

T0067
1972/DS

1972.8
(043) D.E.

N° A.O. 6989 C.N.R.S.

THÈSE

présentée

A L'UNIVERSITÉ SCIENTIFIQUE ET MEDICALE DE GRENOBLE

pour obtenir le grade de

DOCTEUR ES-SCIENCES PHYSIQUES

par

JEAN-PAUL REBOUILLAT

BIBLIOTHÈQUE
GROUPE DE LABORATOIRE
DU
CENTRE NATIONAL DE
RECHERCHE SCIENTIFIQUE
DE GRENOBLE

Contribution à l'étude des susceptibilités superposées
et des lois d'approche à la saturation
de quelques ferromagnétiques à 4 K

soutenue le 1^{er} juin 1972 devant la Commission d'Examen

JURY

MM. L. NÉEL

Président

F. GAUTHIER

R. PAUTHENET

M. RENARD

} Examineurs

Le présent travail a été effectué au Laboratoire de Magnétisme et au Centre de Recherches sur les Très Basses Températures.

J'exprime ma respectueuse gratitude à Monsieur Néel, Membre de l'Institut, Directeur du Laboratoire, pour l'accueil qu'il m'a toujours réservé. Je suis sensible à l'honneur qu'il me fait en présidant ce jury de thèse.

Monsieur Pauthenet, Professeur à l'Université Scientifique et Médicale de Grenoble, m'a laissé une grande liberté dans l'orientation de mon travail ; Je lui suis reconnaissant pour la confiance qu'il m'a ainsi témoignée.

Je remercie Monsieur Gautier, Professeur à l'Université Louis Pasteur à Strasbourg, pour l'intérêt qu'il a porté à mon travail et pour ses précieux conseils.

Je remercie Monsieur Renard, Professeur à l'Université Scientifique et Médicale de Grenoble, pour les discussions fructueuses que nous avons eues.

Ce travail n'aurait pas été possible sans l'aide quotidienne d'un grand nombre de chercheurs et techniciens. Je ne veux nommer personne ici, mais je tiens à exprimer toute ma reconnaissance à ceux qui ont accepté et qui acceptent chaque jour de rendre le service qu'on attend d'eux. Ceux-là donnent au laboratoire un visage humain.

1 - INTRODUCTION

Les calculs relatifs à la forme des bandes des électrons de conduction dans les métaux ont fait des progrès considérables ces dernières années. La différenciation des caractéristiques des demi-bandes à spin $\uparrow$ et $\downarrow$ est même possible dans l'état ordonné. Il reste à confronter ces résultats numériques aux propriétés physiques des métaux. Parmi celles-ci, la mesure du moment magnétique macroscopique et sa variation avec le champ sont des données expérimentales à prendre en considération.

Pour les métaux 3d ferromagnétiques, le décalage des demi-bandes peut être déterminé à partir de l'aimantation à saturation, tandis que la susceptibilité de Pauli est liée à la densité d'états au niveau de Fermi. Si la mesure de l'aimantation à saturation est connue depuis longtemps avec une précision suffisante, la susceptibilité dans l'état ordonné, par contre, est une donnée expérimentale difficile à atteindre car elle est superposée au moment spontané.

Pour les métaux de terres rares, la structure électronique de la bande n'a pas encore fait l'objet de beaucoup de travaux. Le couplage entre les électrons de conduction et ceux de la couche 4f conduit ces derniers à s'ordonner ; l'aimantation propre de la bande se trouve alors superposée à celle des électrons localisés 4f.

Le présent travail a consisté à étudier ces phénomènes "superposés" pour quelques métaux 3d et quelques métaux de terres rares.

Nous décrivons dans le deuxième paragraphe l'appareillage qu'il a été nécessaire de mettre au point : la grande résolution obtenue a permis de montrer l'influence d'un environnement supraconducteur sur la mesure des moments magnétiques. L'analyse de ce phénomène nous conduit à proposer une méthode de mesure adaptée.

Les paragraphes 3 et 4 sont consacrés aux métaux 3d, fer, nickel, cobalt, étudiés sous forme monocristalline et polycristalline. Les différentes composantes de la susceptibilité sont comparées aux valeurs expérimentales (§ 4), tandis que la mesure de leur anisotropie et de leur loi d'approche à la saturation constituent des résultats annexes intéressants (§ 3).

Nous avons tenu à comparer la valeur des susceptibilités des métaux 3d avec celle d'un isolant, le ferrite grenat d'yttrium. Cette étude, exposée dans le paragraphe 5 a permis, en outre, de tester la méthode de mesure.

Dans le paragraphe 6, en liaison avec les résultats expérimentaux des terres rares (Gd, Tb, Dy), nous avons tenté d'expliquer le comportement des électrons de conduction en fonction de la température et du champ magnétique.

Trois annexes sont placées à la fin de ce travail. Les deux première complètent les informations concernant l'appareillage : avec, d'une part, un exposé des différentes méthodes de conversion analogique numérique pour la mesure des tensions et d'autre part quelques précisions sur la méthode de calcul des bobines de mesure. Dans la troisième annexe, on expose les conditions d'apparition de transitions du 1er ordre dans les cristaux cubiques, sous champ magnétique. Cette dernière étude s'est imposée après avoir constaté qu'une telle transition devait apparaître sur la courbe d'aimantation du fer dans la direction (111).

2 - L'APPAREILLAGE

L'étude des lois d'approche à la saturation et des susceptibilités superposées des corps ferromagnétiques impose de connaître leur aimantation avec une très grande résolution. Cet impératif est le guide principal dans la détermination du principe de la mesure (§ 2.1), dans la recherche de l'appareil de mesure associé (§ 2.2 et annexe I), et dans le choix du mode de production du champ magnétique (§ 2.3). Après avoir adopté pour ce dernier une bobine supraconductrice, on a mis en évidence et analysé l'influence de l'environnement supraconducteur sur la mesure (§ 2.4) : la constitution de la bobine de mesure a été modifiée en conséquence (§ 2.5 et annexe II).

L'utilisation des techniques digitales rend possible l'automatisation de l'ensemble de l'appareillage (§ 2.6).

2.1 - LE PRINCIPE DE LA MESURE DE L'AIMANTATION

2.1.1. - Les différentes méthodes de mesure par induction

Toutes les méthodes de mesure directe de l'aimantation consistent à intégrer la variation de flux créée par l'échantillon dans une bobine de détection.

En champ continu, les appareillages classiques permettent en général d'atteindre une résolution plus proche de 10^{-3} que de 10^{-4} . Une rapide analyse des différentes méthodes permet de distinguer :

- les méthodes de mesure en continu, du type hystérésigraphe, dont la résolution varie de 10^{-2} à 10^{-3} ,
- les méthodes point par point, dites "d'extraction", employées avec galvanomètre balistique ou intégrateur analogique, où la résolution obtenue est de l'ordre de 10^{-3} ,
- les méthodes alternatives, du type "échantillon-vibrant", employées en continu ou point par point, où la résolution peut atteindre 10^{-4} dans le meilleur des cas.

En champ pulsé, une méthode de mesure différentielle a été mise au point par Stoelinga^(2.1) pour la mesure de susceptibilités superposées : elle consiste à appliquer un champ pulsé variable jusqu'à 200 kOe à l'échantillon à étudier, lequel est déjà soumis à un champ continu de l'ordre de 4 kOe, suffisant pour l'amener à un état très proche de la saturation ; l'accroissement d'aimantation durant l'impulsion de champ est mesuré par une méthode d'intégration analogique, avec une résolution de l'ordre de 10^{-2} : comme cet accroissement peut ne représenter que quelques ‰ de l'aimantation totale, la résolution finale est très proche de 10^{-5} .

2.1.2. - La méthode choisie

L'amélioration de la méthode "d'extraction" a semblé être la voie la plus simple et la plus sûre pour augmenter la résolution des mesures. En effet, dans les méthodes de type hystérésigraphe, on ne peut concilier rapidité et grande résolution : l'intégration du flux se produit au cours de la variation du champ et une parfaite compensation des bobines de mesure est difficile à obtenir dans ces conditions. Quant aux méthodes alternatives, elles font appel à l'appareillage classique analogique (amplificateur à détection synchrone,....) dont il semble difficile d'attendre une stabilité supérieure à 10^{-4} .

Dans la méthode d'extraction, il faut d'une part chercher à rendre la mesure la plus reproductible possible, ce qui entraîne un soin particulier dans le calcul et l'exécution de la bobine de détection ainsi que dans la fabrication de l'extracteur (§ 2.5 et annexe II) et d'autre part utiliser un fluxmètre de grande résolution (§2.2).

Les progrès récents de l'instrumentation numérique (annexe I) permettent de prendre la relève des fluxmètres analogiques classiques, aux caractéristiques limitées. A la même époque, plusieurs auteurs^(2.2, 2.3, 2.4, 2.5) ont tenté, avec plus ou moins de bonheur, d'employer des méthodes de mesure semblables ; la résolution obtenue par ceux-ci n'est pas meilleure que 10^{-4} et la reproductibilité des mesures de l'ordre de 10^{-3} .

Ainsi le flux Φ est directement proportionnel au moment du dipôle à mesurer. Si le dipôle est déplacé entre deux points où l'induction est respectivement B_1 et B_2 , la variation de flux correspondante est :

$$\Phi = \frac{B_2 - B_1}{I} \cdot M.$$

Dans la pratique, la bobine de mesure est constituée de deux enroulements identiques bobinés en série-opposition. Le mouvement de l'échantillon s'effectue entre les deux positions d'induction maximale de chaque demi-bobine : $B_2 = -B_1 = B$; d'où :

$$\Phi = \frac{2B}{I} \cdot M.$$

La mesure consiste à intégrer la tension $e = -\frac{d\Phi}{dt}$ qui apparaît aux bornes de la bobine au cours du déplacement de l'échantillon :

$$M = \int \frac{-e \, dt}{2B/I}$$

Ainsi la caractéristique B/I de la bobine de mesure est définie lorsqu'on cherche à détecter une variation de moment ΔM avec un fluxmètre de résolution $\Delta \Phi$:

$$\frac{B}{I} = \frac{\Delta \Phi}{2\Delta M}.$$

2.2 - LE FLUXMETRE

Abandonnant les méthodes analogiques classiques, nous avons recherché parmi les appareils numériques ceux dont le principe de mesure permet l'intégration de tensions sur des temps de l'ordre de quelques secondes.

Il a été indispensable d'analyser le fonctionnement interne des différents convertisseurs analogiques-numériques utilisés dans les voltmètres digitaux. On trouvera en annexe 1 un exposé rapide et simplifié des principales méthodes employées à ce jour par les constructeurs ; cette analyse conduit à retenir pour les mesures de flux :

- les convertisseurs tension-temps "double rampe",
- les convertisseurs tension-fréquence.

Seul le convertisseur tension-fréquence peut s'affranchir des filtres à l'entrée, lorsque le signal à mesurer est de bas niveau ; il permet de plus un réglage très facile du temps d'intégration. C'est pourquoi nous avons décidé d'acquérir un voltmètre fonctionnant suivant ce principe.

Parmi les appareils disponibles sur le marché, il fallait choisir celui qui donnait en particulier la plus grande résolution et la plus grande sensibilité en flux.

Pour un temps d'intégration donné et une tension d'entrée constante, la résolution dépend de la fréquence de sortie maximale que le convertisseur est susceptible de fournir. En effet un convertisseur à 500 kHz pourra fournir jusqu'à 500 000 impulsions en 1 seconde (résolution : $2 \cdot 10^{-6}$), alors qu'un convertisseur à 100 kHz ne donnera que 100 000 impulsions dans les mêmes conditions (résolution : 10^{-5}). Il faudrait 5 fois plus de temps au second pour arriver à la même résolution.

La sensibilité en flux dépend à la fois de la fréquence de sortie du convertisseur et du gain maximum de l'adaptateur d'entrée. Ce dernier, placé à l'entrée du convertisseur, simplifie ou atténue le signal à mesurer selon la gamme employée. Un convertisseur à 100 kHz dont la plus petite gamme est de 100 mV (gain maximum) fournira 10^5 impulsions si on lui applique un signal de 100 mV pendant une seconde, ce qui correspond à un flux de 0,1 volt.sec = 10^7 Maxwells. La sensibilité en flux associée à 1 impulsion (ou 1 digit) est donc de : $10^7/10^5 = 100$ Maxwells/digit sur la gamme considérée. Un convertisseur à 500 kHz aurait sur la même gamme une sensibilité 5 fois plus grande, soit 20 Maxwells/digit.

Au moment de l'achat de l'appareil, le choix était à faire entre deux voltmètres* avec les caractéristiques suivantes :

* au 2e semestre 1970, la compagnie Schlumberger a lancé sur le marché un appareil (LM 1490) de caractéristiques semblables au Vidar 520. Malheureusement, malgré nos demandes répétées le constructeur refuse de modifier le temps d'intégration standard (0,2 sec) - modification complexe, difficilement envisageable par nous-mêmes.

Hewlett-Packard	Vidar 520
2401 C	

Fréquence de sortie

du convertisseur :

- pour la pleine échelle	100 kHz	500 kHz
- en dépassement de la gamme	300 kHz	1500 kHz

Résolution à pleine échelle

sur 1 seconde

 10^{-5} $2 \cdot 10^{-6}$

Plus faible gamme

100,000 mV

10,0000 mV

- sensibilité en flux

100 Maxwells

2 Maxwells

- impédance d'entrée

100 k Ω 10 M Ω

Le choix s'est porté sur le voltmètre "Vidar 520" en raison de sa sensibilité en flux et de sa forte impédance d'entrée : cependant la plus faible gamme (10 mV, résolution 2 maxwells) se révélera inutilisable aux bornes de la bobine de mesure où le bruit superposé au signal est supérieur à la gamme. Au moment de l'achat, seul existait chez Vidar le modèle "520" : monodirectionnel, alors que le modèle "521" : bidirectionnel est actuellement disponible. Un appareil "bidirectionnel" est capable de compter les impulsions de sortie du convertisseur lorsque celles-ci correspondent à une tension d'entrée positive et de décompter celles-ci lorsque la tension d'entrée est négative ; dans ce but, le convertisseur possède deux sorties : les impulsions sont envoyées sur l'une ou sur l'autre selon le signe du signal d'entrée, il suffit alors de les relier à un compteur-décompteur pour avoir la valeur réelle de l'intégrale de la tension à mesurer. Par contre un appareil monodirectionnel possède un compteur simple qui additionne toutes les impulsions, qu'elles correspondent à une tension positive ou négative : si le signal d'entrée est à tout instant de même polarité, les impulsions proviennent d'une seule sortie du convertisseur et la mesure est correcte, par contre si la polarité change, il n'y a pas décomptage des impulsions correspondantes et la mesure est erronée. Ce type de voltmètre monodirectionnel ne peut donc s'employer que pour des mesures de tensions continues dont l'amplitude est supérieure à la valeur "crête" du bruit. Pour

les mesures de flux nous avons été amenés à superposer au signal à intégrer une tension continue d'amplitude suffisante pour masquer le bruit : la valeur de l'intégrale recherchée est obtenue en retranchant la part relative à la tension continue superposée (figure 2.1)*.

Le temps d'intégration maximum prévu par le constructeur du Vidar 520 est de 0,2 seconde** ; il est piloté par une horloge interne de grande stabilité (100 kHz ; 10^{-6} par semaine) ; il peut être modifié en employant une base de temps externe : le temps d'intégration est alors inversement proportionnel à la fréquence f de l'horloge : $T_{\text{sec}} = 0,2 \cdot \frac{100}{f_{\text{kHz}}}$. Il est nécessaire d'augmenter ce temps d'intégration pour les mesures d'aimantation : afin de ne pas perdre l'avantage de la stabilité de l'horloge interne, la fréquence de sortie de celle-ci est envoyée sur une série de bascules bistables en cascade ; la fréquence est divisée à volonté par 2, 4, 8 ou 16, et, utilisée comme base de temps, elle permet de multiplier par le même facteur le temps d'intégration de base (0,2 seconde). La plupart des mesures d'aimantation ont été effectuées avec un temps de $8 \times 0,2 = 1,6$ sec.

2.3 - LE CHAMP MAGNETIQUE

Avant d'adopter définitivement comme source de champ magnétique une bobine supraconductrice, des essais ont été effectués avec un électroaimant et avec une bobine de type Tsai (ou Wood)

Les résultats obtenus dans l'électroaimant étaient prometteurs en champs faibles où la reproductibilité de la mesure atteignait 10^{-5} , mais celle-ci se dégradait en champs élevés, en même temps qu'augmentait la correction d'image magnétique de l'échantillon : on est en droit de penser que la variation de perméabilité du milieu due à la présence de l'échantillon (qui est à

* Cette méthode est maintenant employée dans le modèle LM 1490 de Schlumberger.

** Une option actuellement disponible permet d'obtenir jusqu'à 20 sec. de temps d'intégration.

l'origine de la correction d'image) ne peut être définie avec précision. L'éventualité de l'utilisation d'un électroaimant a été rejetée pour cette raison.

Dans les bobines de type Tsai du laboratoire, les difficultés sont de deux sortes : la régulation insuffisante du courant entraîne un bruit de fond important limitant la résolution, et l'inhomogénéité du champ conduit à réduire l'espace entre les deux demi-bobines de mesure, ce qui rend la mesure d'autant plus sensible au centrage de l'échantillon. Il est apparu impossible d'obtenir dans ces conditions une reproductibilité satisfaisante.*

Nous fondons de grands espoirs sur la nouvelle installation de champs intenses (S.N.C.I.) qui devrait être dotée d'une meilleure régulation en courant ($\pm 5 \cdot 10^{-6}$).

Les premières mesures effectuées sans précautions spéciales dans une bobine supraconductrice du C.R.T.B.T. ont donné immédiatement l'espoir d'atteindre une reproductibilité supérieure à 10^{-4} ; la décision fut prise d'établir le montage définitif à partir de cette bobine**.

2.3.1 - Les caractéristiques de la bobine supraconductrice

Matériau supraconducteur	Niobium-Zirconium
Type de fil :	Supercon A 25
- Diamètre de l'âme supraconductrice	0,25 mm
- Diamètre du fil cuivré	0,37 mm
Longueur du bobinage	164 m mm
Diamètre extérieur du bobinage	94 mm
Diamètre intérieur du bobinage	32 mm
Champ maximum	55 kOe
Homogénéité	10^{-3} sur 50 mm (voir § 2.3.2)
Rapport H/I	2145 Oe/Ampère (voir § 2.3.3.)

* MM. Hug et Morin (thèse de 3e Cycle, Grenoble 1970) ont obtenu par la suite une reproductibilité légèrement supérieure à 10^{-4} , en concevant notamment de nouvelles bobines de mesure.

** Nous remercions vivement J.Y. Guerin d'avoir accepté l'implantation de ce montage durant deux années en parallèle avec sa propre installation.

2.3.2 - La carte de champ

La mesure de l'aimantation nécessite (cf 2.1) le déplacement de l'échantillon dans une zone où le champ soit relativement uniforme. Celle-ci est déterminée à partir du tracé de la carte de champ de la bobine.

Les sondes à magnétorésistance du commerce (SIEMENS 20 M 20) associées à un voltmètre de grande résolution se sont révélées d'une haute sensibilité en champ élevé. Leur emploi est tout à fait indiqué pour déterminer la distribution spatiale du champ magnétique au coeur d'une bobine : par exemple, de 20 Ω en champ H nul, leur résistance R atteint 1000 Ω à 55 kOe avec une pente $\frac{\Delta R}{\Delta H}$ croissant continuellement pour atteindre une valeur de l'ordre de 30 Ω/kOe à 55 kOe.

Le tracé de la carte de champ dans la direction axiale (figure 2.1) de la bobine est rendu automatique de la manière suivante :

- la bobine de champ est alimentée à la valeur du courant désiré puis court-circuitée sur elle-même.
- la sonde est alimentée à courant constant (0,5 mA).
- la tension aux bornes de la sonde, proportionnelle à sa résistance R, est mesurée à l'aide du voltmètre numérique.
- les trois derniers chiffres de la mesure de R donnés par le voltmètre sous forme binaire sont convertis au moyen d'un convertisseur digital-analogique en une tension proportionnelle envoyée aux bornes d'un enregistreur $V = f(t)$.
- la sonde est solidaire d'une tige dont le déplacement dans l'axe de la bobine est obtenu au moyen d'un moteur synchrone : la cote z de la sonde est une fonction linéaire du temps.

On obtient de cette manière un enregistrement graphique de la variation de la résistance de la sonde en fonction de sa cote z. Un étalonnage grossier de la sonde $R(H)$ permet de déterminer sa caractéristique $\frac{\Delta H}{\Delta R}$ au point considéré : on passe alors directement du graphique $R(z)$ à $H(z)$.

