCE .....	41
8.1 - Mesure de la constante d'anisotropie K .....	41
8.2 - Mesure de l'aimantation .....	42
8.3 - Applications aux couches minces de permalloy .....	43
et de cobalt	
CHAPITRE IX - MESURES SUR DES FILMS A COUCHES MULTIPLES .....	49
9.1 - Mesure de l'énergie superficielle de couplage entre deux couches ferromagnétiques séparées par une é- paisseur de palladium .....	49
9.2 - Mesure du couplage ferromagnétique-antiferromagnéti- que sur une couche mince de structure Fe-Ni + Mn ...	50
9.3 - Mesure de la variation du flux avec la température pour une couche de Co-Pd-Co .....	51
9.4 - Mise en évidence de la diffusion du Mn dans le Fe-Ni par diminution de l'aimantation spontanée après différents recuits .....	51
9.5 - Mesures du couplage ferromagnétique-antiferromagné- tique et de l'hystérésis de rotation d'une couche mince de cobalt oxydé .....	52
CONCLUSION .....	55
BIBLIOGRAPHIE .....	56

VU

Grenoble, le

Le président de la thèse

VU

Grenoble, le

Le Doyen de la Faculté des Sciences

VU, et permis d'imprimer,

Le Recteur de l'Académie de Grenoble