Figure 2.1

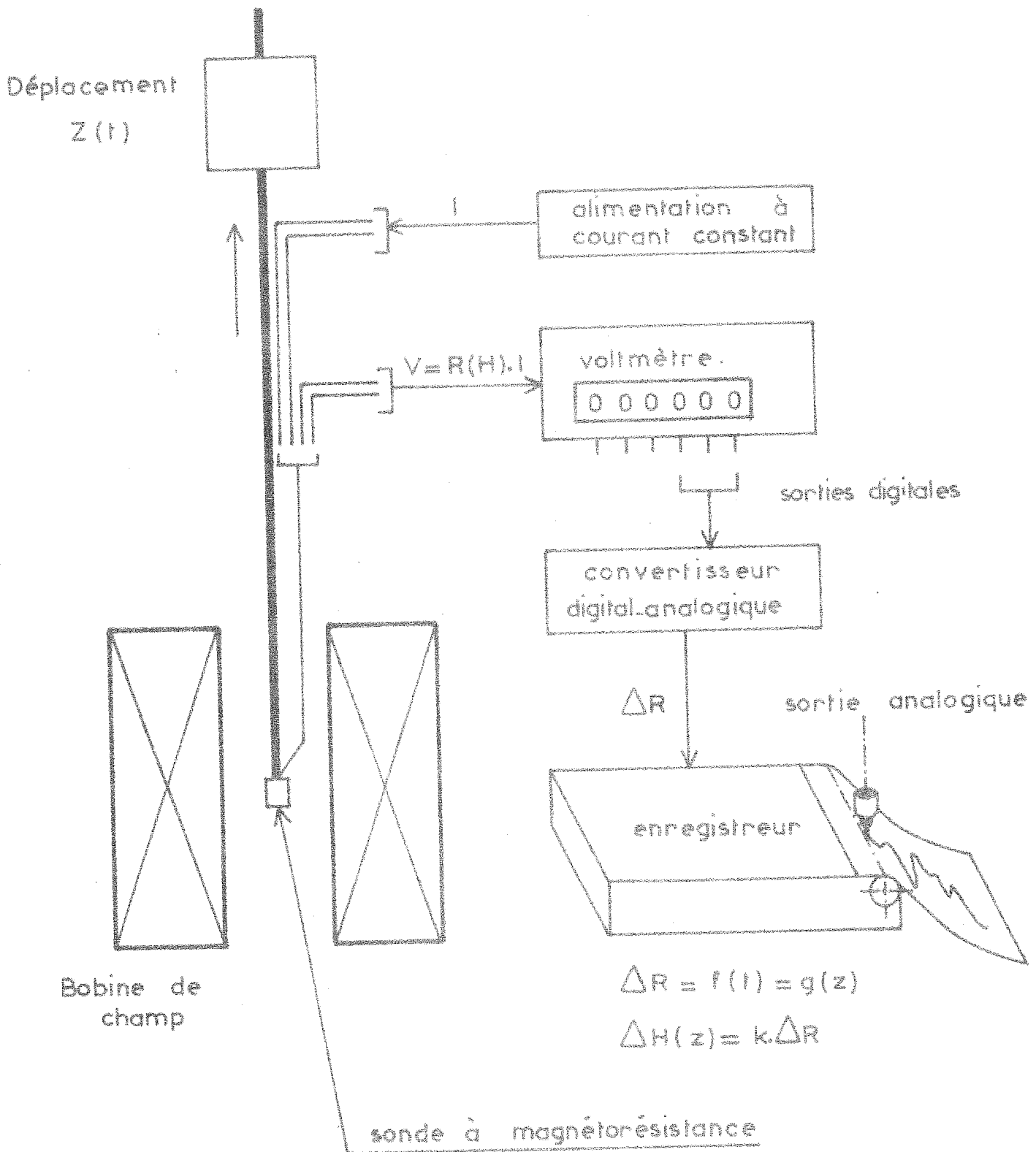


Figure 2.1 : Tracé automatique de carte de champ axiale

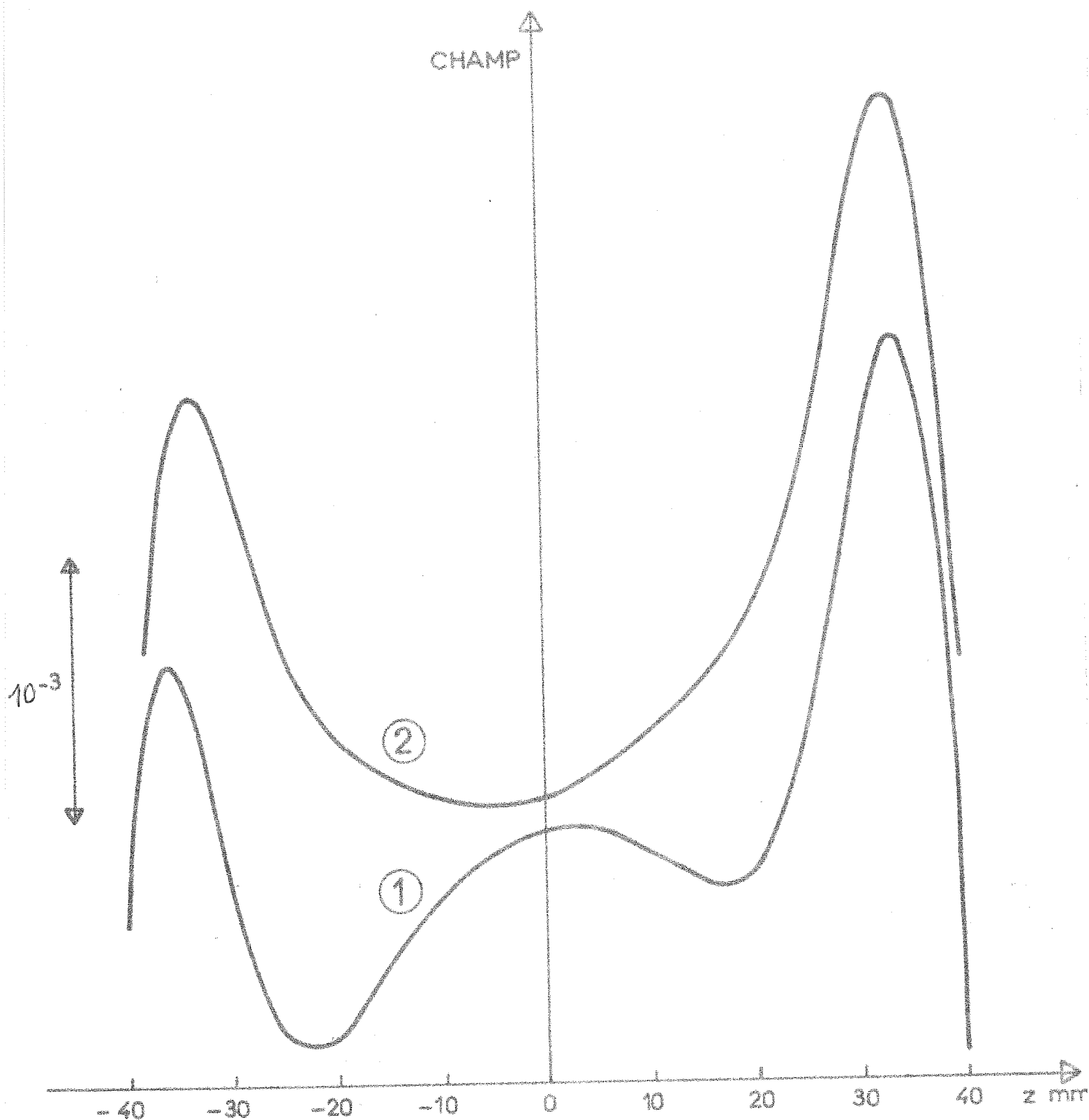


Figure 2.2 : Carte de champ de la bobine supraconductrice
 (l'échelle des champs a été réduite d'un facteur 3
 par rapport à l'enregistrement original)

- ① 18 kOe en champ croissant
- ② 18 kOe en champ décroissant

De telles cartes de champ (figure 2.2) sont obtenues en quelques minutes avec une résolution variant de 0,1 Oe à 1 Oe. Elles ont été tracées pour de multiples valeurs du champ : on observe une évolution très nette qui provient de la variation de la composante du champ due à l'aimantation propre du supraconducteur. Il n'y a pas grand intérêt à reporter ici ces résultats car les différences n'affectent pas la détermination de la longueur du palier de champ.

La course d'extraction de l'échantillon a été limitée à 40 mm, afin que la variation de champ vue par l'échantillon au cours de la mesure soit nettement inférieure à 10^{-3} .

2.3.3 - L'étalonnage du champ

La mesure précise du champ magnétique n'est pas d'une importance primordiale dans les expériences qui ont fait l'objet du présent travail, en particulier pour la détermination des aimantations à saturation et des susceptibilités superposées. Cependant l'étalonnage de surfaces dans un champ étalon et, par suite, l'étalonnage de champs magnétiques constituent une application évidente de l'utilisation du Vidar 520 comme fluxmètre ; c'est pourquoi les résultats obtenus dans ce domaine sont exposés ici.

Nous avons pu disposer d'un électroaimant de type Varian équipé d'un cryostat. L'étalonnage du champ était fait avant chaque mesure par résonance magnétique nucléaire*.

Le retournement de 180° de la surface S à mesurer dans l'induction magnétique B produit une variation de flux $\Phi = 2 BS$ aux bornes de la surface S.

Le voltmètre Vidar utilisé par exemple sur la gamme 100 mV a une résolution en flux de 20 Maxwells (voir § 2.2). Pour une induction $B = 10^4$ Gauss, la résolution en surface est donc :

* Nous tenons à remercier MM. Segransan et Fanton du Laboratoire de Spectrométrie Physique pour le prêt de l'appareillage et pour leur aide amicale.

$S = \frac{\Phi}{2B} = \frac{20}{2 \cdot 10^4} = 10^{-3} \text{ cm}^2$. Plusieurs bobines de surfaces diverses ont été étalonnées à la température ambiante à 77 K et à 4 K. Pour la surface donnée en exemple, la reproductibilité des mesures est meilleure que $2 \cdot 10^{-4}$, à plusieurs jours d'intervalle :

T K	300	77	4
$S_T \text{ cm}^2$	$292,05 \pm 0,03$	$290,16 \pm 0,01$	$290,01 \pm 0,04$
S_T/S_4	1,0070	1,0005	1

Dans cette bobine supraconductrice à accès axial la variation de flux ne peut pas se faire aisément en retournant la surface. Or le champ magnétique décroît le long de l'axe depuis la valeur H_0 au centre de la bobine jusqu'à la valeur approchée : $H_z \approx H_0 \frac{a^3}{(a^2+z^2)^{3/2}}$, où z représente la cote du point considéré et a le rayon intérieur de la bobine : dans la bobine utilisée, à 50 cm du centre, et avec $a = 1,6 \text{ cm}$, on a : $\frac{H_z}{H_0} \approx 3,3 \cdot 10^{-5}$.

Ainsi la mesure du champ peut être déduite avec une précision satisfaisante à partir de la variation de flux produite en déplaçant la surface étalonnée du centre de la bobine jusqu'à une distance de l'ordre de 50 cm.

Cet étalonnage a été effectué en champs décroissants comme la plupart des mesures d'aimantation qui ont suivi. L'aimantation propre du matériau supraconducteur fait apparaître un champ rémanent H_0 : on peut en première approximation écrire une relation linéaire entre le champ magnétique H et le courant d'alimentation de la bobine : $H = K \cdot I + H_0$. Les valeurs expérimentales H/I , tracées en fonction de $1/I$ (figure 2.3) s'alignent correctement ; l'ordonnée à l'origine a pour valeur : $K = 2\,145,5 \text{ Oe/A}$ et la pente : $H_0 = 50 \text{ Oe}$. Dans la pratique la valeur du champ rémanent H_0 est déduite à chaque tracé de courbe d'aimantation par extrapolation de la pente initiale.

Figure 2.3

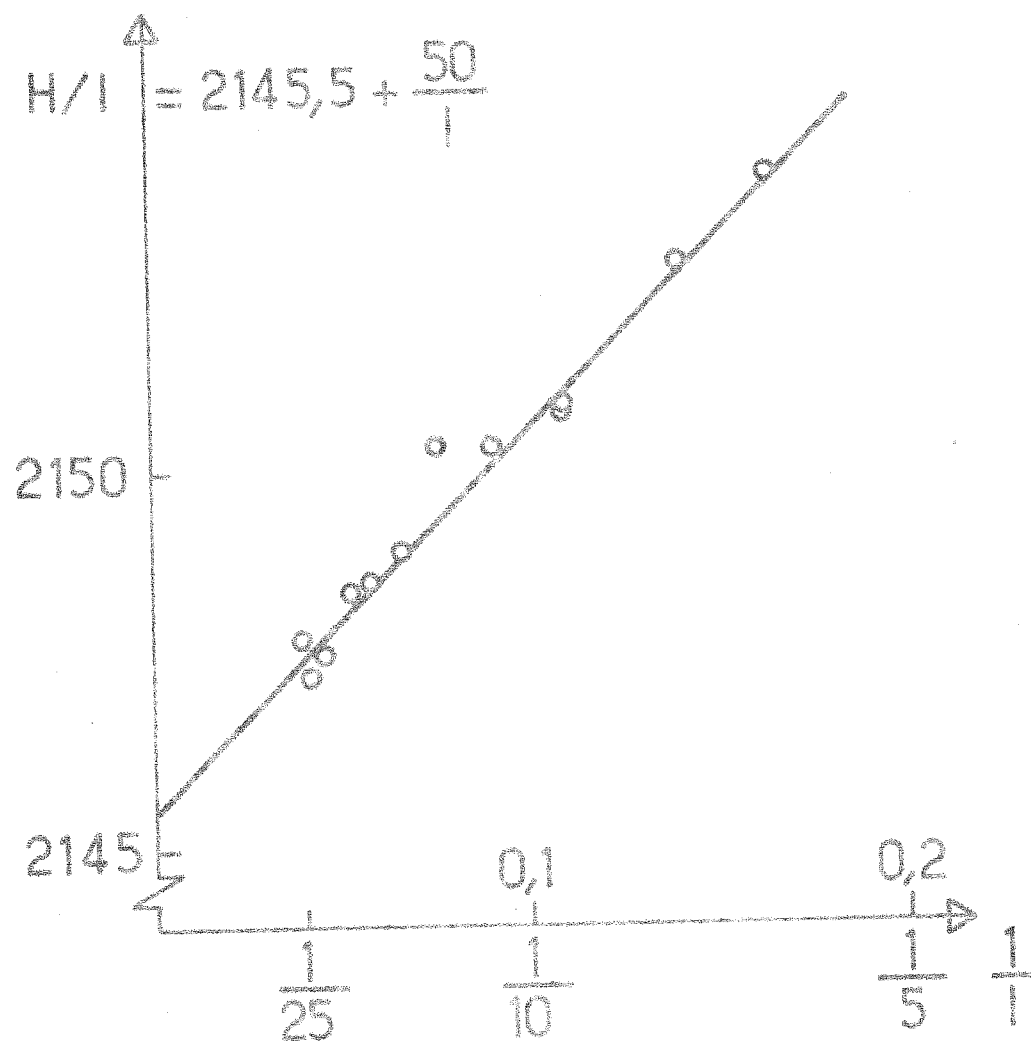


Figure 2.3 : Etalonnage en champ de la bobine supraconductrice

2.4 - L'INFLUENCE DE L'ENVIRONNEMENT SUPRACONDUCTEUR SUR LA MESURE DES MOMENTS MAGNETIQUES PAR LES METHODES D'INDUCTION

2.4.1 - Manifestation du phénomène

Les observations relatives à l'influence de l'environnement supraconducteur sur la mesure de moments magnétiques sont nombreuses à l'heure actuelle. Les premiers auteurs à avoir remarqué des anomalies n'ont cependant pas fait le lien avec la présence de matériau supraconducteur^(2.4, 2.5). En 1968, Butera et al^(2.6) constatent une influence variant de 5 à 15 % sur la valeur absolue du moment, selon l'importance de la bobine de champ : ils proposent une relation peu compromettante pour la valeur du moment "vrai" :

$$M_{\text{vrai}} = a_H M_{\text{apparent}}$$

où a_H est une constante dépendant du champ.

Myers et al^(2.7), en 1969, signalent que la précision de leurs mesures est limitée à ± 3 % à cause "de l'hystérèse et de la non linéarité du diamagnétisme de la bobine supraconductrice". En 1970, Richard et al^(2.8) observent des effets variables de 45 à 5 % selon que la mesure est faite avant ou après un retour à l'état normal de la bobine supraconductrice : ils obtiennent cependant une reproductibilité de 0,1 % après "stabilisation des images"*.

Dernièrement, Stevens^(2.9, 2.10) semble avoir étudié le problème avec attention : il propose, ainsi que Richards, en guise de solution, de placer la bobine de mesure très loin du supraconducteur et donc très près de l'échantillon. Cette dernière remarque, bien qu'évidente, n'est pas à négliger mais ne répond pas parfaitement à un problème où intervient une variable dont personne n'a parlé : le temps.

* Il faut voir par là, semble-t-il, quelques retours à l'état normal.

Nos premières expériences, déjà, nous avaient permis de constater, qu'à un champ donné, les mesures effectuées au cours du déplacement de l'échantillon de la position haute (b) à la position basse (a) se répartissaient d'une manière aléatoire dans une "fourchette" de l'ordre de quelques ‰^* . Par contre les mesures effectuées à intervalles réguliers (10 à 20 sec) tendaient d'une manière continue vers une valeur limite approximativement reproductible. Un arrêt prolongé en position (b) (figure 2.4) provoquait un décalage important (par défaut) de la mesure suivante, par rapport à la valeur limite qui pouvait à nouveau être atteinte par des mesures régulières. De la même manière, les mesures effectuées au cours du déplacement inverse (a) $\rightarrow$ (b) tendaient vers une limite nettement différente et si l'échantillon était maintenu en position (a), l'approche à la valeur limite se faisait alors par excès.

La suite de ce chapitre est une tentative d'explication de ce comportement et constitue une partie importante de l'ensemble de ce travail. Après un bref rappel (§ 2.4.2) sur les expériences de reptation du flux (flux-creep), on essaie d'analyser (§2.4.3), à partir de quelques hypothèses, le processus de la mesure, on expose (§2.4.4) les expériences qui ont permis de vérifier ces hypothèses et on propose (§2.4.5.) une technique de mesure adaptée.

2.4.2 - Rappel sur les expériences de reptation de flux (flux-creep)

Dans les supraconducteurs de seconde espèce à l'état mixte, le flux pénètre par l'intermédiaire de filaments ou lignes de vortex contenant un quantum de flux. Des forces d'origine diverses tendent à fixer ces filaments en des points particuliers (impuretés, contraintes, dislocations, etc...). Si le milieu est

* La position basse correspond ici à l'échantillon à l'intérieur d'une des demi-bobines de mesure et la position haute à l'échantillon hors bobine. Ces positions sont adoptées pour accentuer le phénomène à observer (voir plus loin § 2.4.3).

Figure 2.4

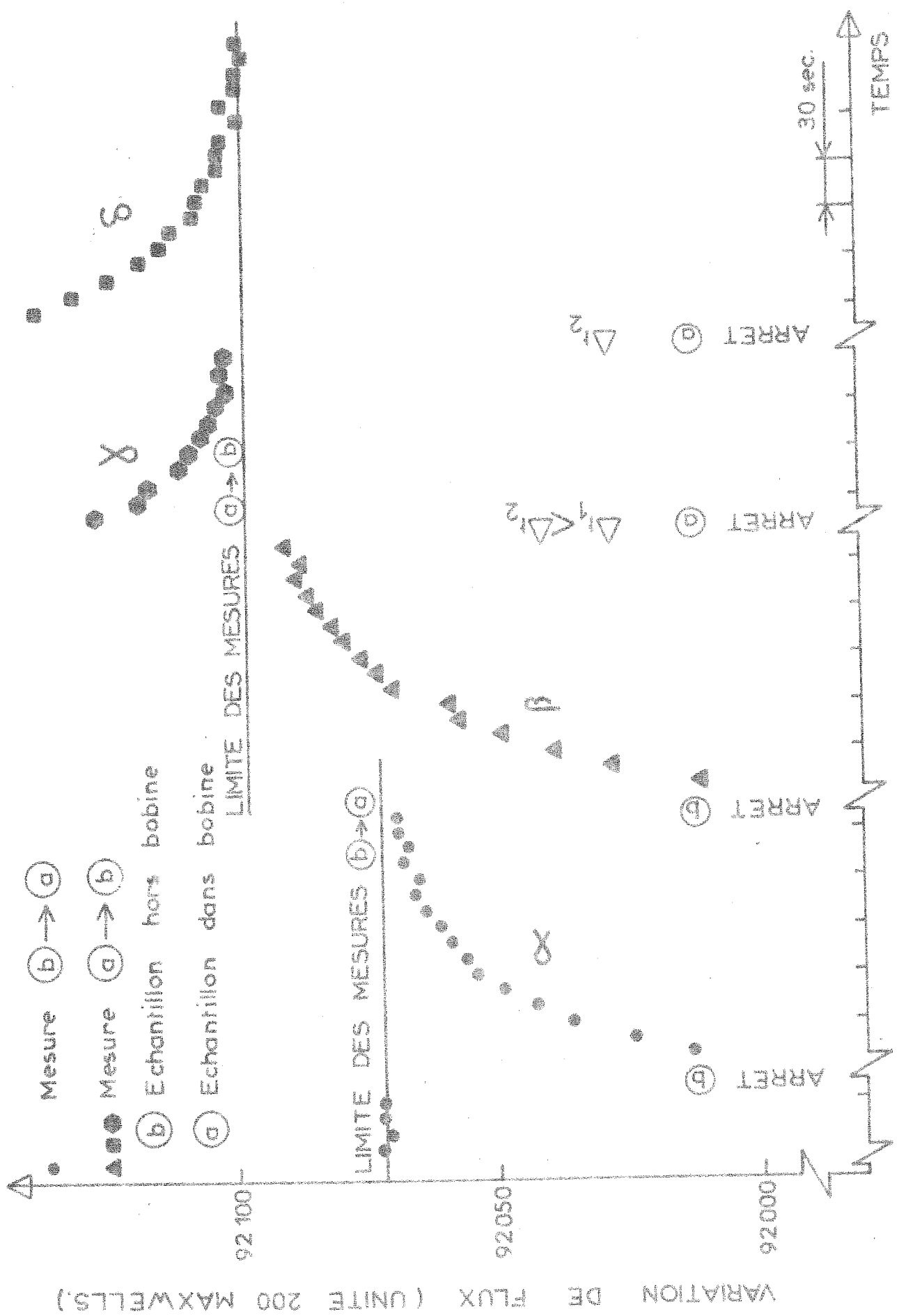


Figure 2.4 : Exemple de mesures obtenues à intervalles réguliers, après arrêt prolongé

parcouru par un courant, les filaments sont soumis à une force de Lorentz qui tend à vaincre les forces d'ancrage. Plusieurs modes de déplacement sont alors possibles :

- les sauts de flux (flux jump) interviennent brutalement lorsque les filaments, très fortement ancrés sont en équilibre métastable,
- l'écoulement du flux (flux flow) se produit lorsque les filaments sont très faiblement ancrés,
- la reptation du flux (flux-creep) apparaît lorsque des filaments, regroupés en paquets de flux (flux bundles) voient leurs forces d'ancrage diminuées et que l'agitation thermique conduit à une probabilité de saut*.

Ce phénomène de reptation du flux a été mis en évidence par Kim et al^(2.11) en 1962, de la manière suivante : Un tube de matériau supraconducteur (figure 2.5) est placé dans un champ extérieur H parallèle à son axe. On mesure le champ axial H' au centre du tube. Lorsque le champ H varie, des courants sont induits dans le tube, s'opposant à la variation extérieure. Partant, par exemple, de l'origine, H' restera nul jusqu'à ce que H atteigne un champ seuil H_s : à ce moment le tube transporte le courant maximum autorisé par le matériau. Si on continue à faire croître H , le courant ne peut plus augmenter et le flux pénètre à l'intérieur du tube, traversant le mur supraconducteur par déplacement de filaments. L'écrantage est de moins en moins efficace et lorsque H atteint un champ critique H_{cr} , alors $H' = H$. Si H est ramené à une valeur nulle, le champ H'_s reste piégé à l'intérieur.

Lorsque les valeurs de H et H' se trouvent sur la courbe $H'(H)$ (figure 2.5), on dit que l'échantillon est à l'état critique. Dans cet état, chaque région macroscopique de l'échantillon transporte une densité de courant critique maximale $J_{cr}(B)$, fonction de l'induction B locale, et liée à deux constantes $\alpha_{cr}(T)$ et B_0 par la relation :

$$\alpha_{cr}(T) = J_{cr}(B) \cdot (B + B_0).$$

* Le terme "reptation" est plus imagé que celui de "traînage" qui pourrait être également employé par analogie avec la théorie du traînage par fluctuations établie par L. Néel (1950).

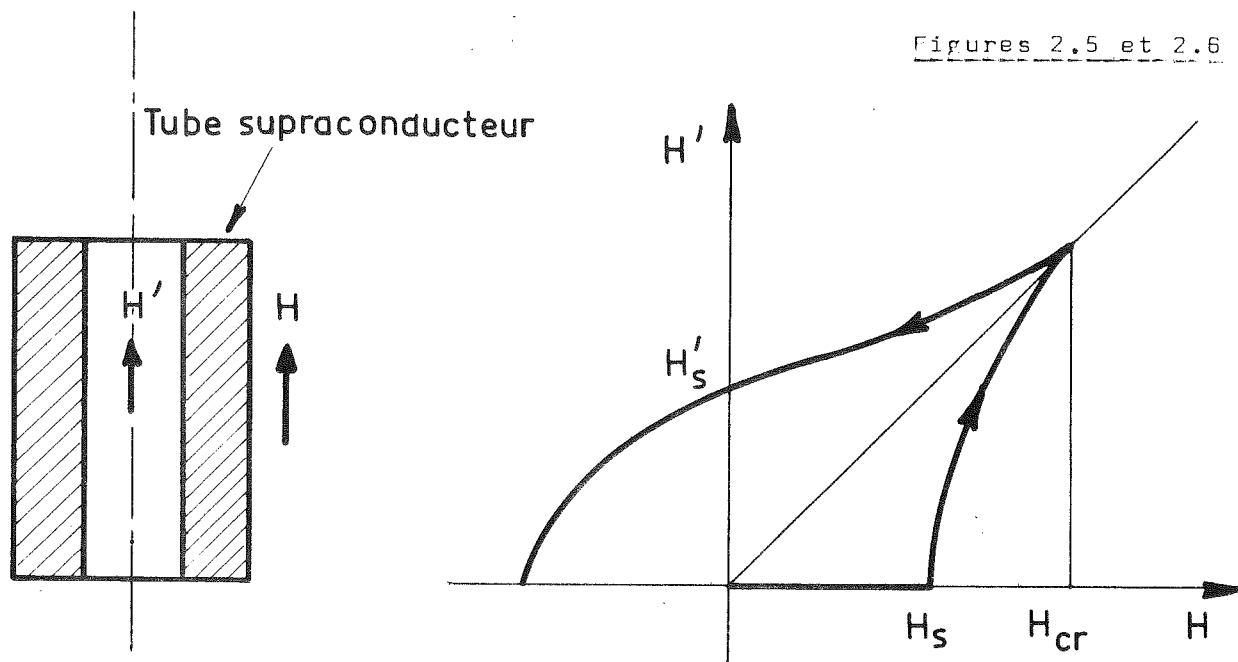


Figure 2.5 : Variation du champ H' à l'intérieur d'un tube supraconducteur en fonction du champ extérieur appliqué H (d'après Kim et al (2.11))

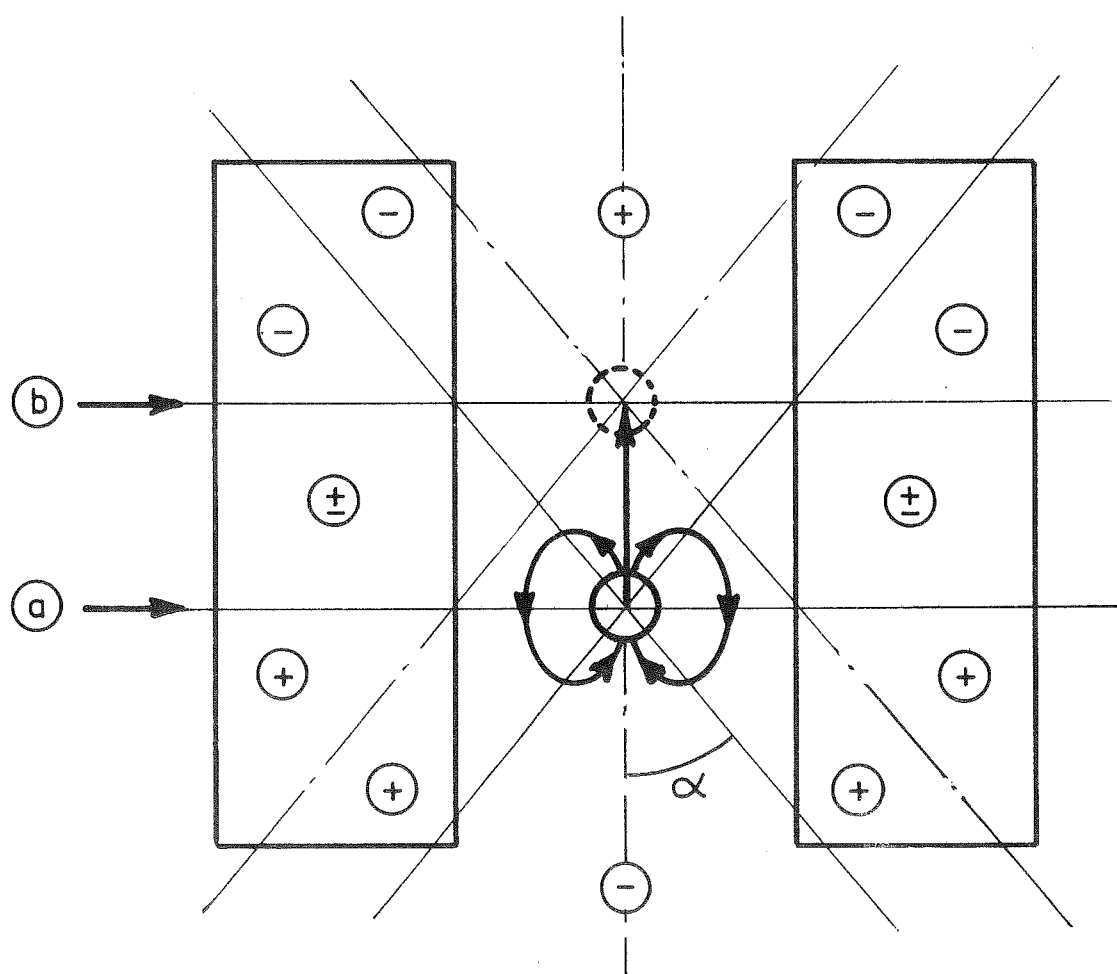


Figure 2.6 : Sens de variation de la composante axiale du champ local au cours du déplacement du moment magnétique d'un plan (a) à un plan (b)

Anderson^(2.12) a montré que si la densité de courant J ou l'induction B s'écartaient des valeurs critiques données par la relation précédente, le processus qu'il appela de "flux creep" intervenait : le réajustement des valeurs de J et B à leurs valeurs critiques se fait grâce au déplacement de paquets de filaments sous l'effet de la force de Lorentz, l'agitation thermique aidant à surmonter les forces d'ancrage. Il a prévu que le nouvel équilibre devait être atteint au cours du temps de manière logarithmique.

Kim et al^(2.11) ont effectivement mis en évidence que la variation de H' , après un changement de champ extérieur H , était en $\log t$. Beasley et al^(2.13) ont de plus observé que la vitesse de reptation est approximativement constante pour toute valeur de H sauf près du champ critique, où elle augmente considérablement.

On peut se demander où se trouve l'analogie entre ces expériences et celles qui nous préoccupent ? A notre avis, les différences sont seulement d'ordre géométrique. La bobine de champ supraconductrice peut être assimilée au tube de l'expérience de Kim et la variation du champ est produite localement par le déplacement de l'échantillon magnétique à l'intérieur du "tube". Comme dans l'expérience précédente, le supraconducteur se trouve à l'état critique en tout point, quel que soit le champ (voir par exemple^(2.14)) : des courants de densité $+J_{cr}$ et $-J_{cr}$ parcourent le conducteur de telle sorte que le courant résultant se trouve être le courant d'alimentation de la bobine. Mais la différence essentielle réside dans le fait que la perturbation produite par le déplacement de l'échantillon n'est pas extérieure au "tube" ni uniforme, mais intérieure et localisée, puisque le dipôle constitué par l'échantillon rayonne un champ diminuant $1/r^3$. La perturbation, de plus n'a pas le même signe dans tout le volume du supraconducteur : le déplacement de l'échantillon d'un plan bas (a) à un plan haut (b) (figure 2.6) produit, approximativement* dans tout le volume supérieur à (b), une diminution de la composante axiale du champ local, et inversement une augmen-

* Ce n'est pas vrai en toute rigueur dans un cône d'angle :

$$\alpha = \arctg \frac{1}{\sqrt{2}}$$

tation, dans le volume inférieur à (a) ; quant aux points de l'espace compris entre (b) et (a), ils voient le signe de la perturbation alterner au cours même du déplacement de l'échantillon.

La complexité de cette perturbation rend délicate l'analyse rigoureuse du phénomène de reptation de flux associé.

2.4.3 - L'analyse phénoménologique de la reptation du flux coïncidant avec la mesure du moment - Hypothèses

a - Considérons une boucle de matériau supraconducteur BS à l'état critique, dans un champ extérieur de direction parallèle à l'axe et supposons qu'un échantillon magnétique puisse se déplacer instantanément entre les deux positions suivantes (figure 2.7) :

(a) échantillon au centre de la boucle (moment $\vec{M} //$ axe)

(b) échantillon à l'infini.

b - La présence de l'échantillon dans BS concentre les lignes de forces et conduit à une augmentation du flux, par reptation à travers BS ; inversement lorsque l'échantillon est extrait de BS, le flux ainsi piégé devra sortir par reptation à travers BS.

c - On admettra que le flux à travers la surface de la boucle BS a une valeur finie Φ_a quand l'échantillon est en position (a) depuis un temps infini, et de manière identique Φ_b en position (b).

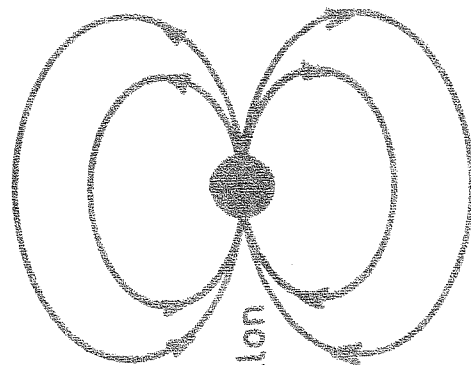
d - Si au temps t_0 on introduit l'échantillon au centre de BS, le flux $\Phi(t_0 + \Delta t)$, à travers BS, va tendre de Φ_b vers Φ_a suivant le processus de reptation du flux précédemment décrit.

On a : $\Phi(t_0) = \Phi_b$ = état du flux au moment du déséquilibre,
 Φ_a = état d'équilibre à atteindre } |2.1|

On pose : $\Delta\Phi_0 = \Phi_a - \Phi(t_0)$ = déséquilibre initial
 (à t_0)

Spire supra conductrice

Sans champ extérieur



Position (a)

Position (b)

Avec champ extérieur

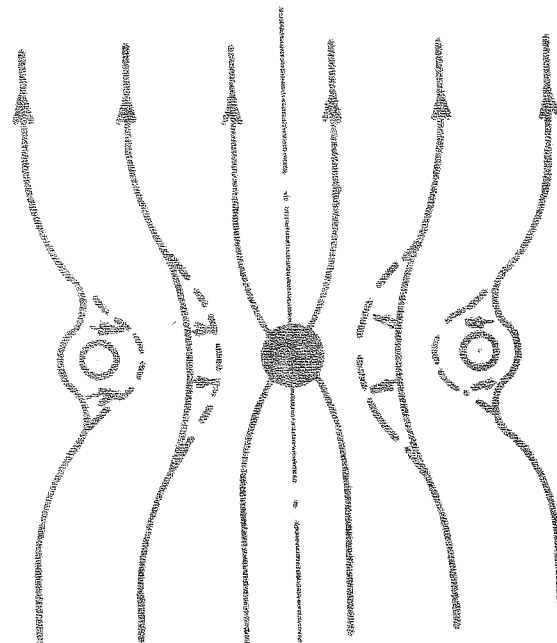


Figure 2.7

Hypothèse 1 : On suppose que l'écart à l'état d'équilibre $\Delta\Phi(t_0 + \Delta t)$ est uniquement proportionnel au déséquilibre initial $\Delta\Phi_0$ et à une fonction $f(\Delta t)$ prenant la valeur 1 au moment du déséquilibre et la valeur 0 à l'équilibre (figure 2.8)

$$\Delta\Phi(t_0 + \Delta t) = \Delta\Phi_0 f(\Delta t) \quad |2.2|$$

Hypothèse 2 : On suppose le phénomène réversible, comme représenté figure 2.8.

N.B. : Pour faciliter le raisonnement, on a imaginé (figures 2.8 et suivantes) avoir trouvé une échelle des temps convenable pour que la représentation de la fonction $f(\Delta t)$ soit linéaire, sans préjuger en rien de la loi de variation effective qui sera déterminée expérimentalement.

Hypothèse 3 : On suppose que le déséquilibre initial est directement proportionnel au moment magnétique M de l'échantillon

$$\Delta\Phi_0 = kM \quad |2.3|$$

e - Imaginons qu'aux instants $t_0, t_2, \dots, t_{2n}$ l'échantillon passe de la position (b) à la position (a) et aux instants $t_1, t_3, \dots, t_{2n+1}$ de la position (a) à la position (b). A partir des hypothèses 1 et 2 (eq. 2.1 et 2.2), on a écrit dans le tableau suivant (page 20), aux instants t_i , les états successifs du flux à travers BS et les écarts à l'état d'équilibre immédiatement avant le mouvement de l'échantillon : $\Delta\Phi_i^-(t_i^-)$ (eq. 2.2) et immédiatement après : $\Delta\Phi_i^+(t_i^+)$ (eq. 2.1).

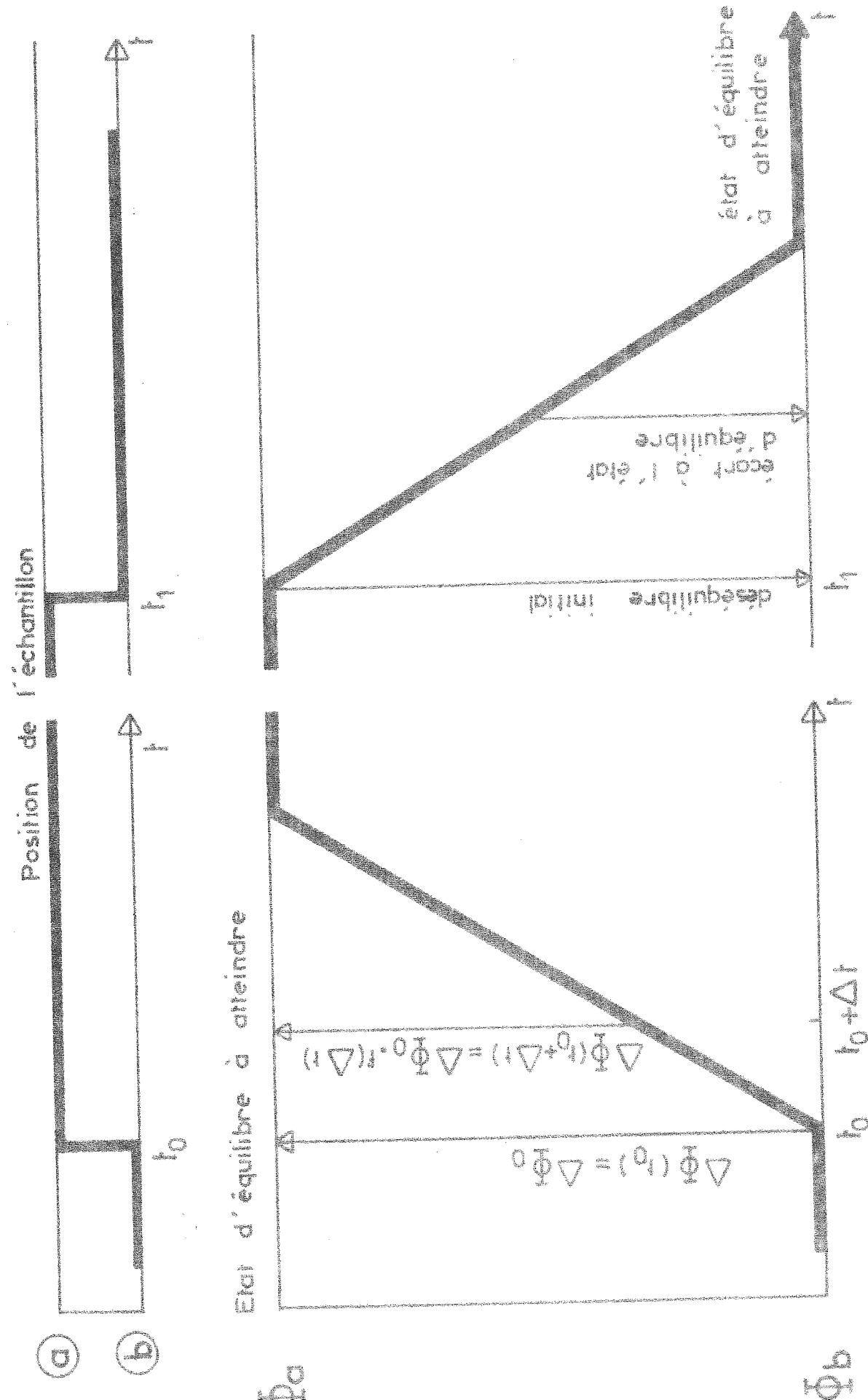


Figure 2.0 : Variation du flux à travers la boucle supraconductrice BS
(l'échelle des temps n'est pas linéaire)

T A B L E A U

Variation successive du flux à travers la boucle supraconductrice BS

temps		position de l'échantillon	état d'équilibre à atteindre	état du flux au moment du déséquilibre	écart à l'état d'équilibre [éq. 2.1 et 2.2]
t_0	-	b	Φ_b		$\Delta\Phi'_0 = 0$
	+	a	Φ_a	Φ_b	$\Delta\Phi_0 = \Phi_a - \Phi_b$
t_1	-	a	Φ_a		$\Delta\Phi'_1 = \Delta\Phi_0 f(t_1 - t_0)$
	+	b	Φ_b	$\Phi_a - \Delta\Phi'_1$	$\Delta\Phi_1 = \Phi_b - [\Phi_a - \Delta\Phi'_1]$
t_2	-	b	Φ_b		$\Delta\Phi'_2 = \Delta\Phi_1 f(t_2 - t_1)$
	+	a	Φ_a	$\Phi_b - \Delta\Phi'_2$	$\Delta\Phi_2 = \Phi_a - [\Phi_b - \Delta\Phi'_2]$
t_3	-	a	Φ_a		$\Delta\Phi'_3 = \Delta\Phi_2 f(t_3 - t_2)$
	+	b	Φ_b	$\Phi_a - \Delta\Phi'_3$	$\Delta\Phi_3 = \Phi_b - [\Phi_a - \Delta\Phi'_3]$
⋮					
t_{2n-1}	-	a	Φ_a		$\Delta\Phi'_{2n-1} = \Delta\Phi_{2n-2} f(t_{2n-1} - t_{2n-2})$
	+	b	Φ_b	$\Phi_a - \Delta\Phi'_{2n-1}$	$\Delta\Phi_{2n-1} = \Phi_b - [\Phi_a - \Delta\Phi'_{2n-1}]$
t_{2n}	-	b	Φ_b		$\Delta\Phi'_{2n} = \Delta\Phi_{2n-1} f(t_{2n} - t_{2n-1})$
	+	a	Φ_a	$\Phi_b - \Delta\Phi'_{2n}$	$\Delta\Phi_{2n} = \Phi_a - [\Phi_b - \Delta\Phi'_{2n}]$
t_{2n+1}	-	a	Φ_a		$\Delta\Phi'_{2n+1} = \Delta\Phi_{2n} f(t_{2n+1} - t_{2n})$
	+	b	Φ_b	$\Phi_a - \Delta\Phi'_{2n+1}$	$\Delta\Phi_{2n+1} = \Phi_b - [\Phi_a - \Delta\Phi'_{2n+1}]$

f - Supposons que les changements de positions de l'échantillon se fassent à intervalles réguliers (figures 2.9 et 2.10)

$$\Delta T = t_{i+1} - t_i$$

et posons :

$$f(\Delta T) = 1 - a \quad (0 < a \leq 1) \quad |2.4|$$

On montre alors aisément que les écarts de flux aux distances t_i suivent les progressions convergentes suivantes (voir figure 2.10) :

$$\begin{aligned} - \frac{\Delta \Phi_{2n}}{\Delta \Phi_0} &= a + (1-a)^2 \frac{\Delta \Phi_{2n-2}}{\Delta \Phi_0} \\ &= a \left[1 + (1-a)^2 + (1-a)^4 + \dots + (1-a)^{2n-2} \right] + (1-a)^{2n} \\ &\longrightarrow \frac{1}{2-a} \end{aligned} \quad |2.5|$$

$$\begin{aligned} - \left| \frac{\Delta \Phi_{2n+1}}{\Delta \Phi_0} \right| &= a + (1-a)^2 \left| \frac{\Delta \Phi_{2n-1}}{\Delta \Phi_0} \right| \\ &= a \left[1 + (1-a)^2 + (1-a)^4 + \dots + (1-a)^{2n-2} + (1-a)^{2n} \right] \\ &\longrightarrow \frac{1}{2-a} \end{aligned} \quad |2.6|$$

$$\begin{aligned} - \left| \frac{\Delta \Phi'_{2n}}{\Delta \Phi_0} \right| &= a(1-a) + (1-a)^2 \left| \frac{\Delta \Phi'_{2n-2}}{\Delta \Phi_0} \right| \\ &= a(1-a) \left[1 + (1-a)^2 + (1-a)^4 + \dots + (1-a)^{2n-2} \right] \\ &\longrightarrow \frac{1-a}{2-a} \end{aligned} \quad |2.7|$$

$$\begin{aligned} - \frac{\Delta \Phi'_{2n+1}}{\Delta \Phi_0} &= a(1-a) + (1-a)^2 \left| \frac{\Delta \Phi'_{2n-1}}{\Delta \Phi_0} \right| \\ &= a(1-a) \left[1 + (1-a)^2 + (1-a)^4 + \dots + (1-a)^{2n-2} \right] + (1-a)^{2n+1} \\ &\longrightarrow \frac{1-a}{2-a} \end{aligned} \quad |2.8|$$

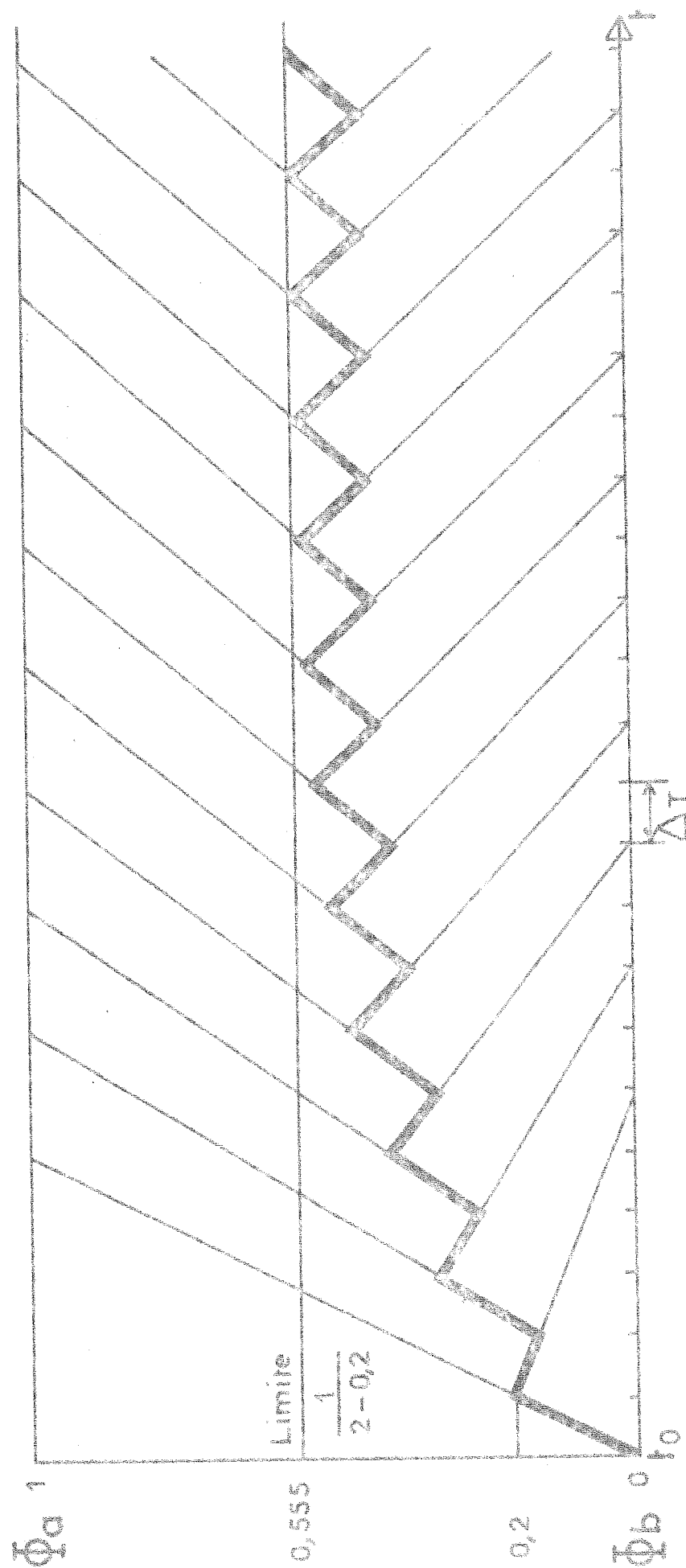


Figure 2.10 : Exemple de variation successive du flux à travers la boucle supraconductrice, avec $\alpha = 0,2$

g - Pour déterminer les variations de flux à travers une boucle de mesure BM de rayon r_M , compris entre le rayon r_S de BS et le rayon r_e de l'échantillon, on a représenté la distribution radiale (figure 2.11) de l'induction $B(r, t)$ et du flux $\Phi(r, t)$ aux instants t_0^- , t_0^+ , t_1^- et t_1^+ . On a supposé, pour simplifier la représentation graphique que le champ extérieur est nul, soit $B(r, t_0^-) = 0$.

h - On définit le flux rentré en présence de l'échantillon, à partir de l'instant t_0 , par :

$$\Delta\Phi^r(r, t_0 + \Delta t) = \Phi(r, t_0 + \Delta t) - \Phi(r, t_0^+)$$

On voit aisément que :

$$\text{pour } r = r_S \quad \left[\begin{array}{l} \Delta\Phi^r(r_S, t_1) = \Delta\Phi_1 \\ \Delta\Phi^r(r_S, \infty) = \Delta\Phi_0 \text{ flux maximum (*h) suscep-} \\ \text{tible de rentrer dans la } |2.9| \\ \text{boucle de rayon } r_S \\ \text{On pose } \Delta\Phi^r(r_S, t_0 + \Delta t) = \Delta\Phi_0 [1 - f(\Delta t)] \end{array} \right.$$

pour $r_e < r_M < r_S$ $\Delta\Phi^r(r_M, \infty) = \Delta\Phi_0^r$ flux maximum suscep-
tible de rentrer dans
la boucle de rayon r_M .

i - A l'instant t_1 du retrait de l'échantillon (figure 2.11), le flux rentré dans BS devient flux piégé $\Delta\Phi^p$, l'induction se répartit de manière uniforme à l'intérieur de toute la boucle de rayon r_S et le flux diminue en fonction du temps selon eq. 2.2, de sorte que :

(*h) la limite supérieure de $\Delta\Phi_0$ peut être estimée à $\frac{2\pi M}{r_S}$ (fig. 2.11) en se référant à la courbe limite de la répartition du flux en l'absence de supraconducteur (M est le moment de l'échantillon).

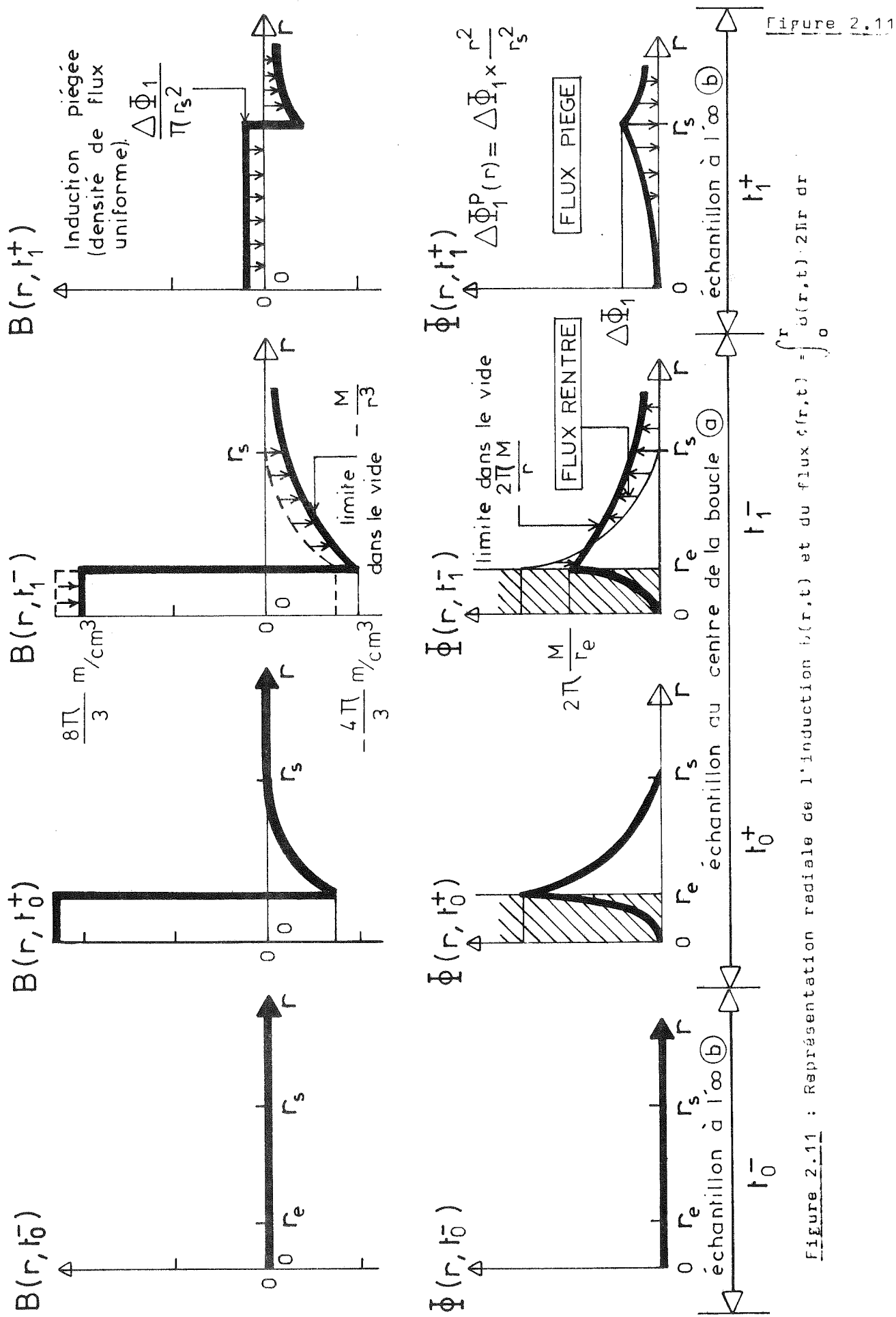


Figure 2.11 : Représentation radiale de l'induction $b(r, t)$ et du flux $\phi(r, t) = \int_0^r b(r, t) \cdot 2\pi r \, dr$

$$\begin{aligned}
\text{pour } r=r_s \quad \Delta\Phi^P(r_s, t_1) &= \Delta\Phi_1 = \Delta\Phi^r(r_s, t_1) \\
\text{pour } r=r_M \quad \Delta\Phi^P(r_M, t_1) &= \Delta\Phi_1 \cdot \frac{r_M^2}{r_s^2} \\
\Delta\Phi^P(r_M, t_1 + \Delta t) &= \Delta\Phi_1 \cdot \frac{r_M^2}{r_s^2} \cdot f(\Delta t)
\end{aligned} \quad |2.10|$$

de plus, on pose

$$\Delta\Phi_0 \frac{r_M^2}{r_s^2} = \Delta\Phi_0^P \quad \text{flux maximum (*i) susceptible d'être piégé dans une boucle de rayon } R_M.$$

j - Suivant les valeurs de r_e , r_M et r_s , on peut avoir :

$$\Delta\Phi_0^P > \Delta\Phi_0^r.$$

k - On a représenté figure 2.12 la variation du flux dans la boucle de mesure BM, d'une manière identique aux figures 2.8 et 2.9 relatives à la boucle BS.

Par analogie avec Φ_a et Φ_b (§ c), on définit pour le rayon r_M , les flux extrêmes Φ_a^M et Φ_b^M obtenus en présence et en absence d'échantillon.

$$\text{On pose : } \Delta\Phi^M = \Phi_a^M - \Phi_b^M \quad (*k)$$

Les variations de flux obtenues au cours des changements réguliers de position de l'échantillon sont notées successivement :

$$\begin{aligned}
M_0^a, M_1^a, \dots, M_n^a & \quad \text{partant de la position (a)} \\
\text{et} \\
M_0^b, M_1^b, \dots, M_n^b & \quad \text{partant de la position (b)}
\end{aligned}$$

(*i) la limite supérieure de $\Delta\Phi_0^P$ est, compte tenu de la remarque précédente (*h) : $\Delta\Phi_0^P \leq \frac{2\pi M}{r_M} \frac{r_M^3}{r_s^3}$

(*k) la limite supérieure de $\Delta\Phi^M$ est $\frac{2\pi M}{r_M}$

position de l'échantillon

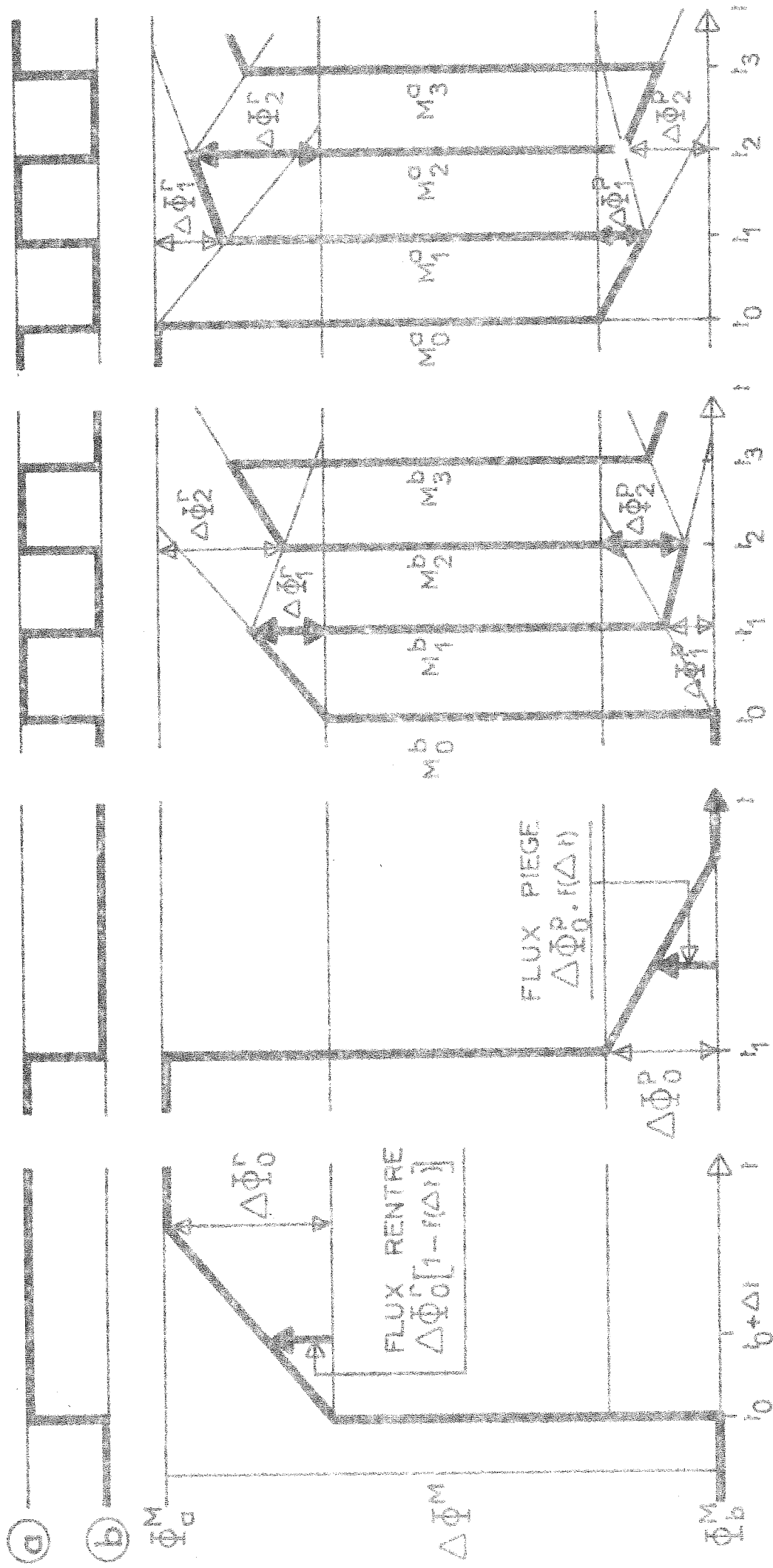


Figure 2.12 : Variation du flux à travers la boucle de mesure BM en supposant $\Delta \Phi_0^P < \Delta \Phi_0^F$

1 - A partir de la figure 2.12 et des formules du § f, on montre aisément que les termes pairs suivent les progressions suivantes :

$$\left. \begin{aligned} M_{2n}^a &= \Delta\phi^M - \Delta\phi_O^r + \left[\Delta\phi_{2n}^r - \Delta\phi_{2n}^p \right] \\ M_{2n+2}^a &= \Delta\phi^M - \Delta\phi_O^r + \left[a(\Delta\phi_O^r - \Delta\phi_O^p) + (1-a)^2(\Delta\phi_{2n}^r - \Delta\phi_{2n}^p) \right] \\ \lim M_{2n}^a &= \Delta\phi^M - \Delta\phi_O^r + \frac{\Delta\phi_O^r - \Delta\phi_O^p}{2-a} \end{aligned} \right\} |2.11|$$

$$\left. \begin{aligned} M_{2n}^b &= \Delta\phi^M - \Delta\phi_O^p - \left[\Delta\phi_{2n}^r - \Delta\phi_{2n}^p \right] \\ M_{2n+2}^b &= \Delta\phi^M - \Delta\phi_O^p - \left[a(\Delta\phi_O^r - \Delta\phi_O^p) + (1-a)^2(\Delta\phi_{2n}^r - \Delta\phi_{2n}^p) \right] \\ \lim M_{2n}^b &= \Delta\phi^M - \Delta\phi_O^p - \frac{\Delta\phi_O^r - \Delta\phi_O^p}{2-a} \end{aligned} \right\} |2.12|$$

De la même manière, les termes impairs suivent les progressions suivantes :

$$\left. \begin{aligned} M_{2n-1}^a &= \Delta\phi^M - \Delta\phi_O^p - \left[\Delta\phi_{2n-1}^r - \Delta\phi_{2n-1}^p \right] \\ M_{2n+1}^a &= \Delta\phi^M - \Delta\phi_O^p - \left[a(\Delta\phi_O^r - \Delta\phi_O^p) + (1-a)^2(\Delta\phi_{2n-1}^r - \Delta\phi_{2n-1}^p) \right] \\ \lim M_{2n+1}^a &= \Delta\phi^M - \Delta\phi_O^p - \frac{\Delta\phi_O^r - \Delta\phi_O^p}{2-a} \end{aligned} \right\} |2.13|$$

$$\left. \begin{aligned} M_{2n-1}^b &= \Delta\phi^M - \Delta\phi_O^r + \left[\Delta\phi_{2n-1}^r - \Delta\phi_{2n-1}^p \right] \\ M_{2n+1}^b &= \Delta\phi^M - \Delta\phi_O^r + \left[a(\Delta\phi_O^r - \Delta\phi_O^p) + (1-a)^2(\Delta\phi_{2n-1}^r - \Delta\phi_{2n-1}^p) \right] \\ \lim M_{2n+1}^b &= \Delta\phi^M - \Delta\phi_O^r + \frac{\Delta\phi_O^r - \Delta\phi_O^p}{2-a} \end{aligned} \right\} |2.14|$$

Ainsi :

$$\left. \begin{aligned} \lim M_{2n}^a &= \lim M_{2n+1}^b \\ \lim M_{2n}^b &= \lim M_{2n+1}^a \end{aligned} \right\} |2.15|$$

Avec $\Delta\phi_o^r - \Delta\phi_o^p > 0$, les termes M_{2n}^a et M_{2n+1}^a décroissent jusqu'à leurs limites respectives, tandis que les termes M_{2n}^b et M_{2n+1}^b vont en augmentant. Finalement :

$$\lim M_{2n}^a - \lim M_{2n}^b = \lim M_{2n+1}^b - \lim M_{2n+1}^a = \left[\Delta\phi_o^r - \Delta\phi_o^p \right] \frac{a}{2-a} \quad |2.16|$$

m - L'analyse précédente met en oeuvre une boucle supraconductrice, une boucle de mesure et un échantillon se déplaçant instantanément entre deux positions infiniment éloignées. On admettra que cette analyse peut être étendue sans modification au cas d'un solénoïde supraconducteur, d'une bobine de mesure simple, et d'un déplacement fini et non instantané de l'échantillon.

2.4.4 - La vérification des hypothèses

Les expériences suivantes ont été effectuées à l'aide d'une bobine de mesure constituée de deux enroulements en série-opposition : pour rester dans le cadre de l'analyse précédente, les positions adoptées pour l'échantillon sont les suivantes :

- (a) échantillon au centre de l'enroulement supérieur,
- (b) échantillon à 4 ou 5 cm au-dessus de l'enroulement supérieur.

On considérera que dans ces conditions, le rôle de l'enroulement inférieur peut être négligé.

2.4.4.1 - Exemples

- Examinons à nouveau l'exemple cité au § 2.4.1. Les variations de flux observées lors de la rentrée ou de la sortie de l'échantillon de la bobine de mesure, après un arrêt en dehors (figure 2.4, courbes α et β), correspondent respectivement aux termes M_{2n}^b et M_{2n+1}^b calculés précédemment (eq. 2.12 et 2.14). De même, les mesures effectuées lors de la sortie de l'échantillon, après un arrêt à l'intérieur de la bobine de mesure (courbes γ et δ), correspondent aux termes M_{2n}^a (eq. 2.11).

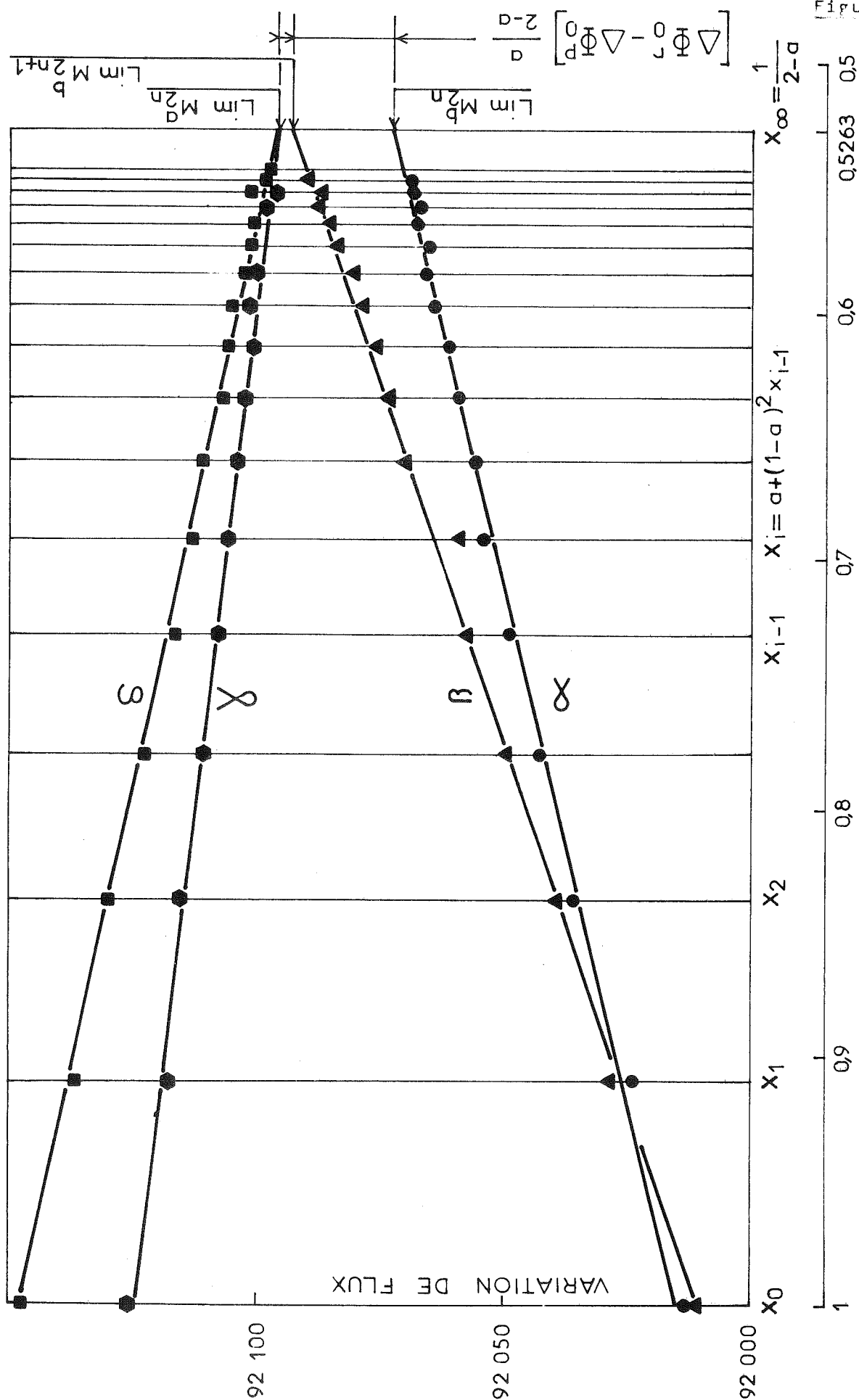


Figure 2.13

Figure 2.13 : Mesures de la figure 2.4 portées en fonction de x_1 , avec $a = 0,1$

- On vérifie (figure 2.13) que ces différentes mesures suivent les progressions attendues (§ 2.4.3-1), en portant les valeurs successives (0, 1, 2...i...) de chaque courbe en fonction d'un paramètre x_i tel que $x_{i+1} = a + (1-a)^2 x_i$, avec $x_0 = 1$. La comparaison avec eq. 2.12, par exemple, donne : $x_i = \frac{\Delta\phi_{2i}^r - \Delta\phi_{2i}^p}{\Delta\phi_0^r - \Delta\phi_0^p}$.

Le paramètre a est ajusté de manière à obtenir l'alignement des points. Le meilleur résultat est obtenu ici avec $a = 0,1$.

Pour $x_\infty = \frac{1}{2-a}$, on vérifie que la limite des termes M_{2n+1}^b (courbe β) et des termes M_{2n}^a (courbes δ et γ) est approximativement la même (à $3 \cdot 10^{-5}$ près) (eq. 2.15) ; la différence avec la limite des termes M_{2n}^b (courbe α) conduit à :

$$\frac{\Delta\phi_0^r - \Delta\phi_0^p}{\Delta\phi_M} = 4,3 \text{ à } 5,2 \cdot 10^{-3} \quad \text{d'après eq. 2.16.}$$

Utilisant la remarque du § 2.4.3 - !*, on peut estimer l'importance du flux piégé :

$$\frac{\Delta\phi_0^p}{\Delta\phi_M} = \frac{r_M^3}{r_s^3} \approx 53 \cdot 10^{-3}$$

le flux rentré est alors :

$$\frac{\Delta\phi_0^r}{\Delta\phi_M} \approx 57 \text{ à } 58 \cdot 10^{-3}.$$

- On pourrait citer de nombreux autres exemples de mesures qui suivent les progressions attendues. Chaque fois le paramètre a est de l'ordre de 0,1 à 0,12.

On estime que les hypothèses 1 et 2 sont ainsi vérifiées.

Puisque, dans toutes les mesures rapportées ici, le changement de position de l'échantillon a lieu toutes les 5 secondes, on peut écrire (d'après eq. 2.4)

$$f(5 \text{ sec.}) = 1 - a = 0,9 \text{ à } 0,88$$

2.4.4.2 - Détermination expérimentale de la loi de reptation du flux $f(\Delta t)$

- Pour déterminer la fonction $f(\Delta t)$, on procède de la manière illustrée figure 2.14.

On suppose qu'au temps t_{2n} , la variation de flux a atteint la

valeur limite : $\lim M_{2n}^a$, à la suite du mouvement régulier de l'échantillon. A partir du temps t_{2n+1} , l'échantillon est bloqué en position (a) durant $\Delta\theta > \Delta T$ ($\Delta T = 5$ sec.). La mesure suivante est alors :

$$M_O^a = M_{2n+1}^a + \frac{\Delta\Phi_O^r - \Delta\Phi_O^p}{2-a} [1-f(\Delta\theta)]$$

$$M_O^a = \Delta\Phi_M - \Delta\Phi_O^r + (\Delta\Phi_O^r - \Delta\Phi_O^p) \frac{2-a-f(\Delta\theta)}{2-a}$$

et la différence entre les deux mesures consécutives =

$$M(\Delta\theta) = M_O^a - \lim M_{2n}^a = (\Delta\Phi_O^r - \Delta\Phi_O^p) \frac{1-a-f(\Delta\theta)}{2-a} \quad |2.17|$$

Les mesures suivantes $M_1^a, M_2^a \dots$ progressent jusqu'à atteindre à nouveau $\lim M_{2n}^a$, comme dans l'exemple précédent.

- On obtient expérimentalement pour $\Delta\theta$ croissant, une courbe $M(\Delta\theta)$ qui semble se saturer au-delà de $\Delta\theta = 100$ sec. (figure 2.15). A partir de cette constatation et compte-tenu des résultats théoriques et expérimentaux des auteurs cités au § 2.4.2., on s'attend à ce que $f(\Delta t)$ suivent une loi logarithmique se saturant (s'annulant) au delà de $\Delta t = \Delta T_s$. Soit :

$$\begin{aligned} f(\Delta t) &= 1 - \log \left(\frac{\theta_O + \Delta t}{\theta_O} \right) && \text{pour } 0 \leq \Delta t \leq \Delta T_s \\ &= 0 && \text{pour } \Delta t \geq \Delta T_s \end{aligned} \quad |2.18|$$

θ_O est une constante de normalisation dépendant de la base choisie ($\ln_e$ ou $\log_{10}$).

Dans l'exemple de la figure 2.15, pour lequel $a = 0,12$, on peut écrire, par exemple :

$$f(5 \text{ sec.}) = 1 - 0,12 = 1 - \log \frac{\theta_O + 5}{\theta_O}$$

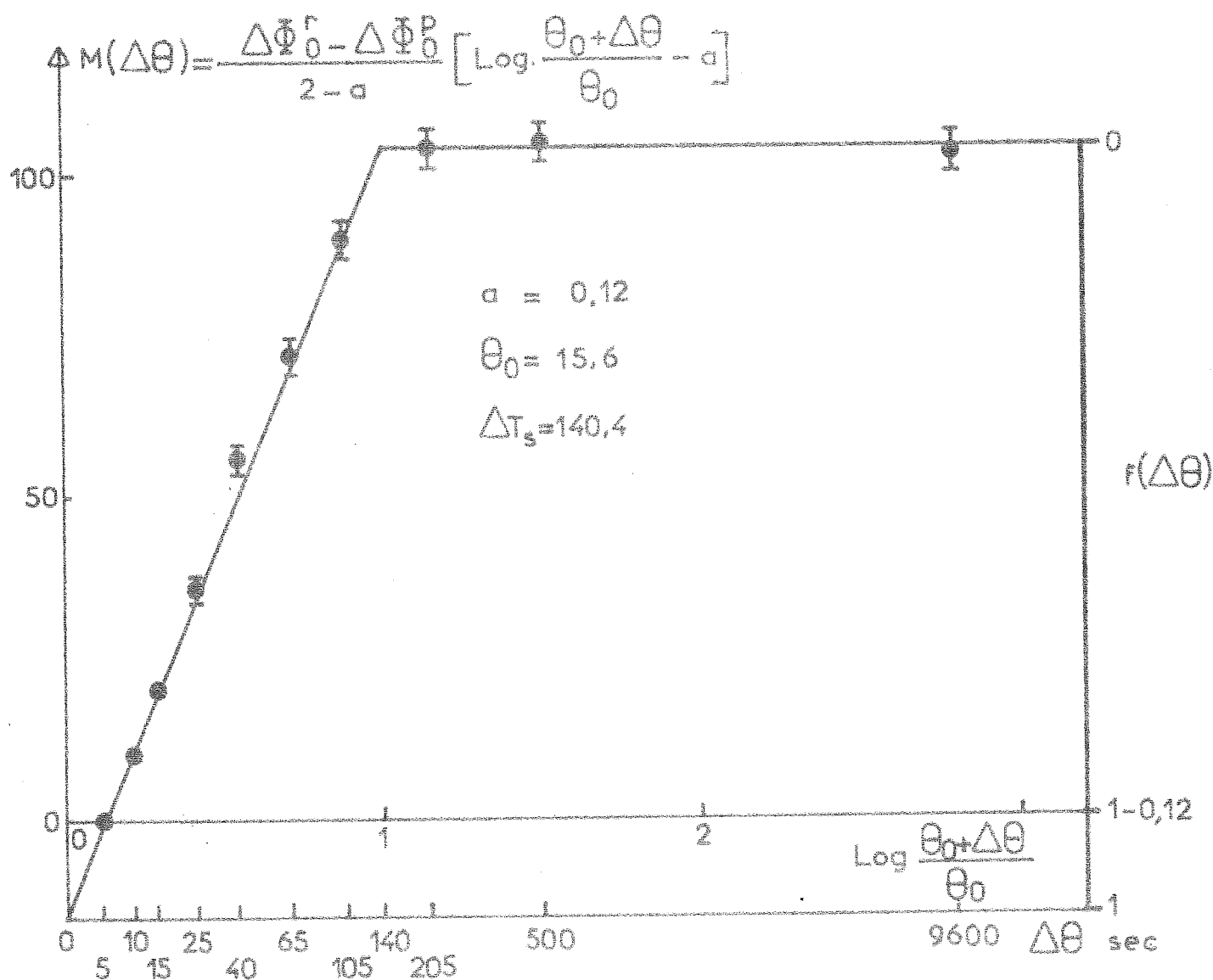
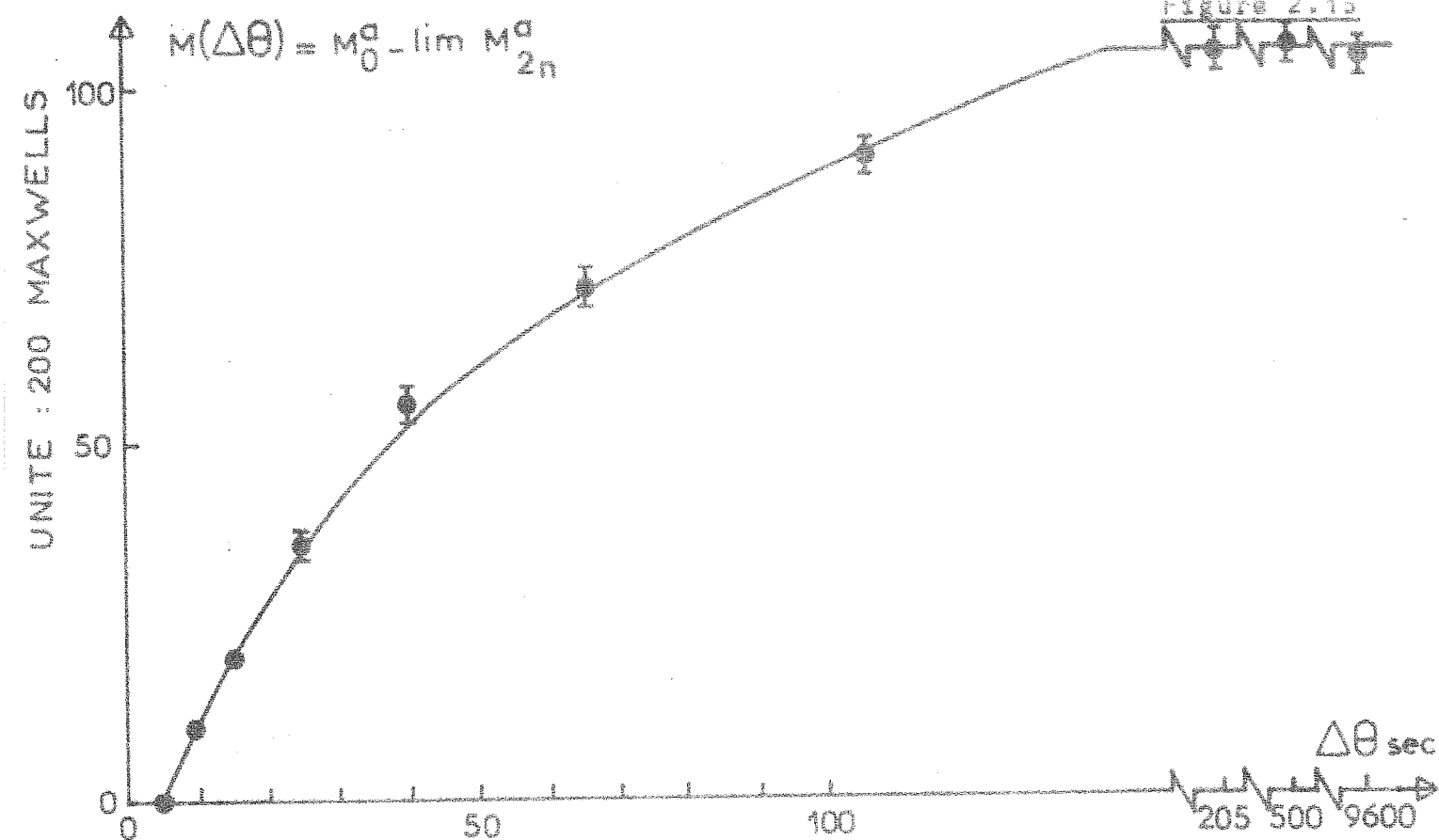
d'où : $\theta_O = 15,6$ sec.

ΔT_s est tel que :

$$\log \left(\frac{\theta_O + \Delta T_s}{\theta_O} \right) = 1$$

d'où : $\Delta T_s = 9\theta_O = 140,4$ sec.

La courbe $M(\Delta\theta)$ tracée en fonction de $\log \frac{15,6 + \Delta\theta}{15,6}$ est effectivement linéaire jusqu'à $\Delta\theta = \Delta T_s$ (figure 2.15).

Figure 2.15 : Détermination expérimentale de la loi de reptation du flux $f(\Delta\theta)$

- On peut considérer que ces expériences constituent une vérification supplémentaire de la loi de reptation du flux dépendant du temps de façon logarithmique, comme l'a prévu Anderson^(2.12).

2.4.4.3 - La Relation avec la grandeur du moment magnétique

Des expériences du même type que celles décrites dans le paragraphe précédent, ont été effectuées avec quatre échantillons d'une même substance (fer) et de masses différentes. Les résultats présentés figure 2.16) indiquent clairement qu'il y a proportionnalité entre la masse, donc le moment magnétique M de l'échantillon, et le flux $\Delta\Phi_O^r - \Delta\Phi_O^p$. Nous admettrons que cette relation entraîne également la proportionnalité entre M et $\Delta\Phi_O$ et qu'ainsi l'hypothèse 3 est vérifiée.

2.4.4.4 - l'Indépendance de $f(\Delta t)$ vis à vis du champ magnétique appliqué

Pour un même moment, on ne peut pas discerner de variation notable du paramètre a ni de $M(\Delta\theta)$ avec le champ magnétique appliqué (de 13 à 50 kOe) (figure 2.17). Ainsi la fonction $f(\Delta\theta)$ caractérisant la vitesse de reptation du flux peut être considérée comme indépendante du champ, résultat déjà observé par Beasley et al^(2.13).

2.4.5 - Les conséquences

2.4.5.1 - La technique de mesure

- a - La technique de mesure consiste à éliminer les termes dépendants du temps.
- b - Dans les expressions des variations de flux M_{2n}^a ou M_{2n}^b enregistrées lors des déplacements de l'échantillon, le terme dépendant du temps est proportionnel à la différence $\Delta\Phi_{2n}^r - \Delta\Phi_{2n}^p$ (eq. 2.11 et 2.12). On pourrait chercher un rayon de bobine de mesure r_M (autre que r_s , s'il existe) pour lequel on ait : $\Delta\Phi_O^r = \Delta\Phi_O^p$; le terme ennuyeux disparaîtrait alors.

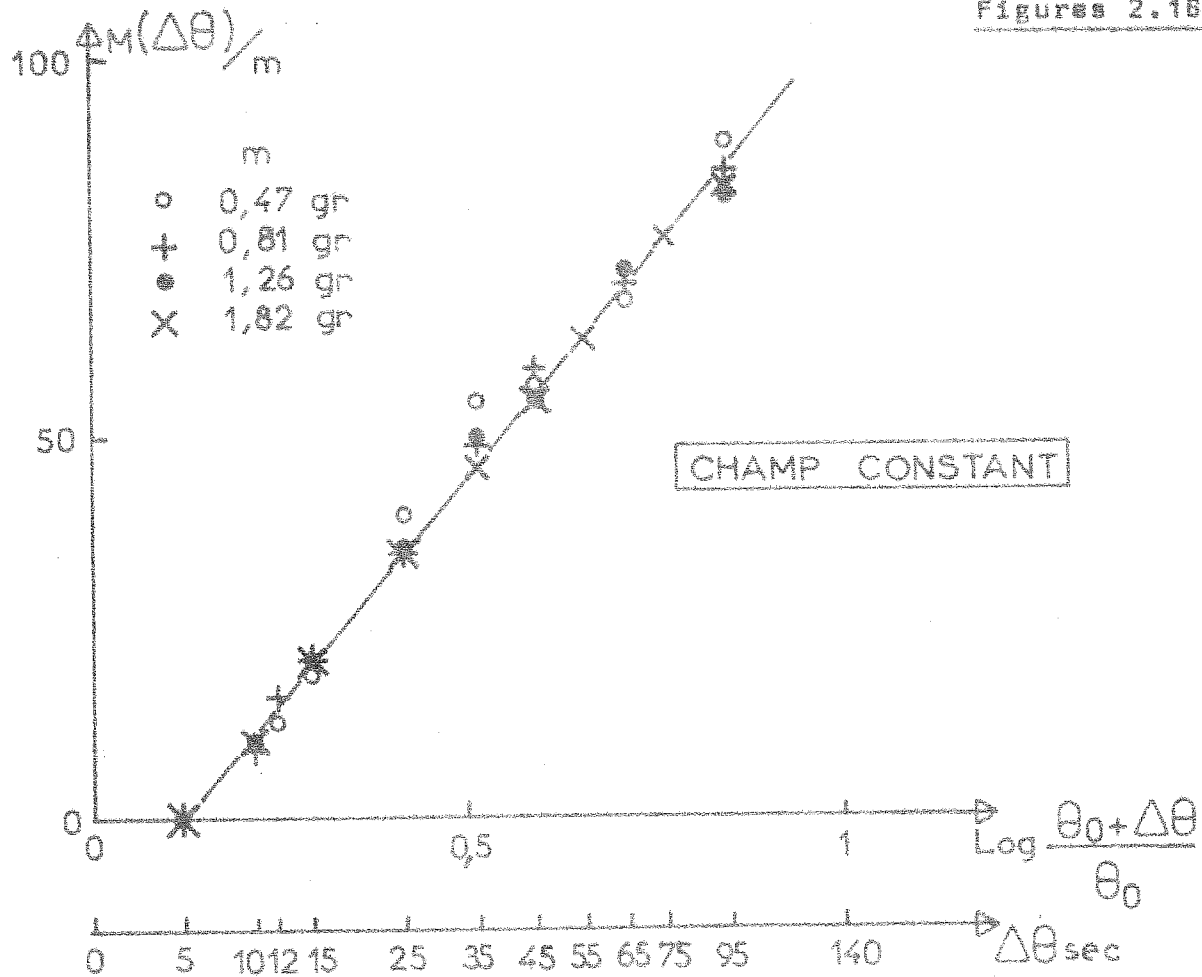


Figure 2.16 : Proportionnalité entre $(\Delta\theta_D^r - \Delta\theta_D^p)$ et le moment

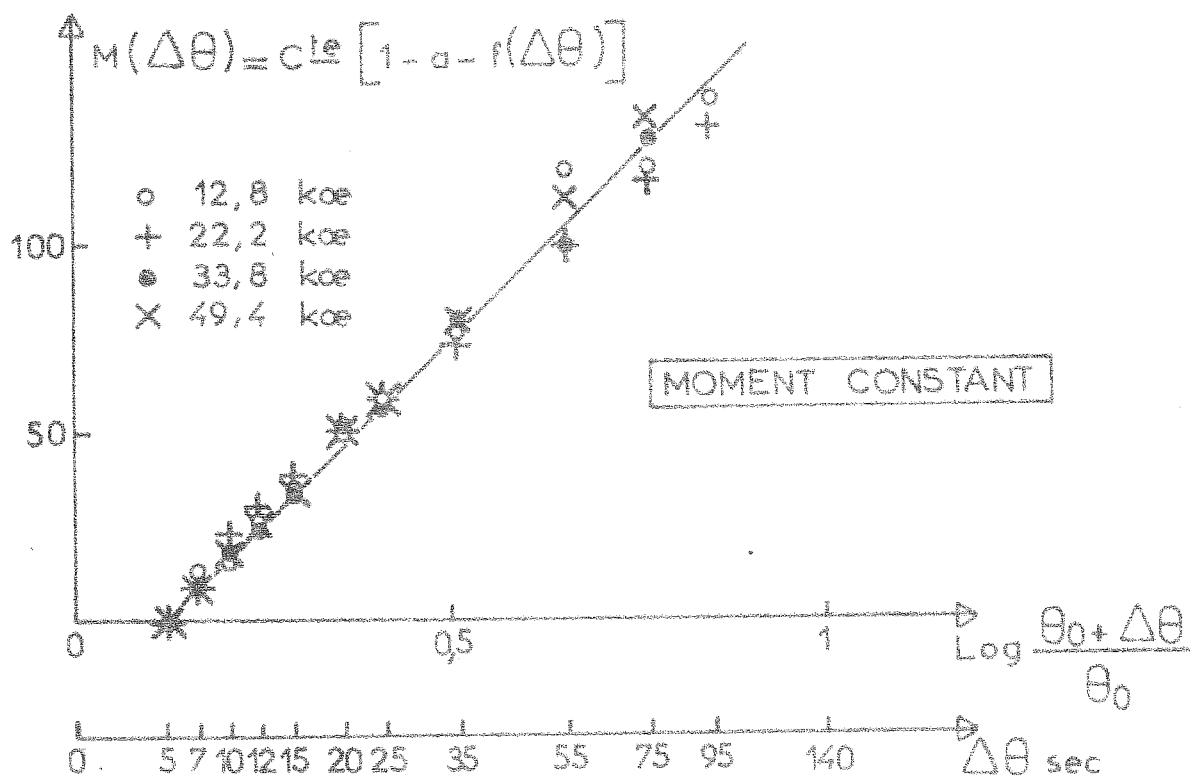


Figure 2.17 : Indépendance de $f(\Delta\theta)$ et du champ appliqué

- c - Cette précaution s'avère inutile lorsqu'on emploie comme à l'habitude, une bobine de mesure composée de deux bobinages en série et opposés. Le flux mesuré dans de telles conditions est la somme des termes M_{2n}^a et M_{2n}^b , (car pour l'un des bobinages, l'échantillon paraît sortir et pour l'autre, il paraît rentrer). Alors :

$$M_{2n}^a + M_{2n}^b = 2\Delta\Phi^M - (\Delta\Phi_O^r + \Delta\Phi_O^p).$$

Ce terme, indépendant de n , est constant dans le temps.

- d - Le problème serait résolu si on n'avait pas négligé jusqu'à présent le temps de mesure = dt^*

D'après la figure 2.12 et les eq. 2.11 et 2.12, la mesure est en réalité :

$$\Delta\Phi_{bob} = M_{2n}^a + \Delta\Phi_{2n}^p [1-f(dt)] + M_{2n}^b + \Delta\Phi_{2n}^r [1-f(dt)]$$

et

$$\lim \Delta\Phi_{bob} = \lim M_{2n}^a + \lim M_{2n}^b + (\Delta\Phi_O^r + \Delta\Phi_O^p) \frac{1-f(dt)}{2-a}$$

en posant $f(dt) = 1-\epsilon$, on a :

$$\lim \Delta\Phi_{bob} = 2\Delta\Phi_M - (\Delta\Phi_O^r + \Delta\Phi_O^p) \frac{\epsilon}{2-a}$$

Le terme dépendant du temps est maintenant proportionnel à la somme $\Delta\Phi_{2n}^r + \Delta\Phi_{2n}^p$.

- e - L'élimination de ce terme s'effectue par la mise en série d'un double bobinage de compensation avec le bobinage de mesure. Le flux de compensation est ajusté en jouant sur le nombre de spires (facteur k) :

$$\lim \Delta\Phi_{comp} = k \left[2\Delta\Phi_{comp}^M - (\Delta\Phi_{comp}^r + \Delta\Phi_{comp}^p) \frac{\epsilon}{2-a} \right]$$

k est choisi de telle manière que

$$\Delta\Phi_O^r + \Delta\Phi_O^p = k(\Delta\Phi_{comp}^r + \Delta\Phi_{comp}^p)$$

* Celui-ci ne peut pas être infiniment court, car le fluxmètre se sature lorsque la variation de flux $e = -\frac{d\Phi}{dt}$ dépasse une tension limite.

Le flux total mesuré est alors indépendant du temps :

$$\Delta\Phi_{\text{tot}} = 2 \left[\Delta\Phi^M - k\Delta\Phi_{\text{comp}}^M \right]$$

- f - Pratiquement, la compensation ne peut être parfaite. Il est encore nécessaire d'espacer les mesures de manière régulière pour les faire converger.
- g - Pour limiter la réduction du flux total par le bobinage de compensation, on cherche à obtenir $\Delta\Phi_{\text{comp}}^M$ et k minimum ainsi que $(\Delta\Phi_{\text{comp}}^r + \Delta\Phi_{\text{comp}}^p)$ maximum : toutes ces conditions sont réalisées lorsque le rayon du bobinage de compensation tend vers le rayon intérieur r_s du solénoïde supraconducteur (eq. 2.9 et 2.10). C'est pourquoi, les bobines de mesures complètes sont construites de la manière indiquée § 2.5.
- h - La variation de flux totale obtenue expérimentalement n'est pas tout à fait la valeur théorique attendue :

$$\Delta\Phi_{\text{tot}}^{\text{théo}} = 2 \left[\frac{B_{\text{bob}} - B_{\text{comp}}}{i} \right] \cdot M \quad (\text{voir § 2.1.3})$$

car la répartition radiale du flux n'est pas celle qui existerait en l'absence de supraconducteur (figure 2.11). La différence observée (de l'ordre de 1 % dans le cas présent) est fonction de r_s : il est donc indispensable d'étalonner une même bobine de mesure dans les différentes bobines de champ dans lesquelles elle est employée.

2.4.5.2 - L'influence du centrage radial de l'échantillon

- L'induction rayonnée par l'échantillon varie en $1/r^3$ (figure 2.11). On comprend alors l'influence du centrage du moment par rapport à l'axe du bobinage supraconducteur. On a pu constater qu'un décentrage de l'ordre de 1 mm entraînait une augmentation de 300 % de $\Delta\Phi_O^r - \Delta\Phi_O^p$.
- Lorsque la précision des mesures est recherchée, on doit empêcher la rotation du porte-échantillon au cours des expériences : elle entraîne une variation du centrage radial de l'échantillon (en raison des jeux mécaniques nécessaires ou du centrage imparfait de l'échantillon dans le porte-échantillon).

Si cette précaution n'est pas prise, des variations de l'ordre de 10^{-4} peuvent être obtenues entre les différentes mesures, conséquence

- . de la compensation imparfaite de la composante dépendant du temps,
- . de la variation radiale de la caractéristique théorique de la bobine de mesure : $B/I(r)$ (§ 2.1.3).

2.4.6 - Conclusion

2.4.6.1 - sur la reptation du flux

On a mis en évidence un phénomène de reptation du flux associé au déplacement d'un moment magnétique à l'intérieur d'un matériau supraconducteur. On a écrit et vérifié expérimentalement que l'écart à la valeur d'équilibre du flux est proportionnel au déséquilibre de flux initial et à une fonction $f(\Delta t)$ telle que :

$$f(\Delta t) = 1 - \log \frac{\theta_o + \Delta t}{\theta_o} = \log \frac{\theta_o + \Delta T_s}{\theta_o + \Delta t} \text{ pour } \Delta t \leq \Delta T_s$$

$$= 0 \quad \text{pour } \Delta t \geq \Delta T_s$$

où Δt représente le temps écoulé depuis l'instant θ_o du déséquilibre et ΔT_s le temps mis pour atteindre l'équilibre ($\Delta T_s \approx 140$ à 180 sec).

N.B.1 - Compte-tenu des marges d'erreur expérimentales on pourrait estimer qu'une loi de variation en $e^{-\frac{\Delta t}{\tau}}$ pour $f(\Delta t)$ est presque aussi satisfaisante : seule une étude théorique et expérimentale approfondie permettrait de l'écarter.

N.B.2 - On a estimé que le matériau supraconducteur se trouvait à l'état critique : ce n'est vrai, dans le sens donné au § 2.4.2 (cf. courbe $H'(H)$, figure 2.5) que lors du 1er déplacement de l'échantillon, et pour une partie seulement du supraconducteur. Dans des conditions comparables, Beasley et al (§ 7.5, réf. 2.13) ont observé le phénomène de reptation du flux, en dehors de la "courbe critique", bien que la théorie d'Anderson ne le prévoie pas explicitement.

2.4.6.2 - Sur la mesure du moment

La méthode de mesure proposée permet de s'affranchir des conséquences fâcheuses que la reptation du flux entraîne. La grande résolution obtenue n'est pas illusoire pour les raisons suivantes :

- la reproductibilité à long terme de la mesure est de l'ordre de 10^{-5} ,
- les résultats obtenus sont identiques dans des solénoïdes de matériaux différents (niobium-zirconium, niobium-titane) et dans des solénoïdes de dimensions différentes,
- les variations de moment au voisinage de la saturation (loi d'approche ou susceptibilité superposée) ne sont pas influencés par le phénomène de reptation du flux car elles sont très différenciées d'une substance étudiée à l'autre et aucun terme commun ne peut être décelé,
- la linéarité du système de mesure est meilleure que $2 \cdot 10^{-4}$, d'après les résultats obtenus sur une série d'échantillons dont le moment variait dans le rapport 1 à 4.

2.5 - LA BOBINE DE MESURE ET L'EXTRACTEUR

La recherche d'une très grande résolution sur la mesure du moment se heurte à deux types de difficultés expérimentales : d'une part à l'influence du mouvement des filaments de flux dû au déplacement de l'échantillon, d'autre part aux exigences du positionnement de l'échantillon dans la bobine de mesure.

La constitution de la bobine de mesure est passée successivement par les étapes schématisées figure 2.18. Les premières bobines de type (a) ont révélé le rôle joué par le milieu supraconducteur : les mesures effectuées à intervalles réguliers (10 à 20 sec.), à champ constant, tendaient d'une manière continue vers une valeur limite atteinte au bout de 30 à 50 mesures, avec une reproductibilité médiocre. L'adjonction d'un bobinage de compensation "coaxial" dans les bobines de type (b) a immédiatement réduit le nombre de mesures nécessaires pour atteindre la valeur limite : l'écart relatif entre deux mesures consécutives est

Figure 2.18

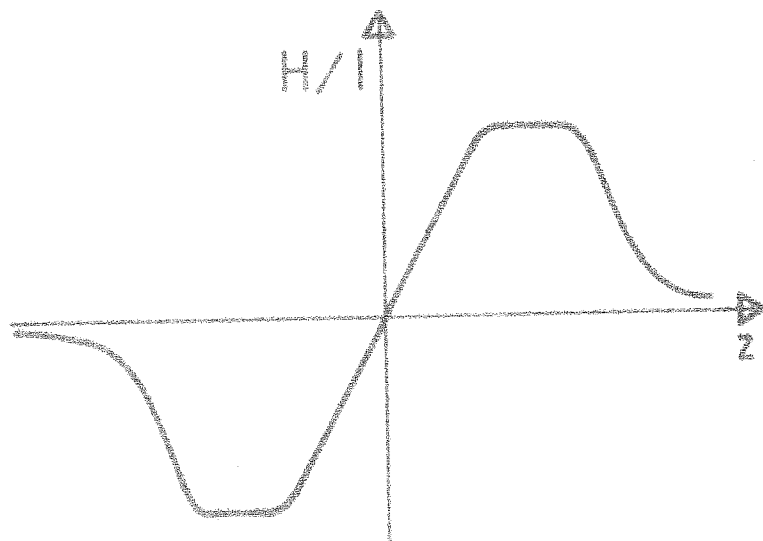
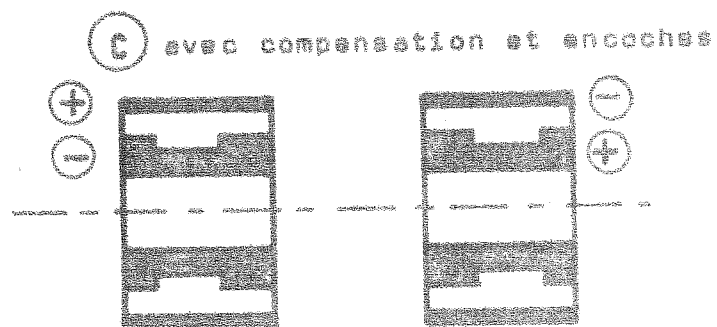
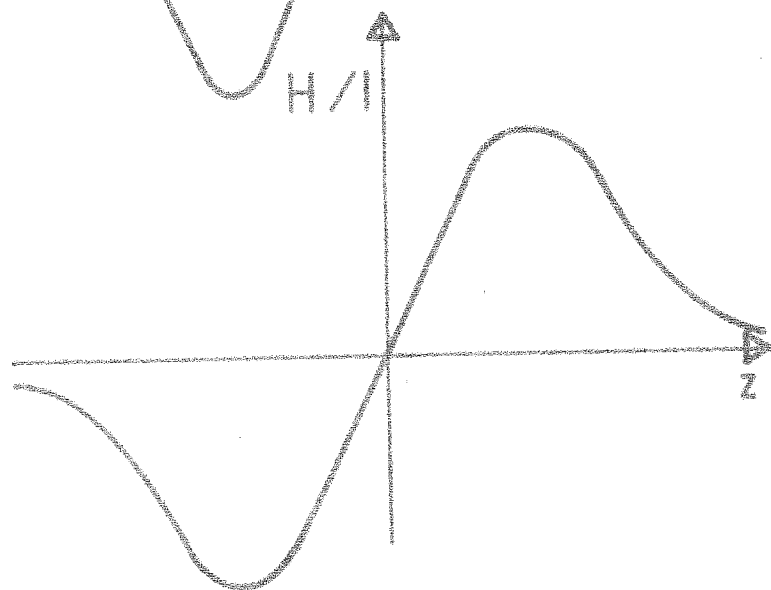
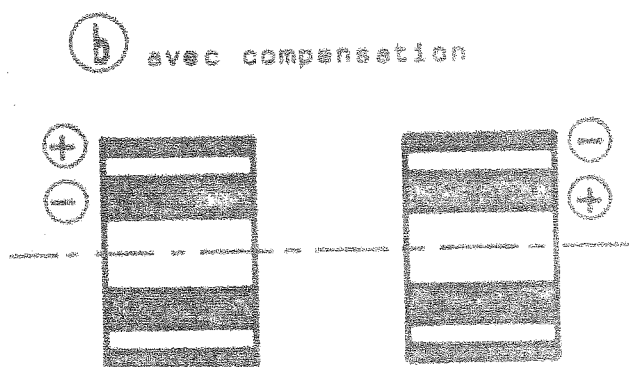
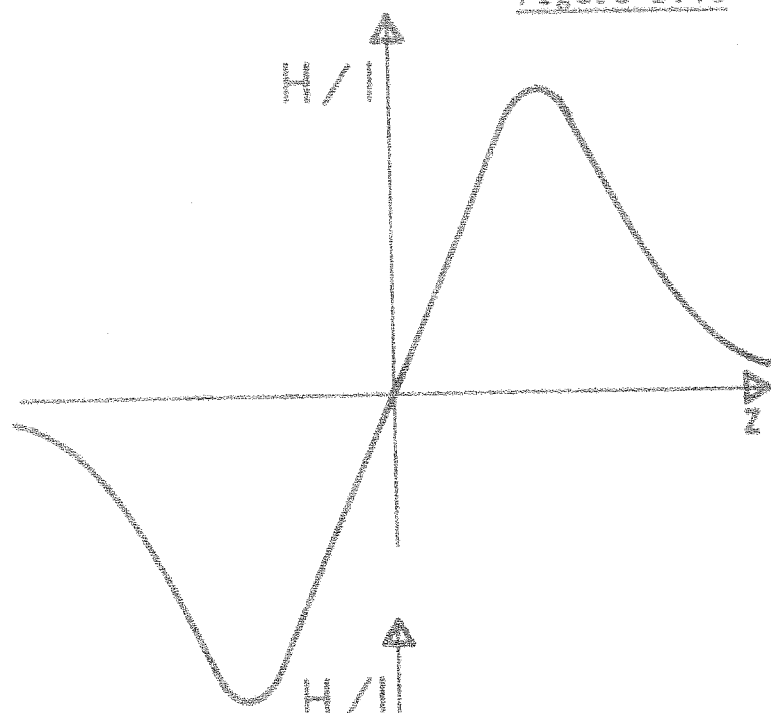
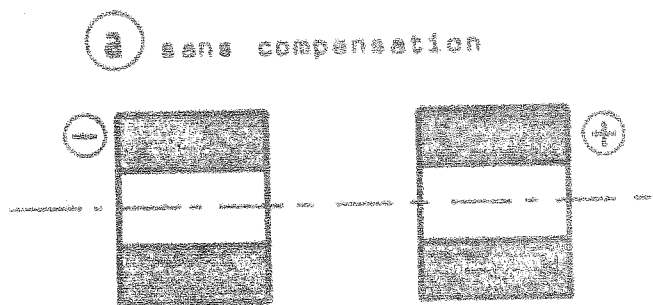


Figure 2.18 : Schéma de constitution des bobines de mesures et cartes de champ axiales correspondantes

ramené à 10^{-5} au bout de 3 à 6 mesures, selon la configuration de la bobine. Cette grande résolution a fait apparaître l'importance du positionnement précis de l'échantillon. La reproductibilité à long terme ne pouvait manifestement être obtenue que si la mesure ne dépendait pas fondamentalement du centrage de l'échantillon dans ses deux positions extrêmes : on a remarqué par exemple que la variation du niveau de l'hélium liquide dans le cryostat entraînait une variation de la longueur de la tige porte-échantillon et par suite une modification de la mesure. En conséquence il fallait d'une part calculer une bobine de mesure dont la caractéristique $B/I(z)$ présente non plus deux pics mais deux larges paliers et d'autre part, construire un extracteur capable de positionner l'échantillon avec précision et de manière reproductible au niveau de chaque palier. L'encoche pratiquée dans le bobinage central des bobines de type (c) permet d'obtenir le palier recherché. Le calcul des cotes de ce type de bobine est détaillé en annexe II.

Pour obtenir une caractéristique $B/I(z)$ de qualité, c'est-à-dire ne présentant qu'un seul maximum très étalé, un soin extrême doit être porté au calcul d'abord et à la fabrication ensuite. La carte de champ axiale de la bobine de mesure représentée figure 2.19 (dont les dimensions exactes sont données en annexe) indique un palier de 5 mm à 10^{-4} près. L'allure générale de $B/I(z)$ a été vérifiée au gaussmètre (sonde à effet Hall), la bobine de mesure étant alimentée à courant constant (0,5 mA). Une vérification précise du palier est obtenue directement par la mesure du moment d'un échantillon sphérique : un décentrage de celui-ci de ± 2 mm entraîne sur le flux mesuré des écarts inférieurs à 10^{-4} (et 10^{-5} pour un décentrage de $\pm 0,3$ mm). Ces valeurs sont en bon accord avec la carte de champ calculée.

Le vérin pneumatique s'est révélé être le meilleur moyen pour déplacer l'échantillon. Les positions de centrage sont réglées l'une et l'autre au moyen d'un système pas de vis-écrou à rattrapage de jeu : la résolution est de 10 μ et la reproductibilité mesurée au comparateur meilleure que 5 μ . L'avantage évident du vérin pneumatique tient au fait qu'il n'est pas source de bruit électrique, condition impérative dans la recherche d'une résolution sur la mesure toujours plus grande.

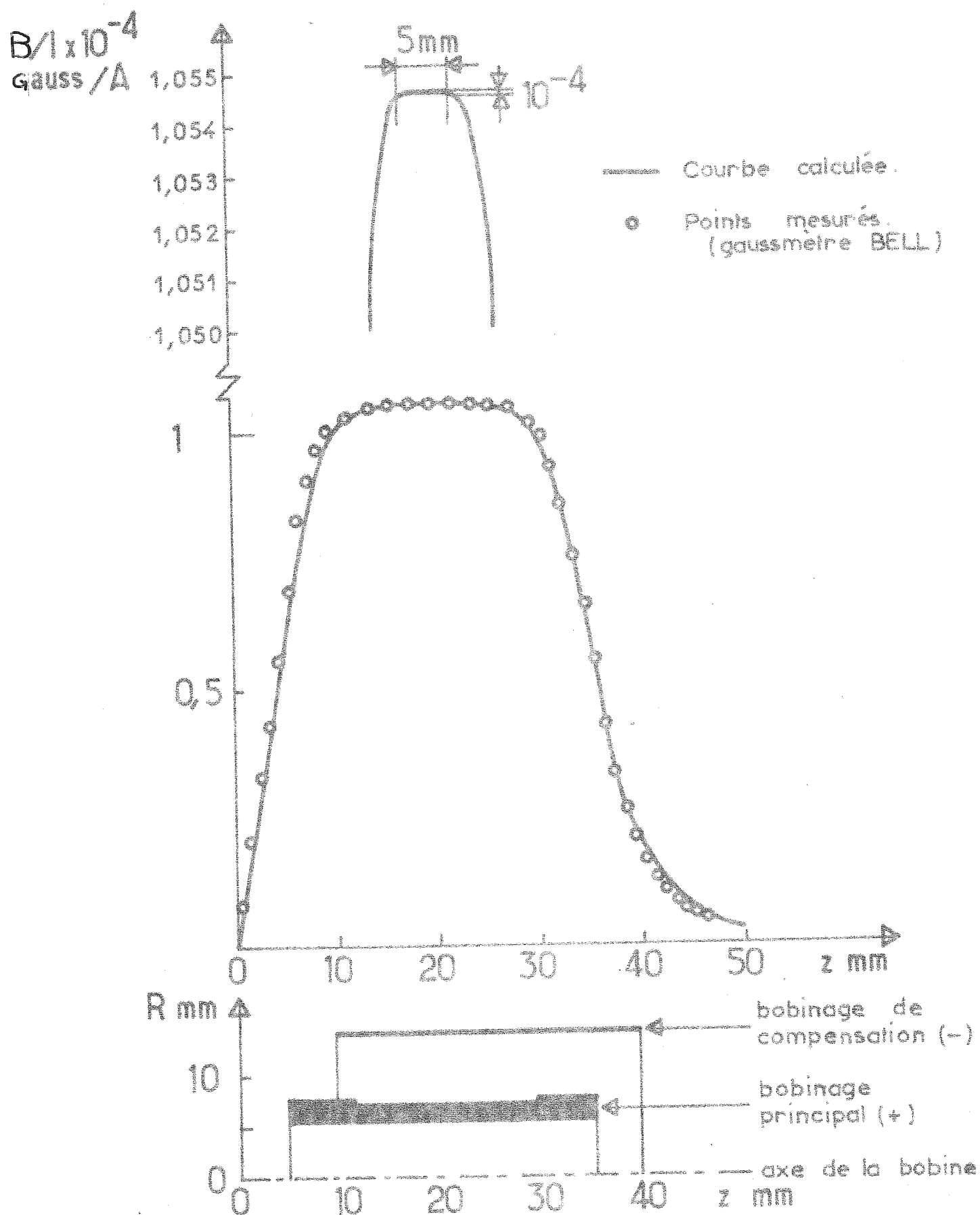


Figure 2.19 : Carte de champ axiale et constitution de la bobine de mesure (demi-bobine)

2.6 - L'AUTOMATISATION

L'automatisation de la mesure est venue tout naturellement à partir du moment où :

- un seul appareil permettait de mesurer toutes les grandeurs : aimantation, champ, température,
- cet appareil, étant programmable et numérique, offrait des possibilités multiples de sorties des résultats,
- la technique de mesure de l'aimantation imposait un cycle régulier, difficile à suivre manuellement (la plupart des résultats présentés dans ce travail ont cependant été obtenus avant l'automatisation complète du système).%

2.6.1 - Sur le schéma général de l'installation (figure 2.20),
on distingue :

- la partie <champ magnétique>, avec la bobine supraconductrice et son alimentation programmée*,
- la partie <mécanique>, avec l'extracteur pneumatique,
- la partie <mesure>, programmée par l'intermédiaire d'une matrice à diodes et comprenant :
 - o l'organe d'entrée (analogique) : commutateur de voies,
 - o l'appareil de mesure : voltmètre intégrateur "Vidar",
 - o les organes de sortie numérique : machine à écrire et perforatrice de ruban, et de sortie analogique : convertisseur numérique analogique "Pastoriza",
- le programmeur qui assure la coordination de l'ensemble.

* cette installation, avec la partie cryogénique associée, constitue une partie du travail de thèse de J. Déportes (Grenoble, 1971).

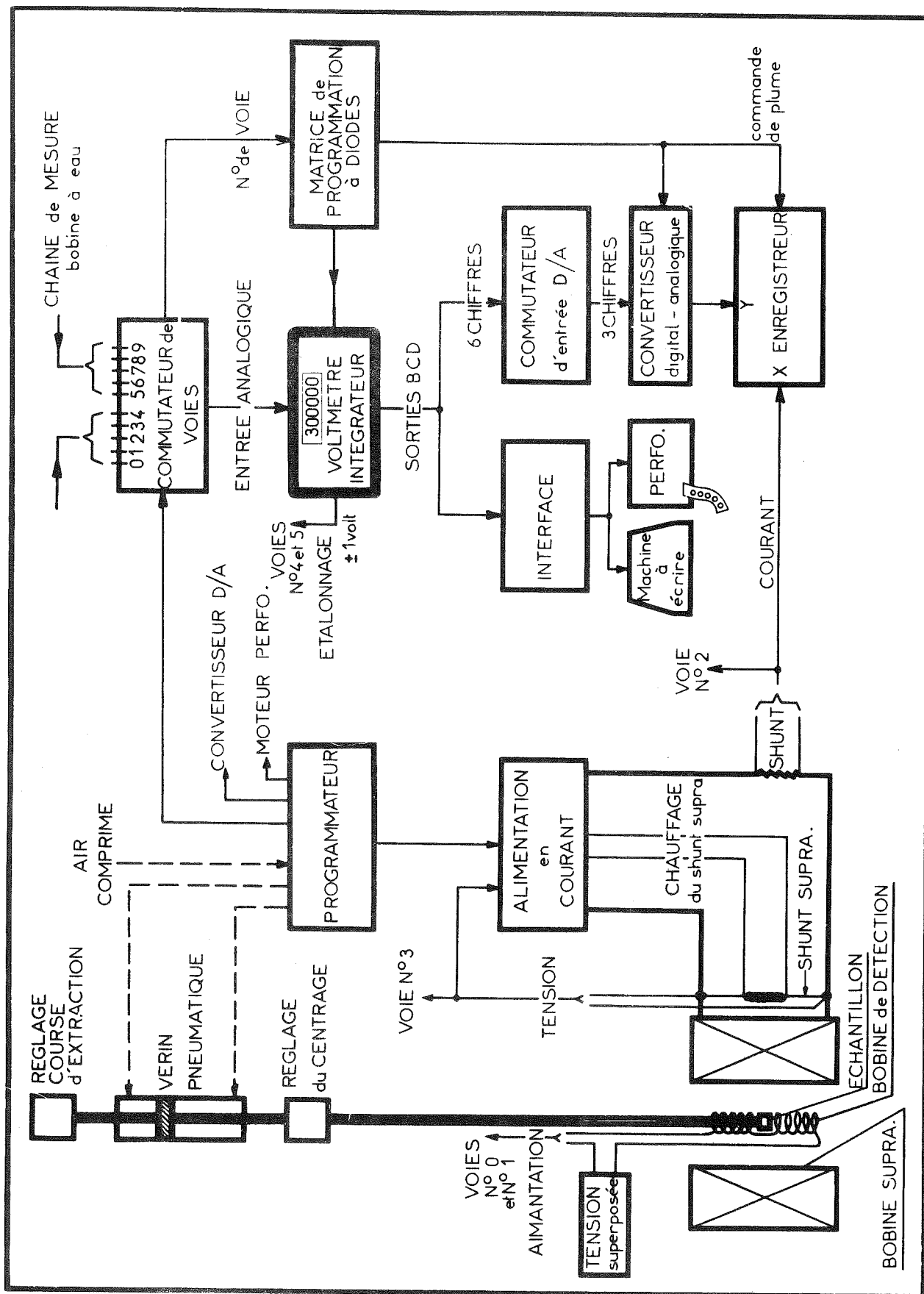


Figure 2.20 : Schéma général de l'installation

2.6.2 - Le programmeur est constitué, d'une part, par un ensemble de 24 contacts, dont l'ouverture ou la fermeture est commandée par des taquets disposés sur une nappe à deux sens de marche, d'autre part, par un compteur à préselection destiné à compter le nombre de mesures, enfin une horloge permet d'arrêter le programme pendant des temps donnés (2 préselections de 00;0 à 99,9 sec.)

2.6.3. - L'organigramme général (figure 2.21) indique, qu'après le centrage de l'échantillon et le réglage de l'alimentation de la bobine de champ, les mesures concernant une isotherme s'effectuent sans intervention manuelle.

On a détaillé la séquence des opérations effectuées au cours d'un palier de champ (figure 2.22) et au cours d'une variation de champ (figure 2.23). Des informations complémentaires sont données dans les tableaux associés aux figures 2.22 et 2.23.

Une isotherme est constituée de Q paliers de champ durant lesquels se succèdent à intervalles réguliers N séquences de mesure de P grandeurs. Le nombre total de résultats obtenus: $Q \times N \times P$ peut varier de 500 à 5000 selon la précision recherchée et le type de problème à résoudre. Le temps d'acquisition comprend le temps total de variation du champ (de 5 à 10 mm) auquel il faut ajouter le temps de mesure : $Q \times N \times 10$ sec. A titre d'exemple une courbe d'aimantation déterminée par 50 paliers de champ est obtenue en 60 mn environ avec une résolution meilleure que 10^{-5} ; avant que le système ne soit automatisé, il fallait une journée entière pour effectuer le même travail.

Figure 2.21

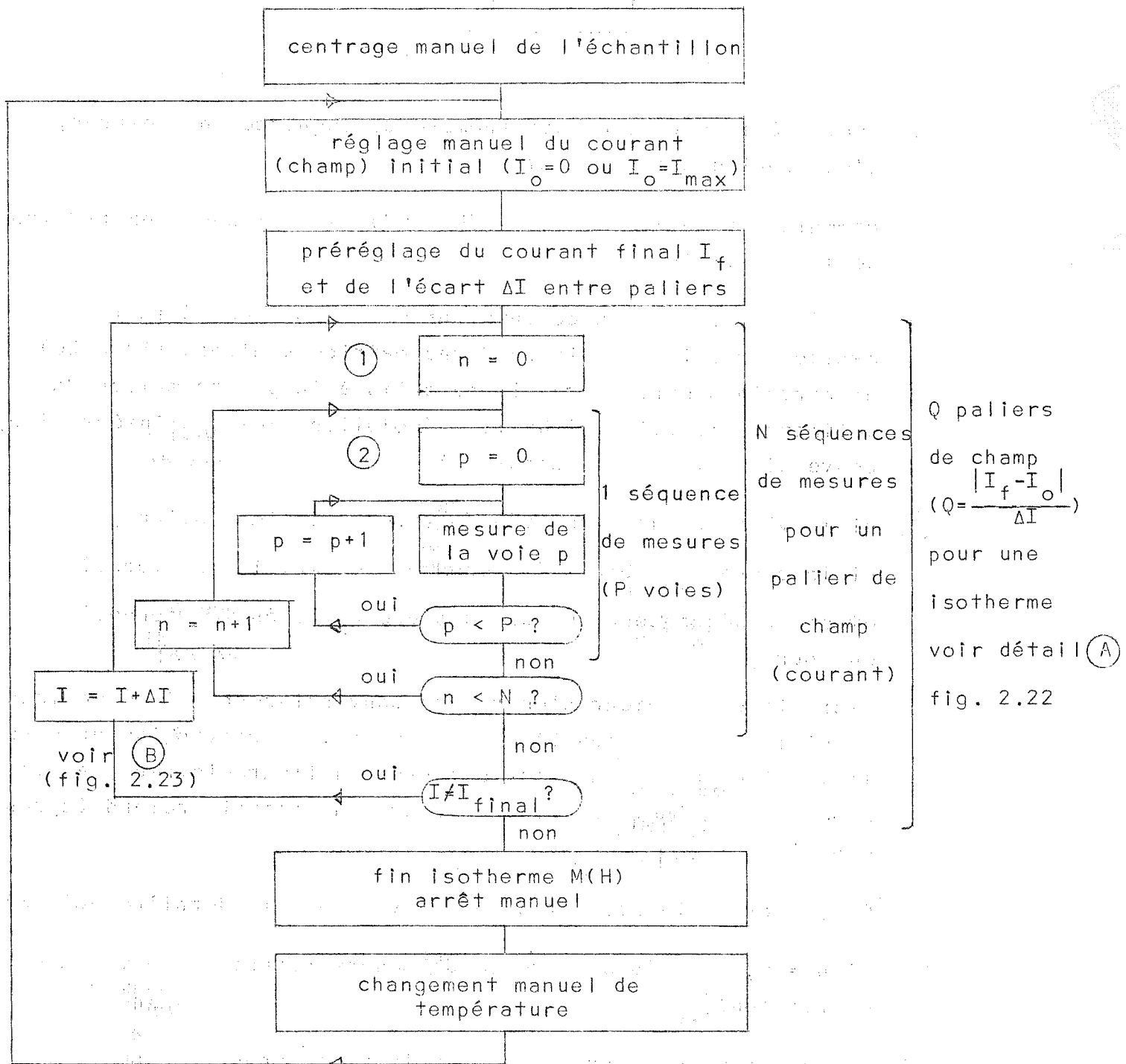


Figure 2.21 : Automatisation : organigramme général
voir détail (A) et (B) figures 2.22 et 2.23.

Figure 2.22

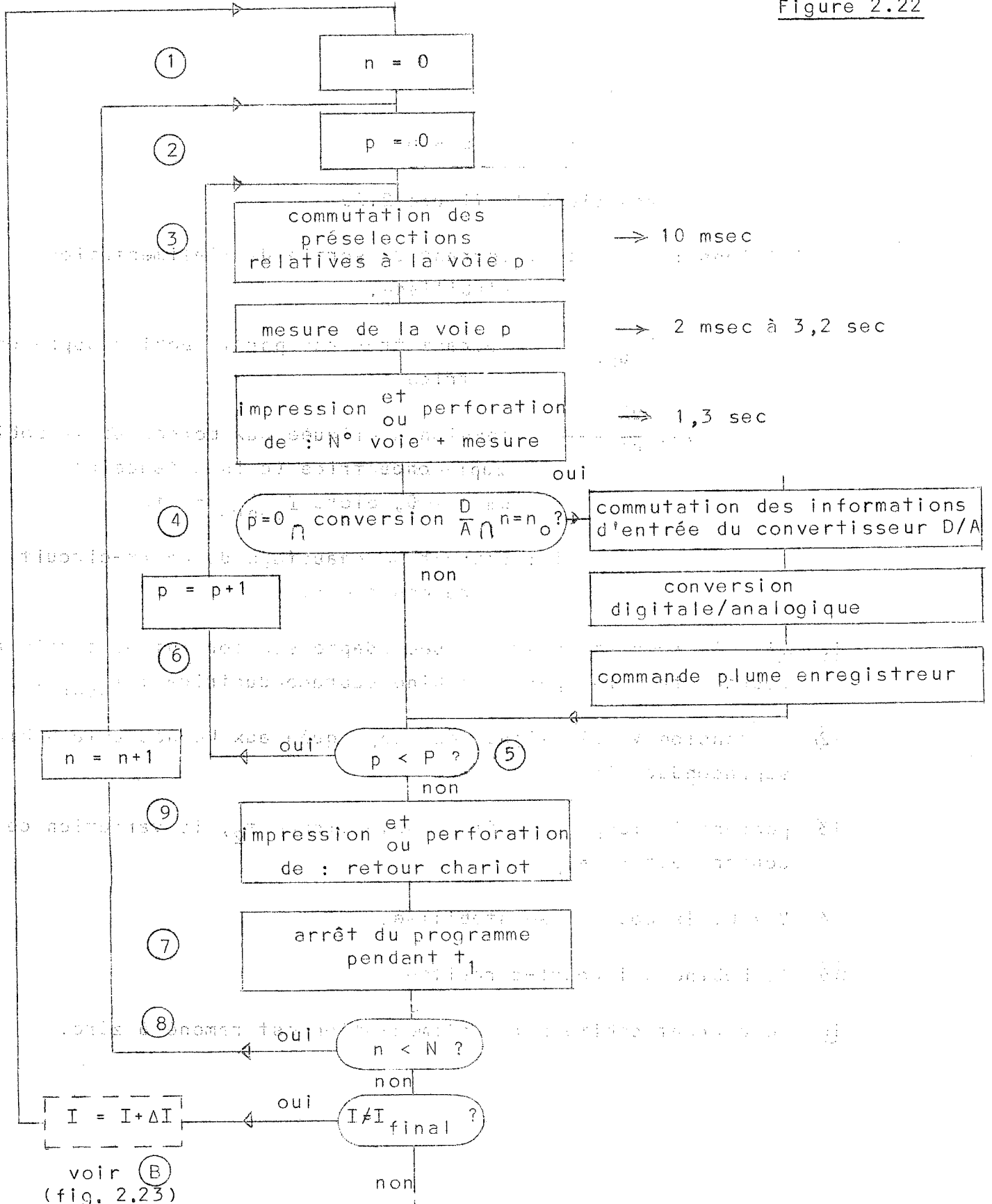


figure 2.22 : Automatisation : organigramme -

détail **(A)** : palier de champ

les chiffres cerclés renvoient au tableau associé (page de gauche).

Figure 2.23

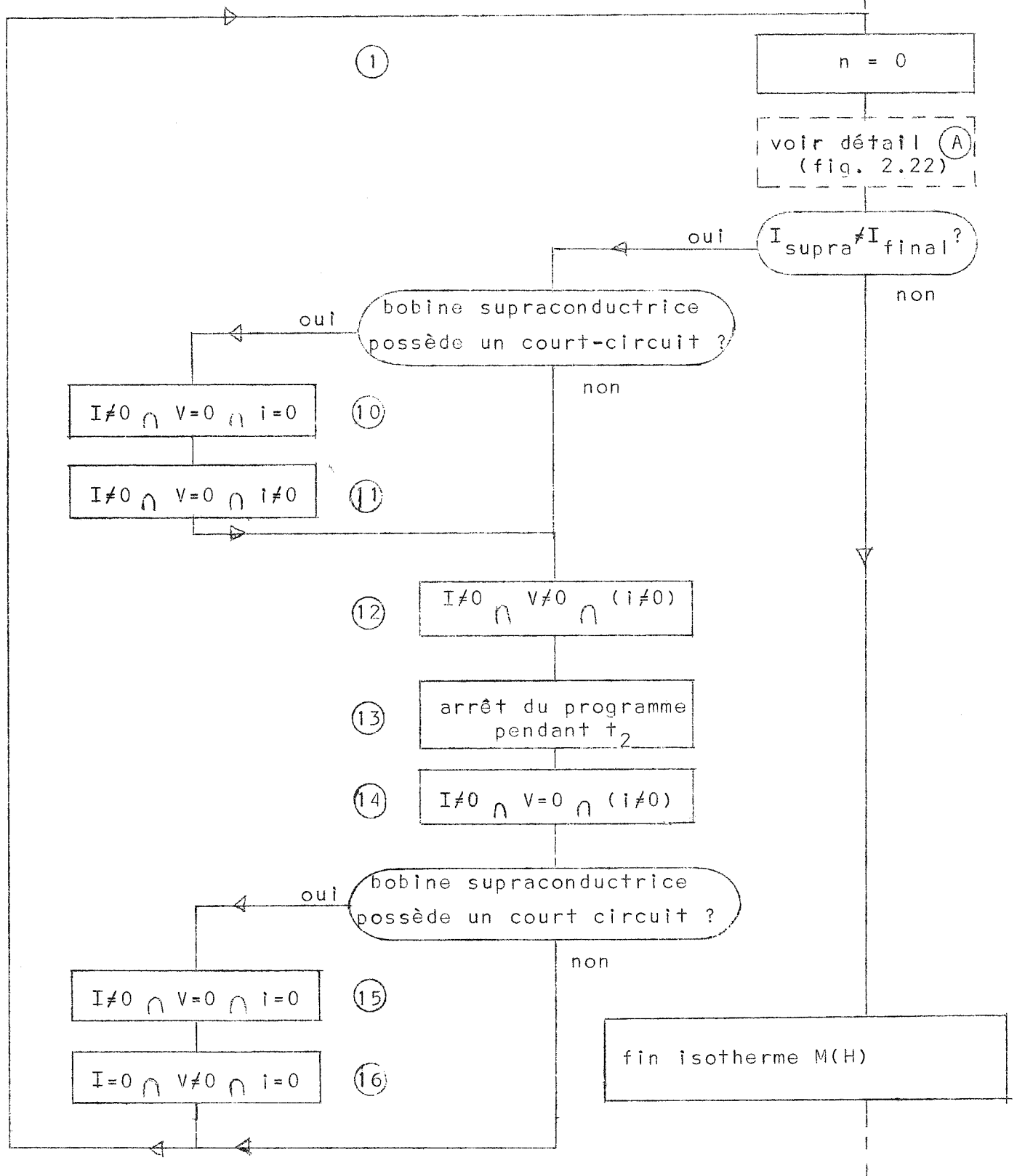


Figure 2.23 : Automatisation : organigramme -
détail (B) : variation du champ
les chiffres cerclés renvoient au tableau associé
(page de gauche)

3 - LES METAUX 3d : FER, NICKEL, COBALT

Les lois d'aimantation des trois métaux Fe, Ni, Co ont été étudiées sur échantillons monocristallins et polycristallins. La susceptibilité superposée à l'aimantation à saturation, objet de ce travail, se trouve être une des caractéristiques les moins accessibles. Pour la déterminer directement, il est nécessaire de vaincre dans l'échantillon les énergies dues à l'anisotropie magnétocristalline et aux défauts, dislocations, etc... en augmentant le champ appliqué. On verra que des champs très intenses sont nécessaires, même sur des monocristaux, pour atteindre un état de saturation effective.

3.1 - LES ECHANTILLONS

- Les échantillons monocristallins ont été fournis par R. Perrier de la Bathie. La première ébauche sphérique ($\emptyset = 7$ à 8 mm) est taillée par électroérosion puis soumise à une série de polissages mécaniques avec des pâtes emeri et diamant jusqu'à obtenir une sphéricité de l'ordre de 5 microns. La couche superficielle est ensuite attaquée chimiquement.

- Les échantillons polycristallins ont approximativement la forme d'ellipsoïdes allongés. Ils ont été tirés de rondins ($\emptyset : 5$ mm) fournis par Johnson et Matthey.

3.2 - LE CHAMP DEMAGNETISANT ET LA DENSITE DES MONOCRISTAUX

En champ faible, dans la zone de déplacement des parois de Bloch, le champ démagnétisant $H_d = -nJ$ compense le champ extérieur H_e et, par suite, l'aimantation J est proportionnelle à H_e .

Figure 3.1

	Fer		Nickel	
champ démagnétisant H_d	$\begin{bmatrix} 100 \\ 111 \\ 110 \end{bmatrix}$	7829,0	$\begin{bmatrix} 100 \\ 111 \\ 110 \end{bmatrix}$	$\begin{bmatrix} 2203,5 \\ 2201,7 \\ 2189,5 \end{bmatrix}$ } 2198,3
$J_s = H_d / \frac{4\pi}{3}$ u.e.m./cm ³ M_s u.e.m./g μ_B /mole	1749,7 221,516 2,215	Danan (3.12) 221,7	524,8 étalon 58,53 0,6153	Danan (3.12) 58,57
densité = $\frac{J_s}{M_s}$	7,899	7,916 ^(3.1)	8,966	^(3.2) 8,964
10^3 erg/cc K_1 K_2 K_3	$\begin{bmatrix} 110 \\ 111 \end{bmatrix}$ 548 - eq. A3-48	$\begin{bmatrix} 111 \\ 110 \end{bmatrix}$ 536 122 - eq. A3-29	$\begin{bmatrix} 110 \\ 100 \end{bmatrix}$ -1238 646 23 eq. A3-44	$\begin{bmatrix} 100 \\ 110 \end{bmatrix}$ -1238 565 - 48 eq. A3-17
10^3 erg/cc $E_{111}-E_{100}$ $E_{110}-E_{100}$ $E_{111}-E_{110}$	183,2 137,0 46,2	Escudier ^(3.4) 182,76 136,98 45,78	- 393,6 - 312,5 - 308,1 - 85,5	Escudier ^(3.4) - 396,81 - 311,63 - 85,18
χ mono poly	u.e.m./g/Oe 4,76 4,84	u.e.m./mole/Oe 266 270	u.e.m./g/Oe $\begin{bmatrix} 1,03 \\ 1,98 \\ 2,02 \end{bmatrix}$ 1,98	u.e.m./mole/Oe $\begin{bmatrix} 111 \\ 110 \\ 100 \end{bmatrix}$ 113,5 116,3 118,4 116
H_s mono (interne) poly	23 kOe -		19,5 kOe 43 kOe	
$\times 10^5$ $M_{111}-M_{100}/M_s$ $M_{110}-M_{100}/M_s$ $M_{111}-M_{110}/M_s$	- 7,8 - 3,5 - 4,3	Escudier ^(3.4) - 8,7 - 6,5 - 2,2	18 13 5	Escudier ^(3.4) 19,5 16,3 3,2
$\frac{M_s^{\text{mono}} - M_s^{\text{poly}}}{M_s^{\text{mono}}}$	5,52.10 ⁻⁴		37,0.10 ⁻⁴	

Figure 3.2

	Cobalt	
champ démagnétisant H_d	6039,4	
$J_s = H_d / \frac{4\pi}{3}$ u.e.m./cm ³	1441,8	1442*
M_s u.e.m./g= $M_{//}$	161,898	
μ_B /mole	1,708	1,72*
densité $d = \frac{J_s}{M_s}$	8,905	
$\chi_{//}$ u.e.m./g/Oe	$4,50 \cdot 10^{-6}$	
u.e.m./cc/Oe	$40,1 \cdot 10^{-6}$	
u.e.m./mole/Oe	$265 \cdot 10^{-6}$	
H_s kOe	30 kOe	
$(M_{//} - M_{\perp})/M_{//}$	$4,3 \text{ à } 4,7 \cdot 10^{-3}$	
erg/cc		
K_1	$7,66 \cdot 10^6$	$6,8 \cdot 10^{6*}$
K_2	$1,05 \cdot 10^6$	$1,7 \cdot 10^{6*}$
K_3	$< 0,01 \cdot 10^6$	

* (Pauthenet, Barnier, Rimet)^(3.5)

On a déterminé dans les différentes directions de symétrie des cristaux étudiés la valeur du champ démagnétisant nJ_s , à la saturation, et on en a déduit la valeur de l'aimantation J_s par unité de volume, sachant que $n = \frac{4\pi}{3}$ pour une sphère. Les résultats sont regroupés avec tous ceux qui vont suivre dans les tableaux des figures 3.1 et 3.2. On notera que le champ démagnétisant de l'échantillon de nickel est différent selon son orientation ; il est vraisemblable que l'attaque chimique est anisotrope et par suite le coefficient n est défini par un tenseur

La densité de la substance s'obtient à partir du rapport $J_s/M_s = d$, où J_s est l'aimantation par unité de volume et M_s l'aimantation par unité de masse (voir § 3.5). Les valeurs ainsi obtenues sont en très bon accord avec celles d'autres auteurs^{(3.1)(3.2)} ; ce qui laisse entendre que les étalonnages en champ magnétique et en aimantation sont corrects.

3.3 - L'ANISOTROPIE MAGNETOCRISTALLINE

Lorsque le champ magnétique est appliqué dans une direction de difficile aimantation, la rotation du vecteur aimantation $\vec{J}_s$ à partir de la direction privilégiée se produit généralement de manière continue. On attendait cependant une transition du premier ordre dans le cas du fer selon $[111]$ et on a cru observer un changement de plan de rotation de $\vec{J}_s$ dans le cas du nickel selon $[100]$: c'est pourquoi nous avons été amenés à rechercher de manière systématique les conditions d'apparition de transitions du 1er ordre sous champ magnétique dans les cristaux cubiques. On trouvera cette étude complète en annexe III (A-III).

Pour le fer, les deux constantes d'anisotropie K_1 et K_2 ont été déterminées à partir des équations [AIII-29] et [AIII-48] en utilisant une méthode de moindres carrés. D'après la valeur de $K_2/K_1 = 0,22$ et en considérant que $K_3/K_1 \sim 0$ (tableau de la figure 3-1), la figure AIII-12 indique qu'il faut s'attendre à une transition sans changement de plan de rotation lorsque le champ est appliqué dans la direction $[111]$. Cette transition, noyée dans l'approche à la saturation n'est pas observée expérimentalement (figure 3.3).

Figure 3.3

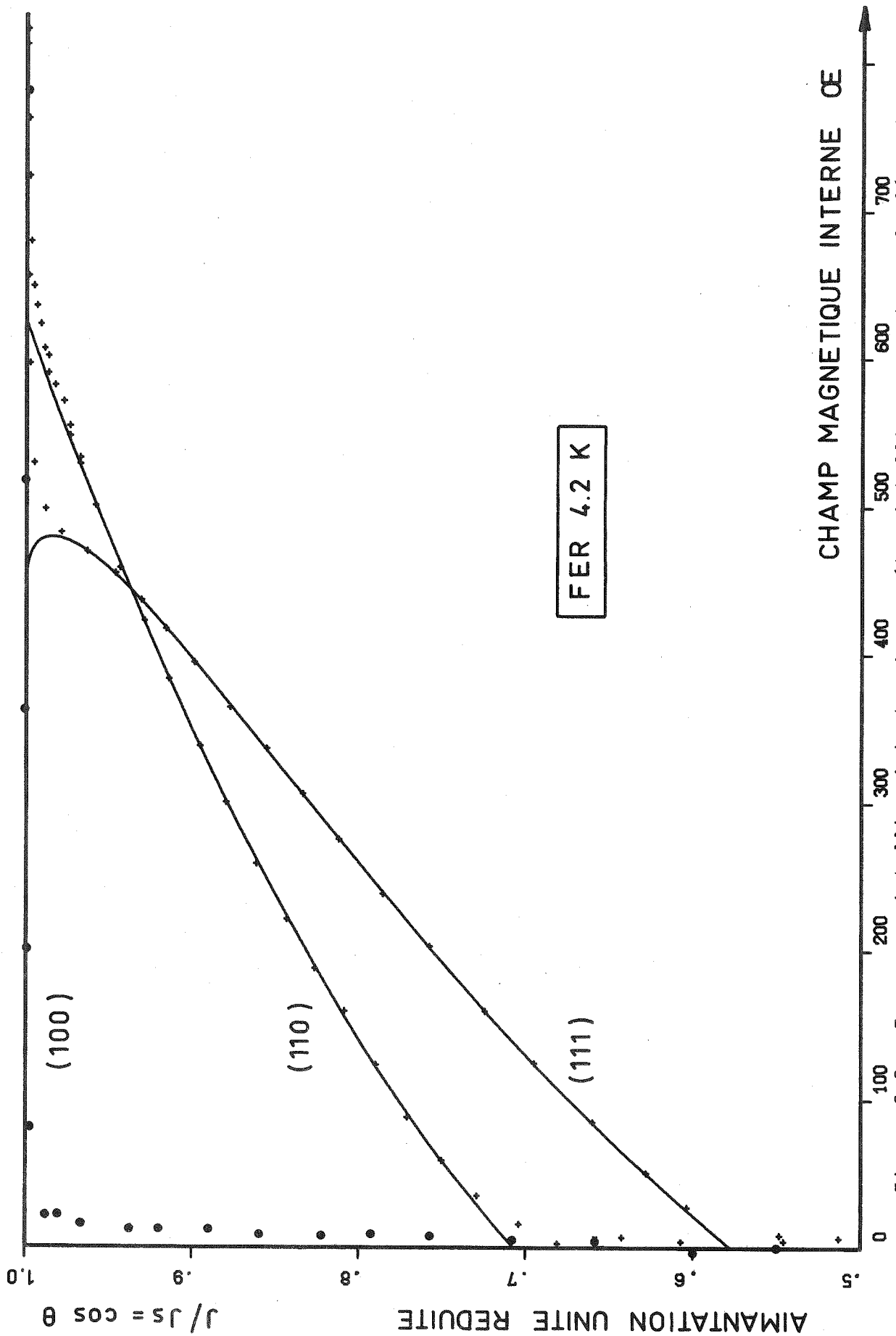


Figure 3.3 : Fer monocristallin. Anisotropie magnétocristalline : courbes calculées et points expérimentaux. Une transition du 1er ordre apparaît sur la courbe calculée dans la direction (111).

Pour le nickel, les équations (A-III-17) et (A-III-44) permettent de la même manière de déterminer K_1 , K_2 et K_3 . Avec $K_2/K_1 \sim -0,5$ (tableau de la figure 3.1), une transition avec changements de plan de rotation pourrait survenir dans la direction $|100|$ si K_3/K_1 était supérieur à 0,25 (figure A-III-8), or K_3/K_1 est tellement proche de zéro qu'il est difficile de déterminer son signe ; cependant l'expérience semble indiquer une telle transition (figure 3.4) : les points expérimentaux et la courbe calculée selon $|100|$ s'accordent avec un écart moyen de 0,7 Oe jusqu'à $J/J_s \sim 0,95$, et à partir de cette valeur l'écart atteint ~ 50 Oe, valeur très supérieure aux erreurs expérimentales (figure 3.5). La détermination précise des constantes d'anisotropie par la méthode de couple pourra éclaircir ce problème : les mesures connues à ce jour^(3.3) sont incertaines sur le signe même de K_2^* .

Le tableau de la figure 3.1 compare les valeurs des différences d'énergie magnétocristalline obtenues sur le fer et le nickel entre les directions $|100|$, $|110|$ et $|111|$ par la méthode de couple (P. Escudier^(3.4)) d'une part, et à partir des constantes déterminées ici, d'autre part. Il est très satisfaisant de constater la concordance de ces mesures malgré leurs origines très différentes.

Pour le cobalt hexagonal, uniaxe, l'analyse de la courbe d'aimantation dans le plan de base conduit à des constantes K_1 et K_2 sensiblement différentes de celles obtenues par Pauthenet, Barnier et Rimet^(3.5) (voir tableau de la figure 3.2 et figure 3.11)

3.4 - L'APPROCHE A LA SATURATION ET LA SUSCEPTIBILITE SUPERPOSEE

3.4.1 - L'approche à la saturation est un mécanisme complexe. Les mesures présentées ici n'ont pas été orientées vers une recherche systématique concernant ce phénomène : celui-ci est tout

* Les valeurs obtenues par P. Escudier^(3.4) devraient prochainement lever toute équivoque.

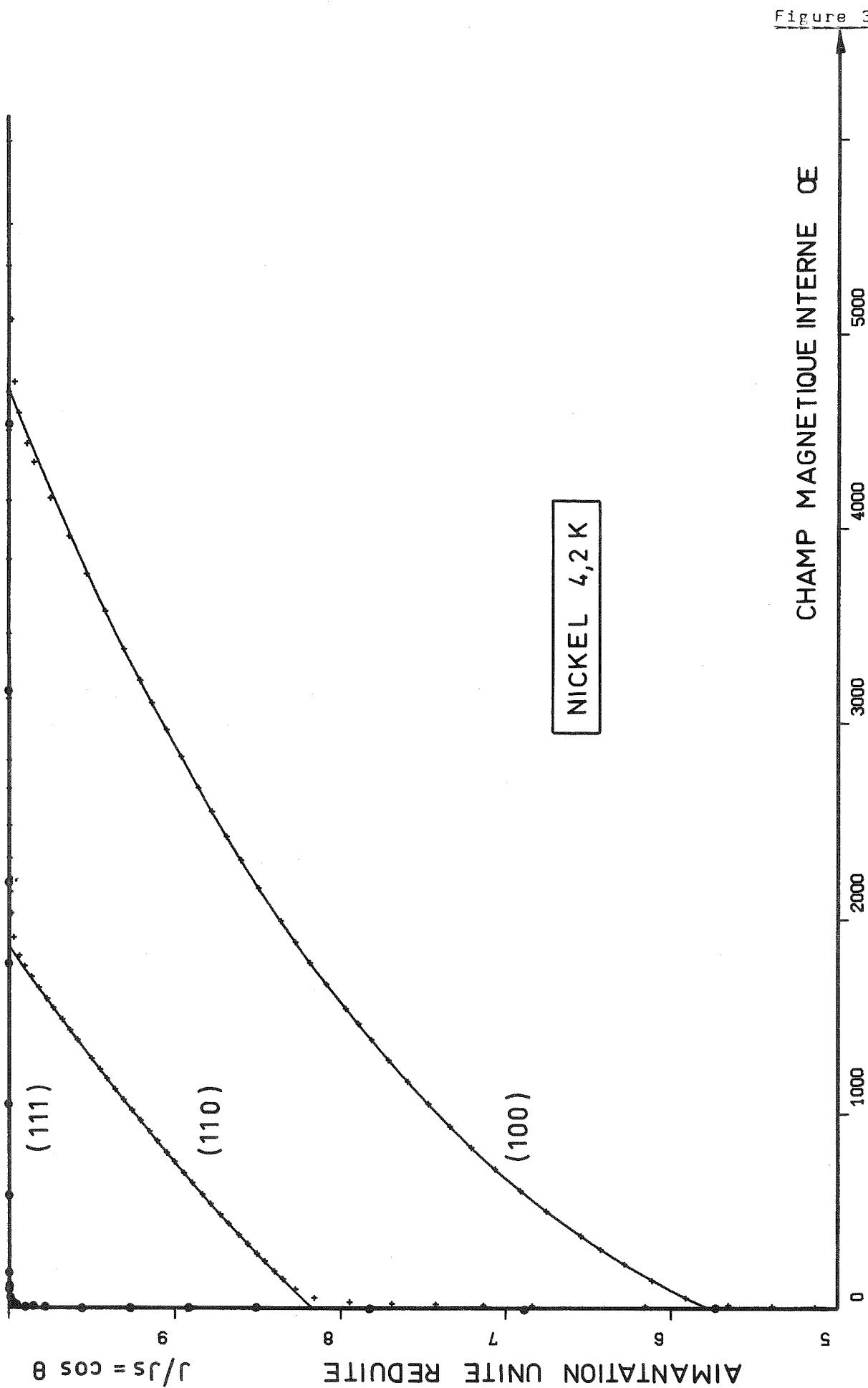
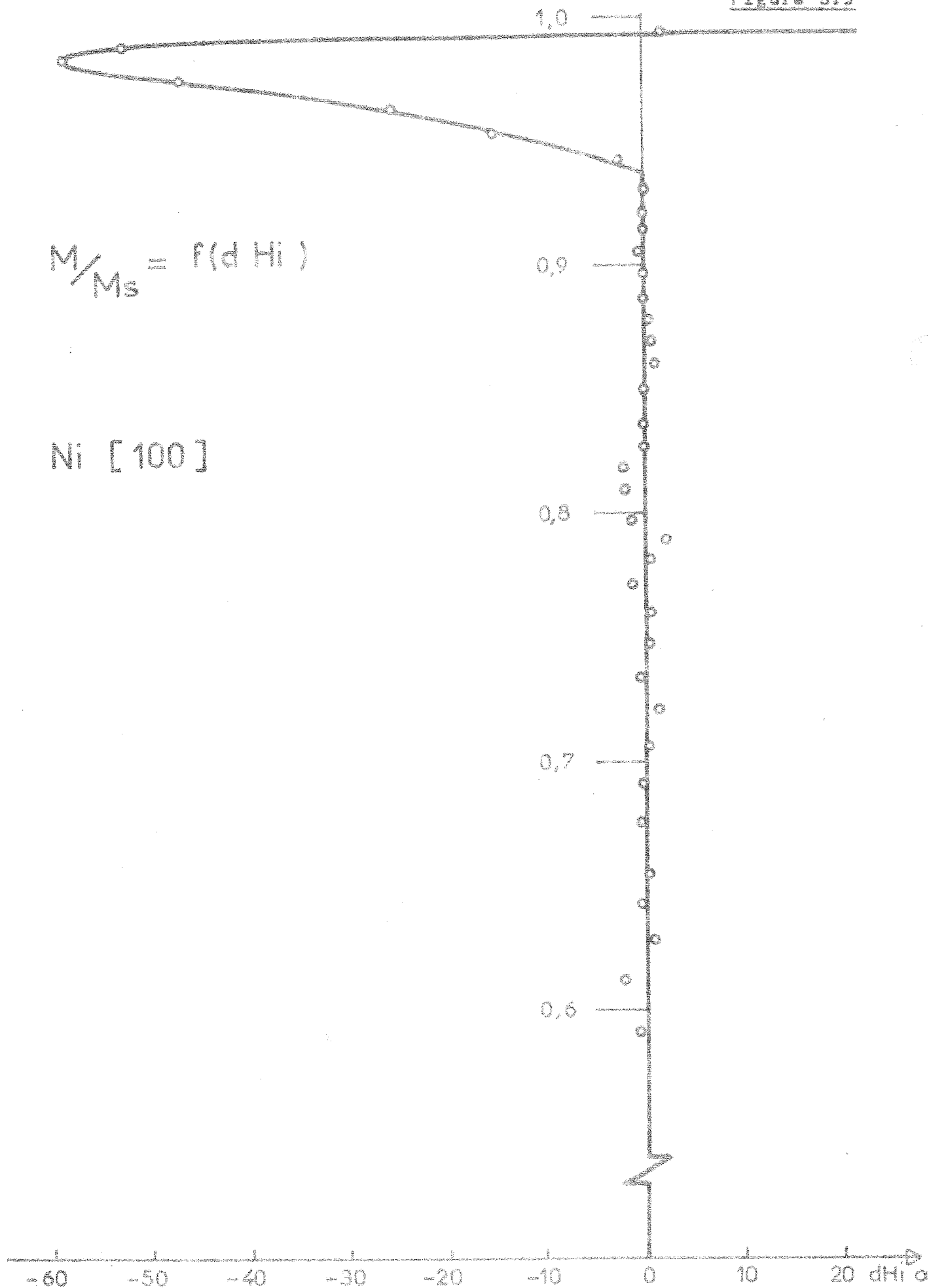


Figure 3.4 : Nickel monocristallin. Anisotropie magnétocristalline : courbes calculées et points expérimentaux. Dans la direction (100), voir l'écart entre la courbe calculée et les points expérimentaux figure suivante.

Figure 3.5



$$M/M_s = f(dH_i)$$

Ni [100]

Figure 3.5 : dH_i = différence entre le champ interne expérimental H_i et le champ d'anisotropie H_K calculé

$$dH_i = H_i - H_K$$

simplement impossible à éviter dans l'étude des susceptibilités superposées. Notre contribution à la somme des travaux accumulés à ce jour sur cette question sera modeste et peut se résumer aux deux points suivants :

- L'échelle des champs appliqués a été allongée jusqu'à 55 kOe : comme la variation relative du moment est en général inférieure à 10^{-3} au-delà de 20 kOe, aucune information ne pouvait être obtenue jusqu'à présent dans ce domaine de champ par les méthodes de mesure classiques. La méthode adoptée permet de gagner un facteur $k \approx 100$ à 400 sur la précision des mesures ce qui autorise, dans l'analyse d'une loi d'approche en $1/H^2$ par exemple, à multiplier l'échelle des champs par un facteur $\sqrt{k} \approx 10$ à 20.
- L'examen des courbes d'aimantation des monocristaux (figures 3.7, 3.9, 3.11) révèle que la saturation effective est obtenue brutalement à un champ $H = H_s$ où survient une discontinuité dans la susceptibilité différentielle* (figure 3.6). Le même phénomène est observé sur le nickel polycristallin, (figure 3.10).

3.4.2 - L'anisotropie engendrée par les défauts cristallins et l'anisotropie magnétocristalline sont à l'origine des difficultés à obtenir l'état de saturation magnétique des échantillons. Depuis longtemps, on a attribué à ces deux contributions des lois de variation respectivement en a/H et b/H^2 . Mais les auteurs obtiennent des lois très diverses, dès que leurs calculs deviennent plus sophistiqués.

* N.B. : Nous dirons que la substance a atteint un état de saturation effective à $H = H_s$, si pour $H > H_s$ la variation de l'aimantation avec le champ est linéaire, avec une pente χ . La valeur de l'aimantation à saturation M_s est obtenue en extrapolant jusqu'en champ interne nul la partie linéaire. Si la saturation effective n'est pas obtenue, on prend pour M_s l'ordonnée de l'asymptote à la courbe $M(H_i)$, et la susceptibilité χ est définie par la pente de l'asymptote.

Figure 3.6

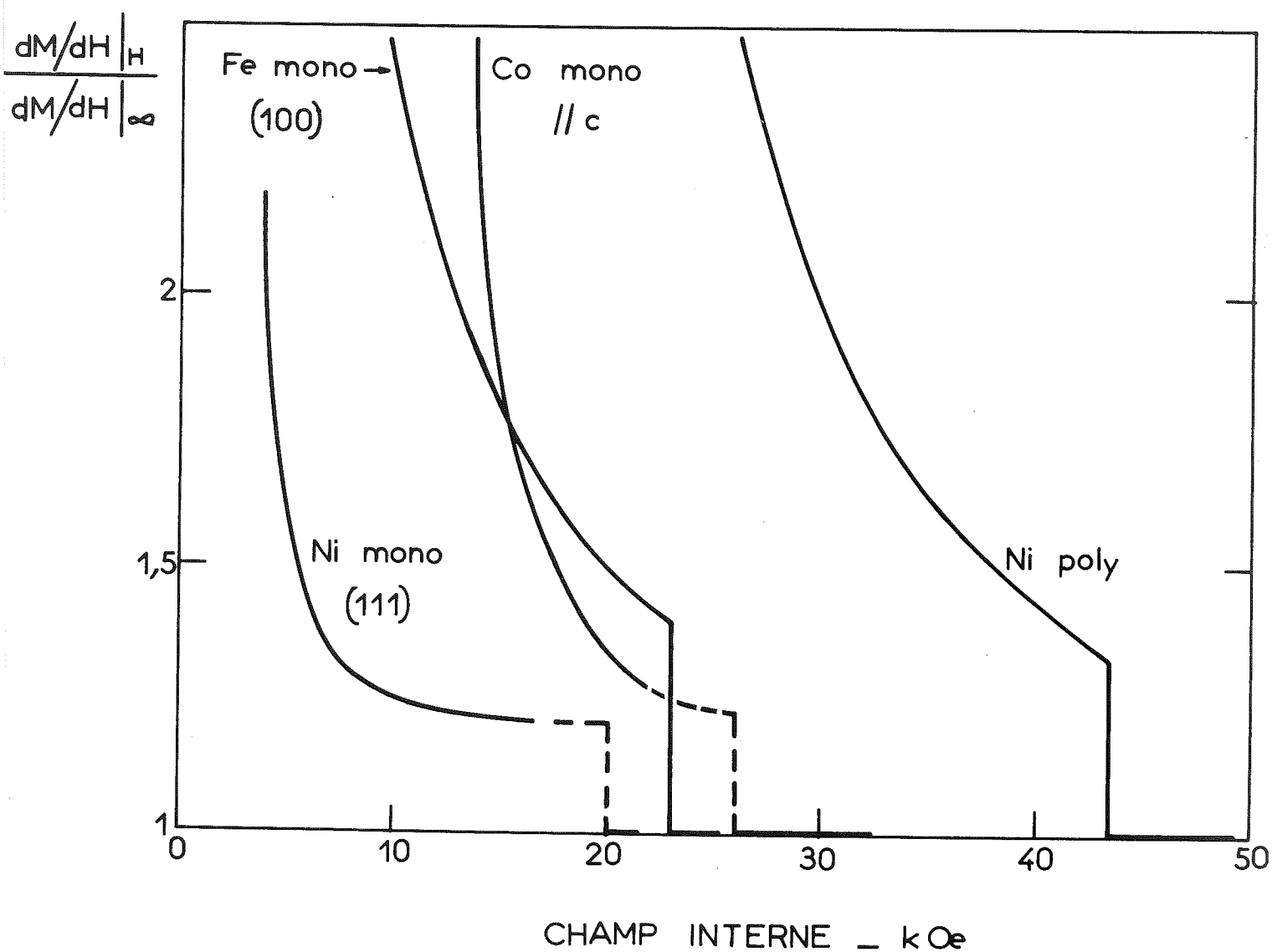


Figure 3.6 : Variation relative de la susceptibilité différentielle avec le champ interne.

Pour Brown^(3.6), les défauts ou tensions cristallins conduisent à des lois en $1/H^{n/2}$ avec $n = 1, 2$ ou 3 selon que leur géométrie est ponctuelle, linéaire ou plane. Néel^(3.7) pour sa part, tenant compte du rôle des cavités et des inclusions, a déterminé une loi complexe passant progressivement d'une forme en $1/H$ en champ faible à $1/H^2$ en champ élevé.

Dans un polycristal à structure cubique, Akulov^(3.8) a montré que le coefficient b du terme en $1/H^2$ est fonction de l'énergie magnétocristalline, représentée ici par une seule constante K :

$$b = \frac{8}{105} \frac{K^2}{J_s^2}.$$

L'introduction par Néel^(3.9) des interactions entre cristallites conduit à multiplier b par un facteur $\frac{G}{2}$ variant de $0,5$ en champ nul à 1 en champ infini : le champ effectif est alors la somme du champ interne et du champ de Lorentz : $\frac{4\pi}{3} J_s$.

3.4.3 - Nous avons tenté de décrire nos résultats avec le minimum de termes. Nous avons utilisé une procédure de calcul qui, pour toute courbe d'aimantation $M(H)$, permet de déterminer par une méthode de moindres carrés, les contributions suivantes :

- aimantation à saturation,
- susceptibilité,
- terme en $a/(H+H_0)^\alpha$ ou terme de Néel dû aux inclusions,
- terme en $b/(H+H_0)^\beta$ ou terme de Néel $\sim 1/H^2$.

Il est utile d'introduire un "facteur de confiance", c , associé à toute loi d'approche calculée :

$$c = \frac{\sum |M_{cal} - M_{exp}|}{\sum M_{cal}}$$

c représente l'écartement moyen des points expérimentaux par rapport à la courbe calculée.

3.4.4. - Pour le fer monocristallin (figure 3.7), la saturation effective est atteinte à $H_s = 23 \text{ kOe}$.

- Dans la direction $|100|$, à partir des 15 points expérimentaux situés entre 2,7 et 20 kOe, le meilleur développement obtenu est le suivant :

$$M = M_s \left[1,000241 - \frac{6,10}{H_i + \frac{4\pi}{3} J_s} - \frac{2,47 \cdot 10^4}{(H_i + \frac{4\pi}{3} J_s)^2} \right] + \chi H_i$$

χ est la susceptibilité expérimentale ($H > 23 \text{ kOe}$) ;

$$\chi = 4,76 \text{ u.e.m./g/Oe.}$$

Le facteur de confiance est alors $c = 2 \cdot 10^{-6}$ (la résolution sur la mesure du moment étant par ailleurs de $2,5 \cdot 10^{-6}$)

- Selon $|110|$ et $|111|$, les coefficients sont du même ordre de grandeur - il faut alors retrancher le champ d'anisotropie du champ interne - et la susceptibilité ne présente pas d'anisotropie

Il serait illusoire de vouloir attribuer une signification précise à la forme du développement proposé et aux valeurs des coefficients obtenus tant qu'aucune interprétation ne peut être fournie à la discontinuité observée à 23 kOe. Ce développement permet de déterminer l'énergie nécessaire pour atteindre l'état de saturation effective $\sim 10\,000 \text{ erg/cm}^3$ (aire ombrée de la figure 3.7) ; il donne par ailleurs l'écart relatif entre la valeur asymptotique du moment et le moment à saturation effectif : $241 \cdot 10^{-6}$.

Le fer polycristallin (figure 3.8) n'est pas saturé à 52 kOe. La susceptibilité doit être déduite de la loi d'approche : au-delà de 10 kOe, la variation du moment peut s'écrire :

$$M = M_s \left(1 - \frac{6,88 \cdot 10^5}{(H_i + \frac{4\pi}{3} J_s)^2} \right) + \chi H_i$$

On retrouve à 2 % près la susceptibilité du fer monocristallin :

$$\chi = 4,84 \cdot 10^{-6} \text{ u.e.m./g/Oe.}$$

Figure 3.7

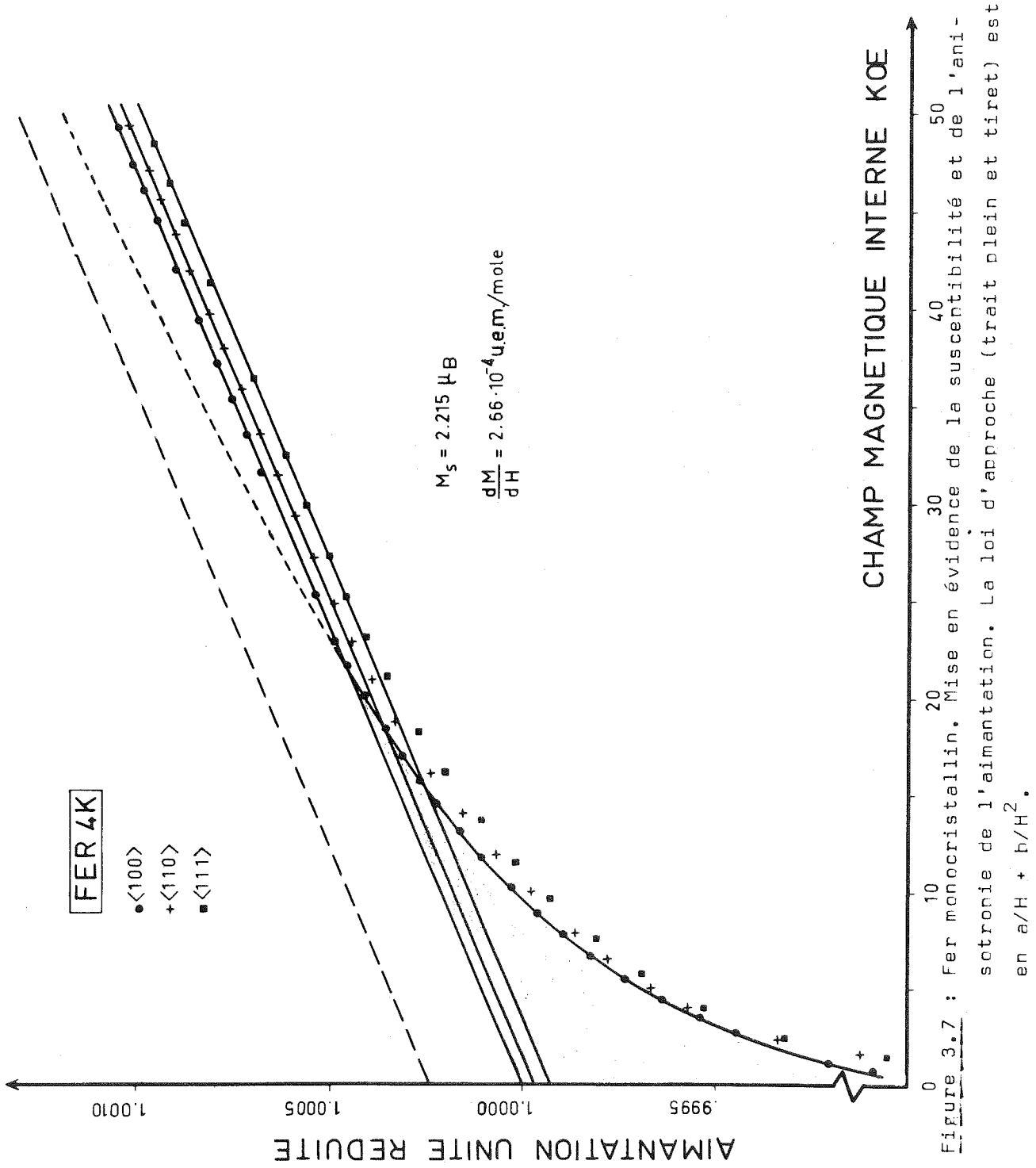


Figure 3.8

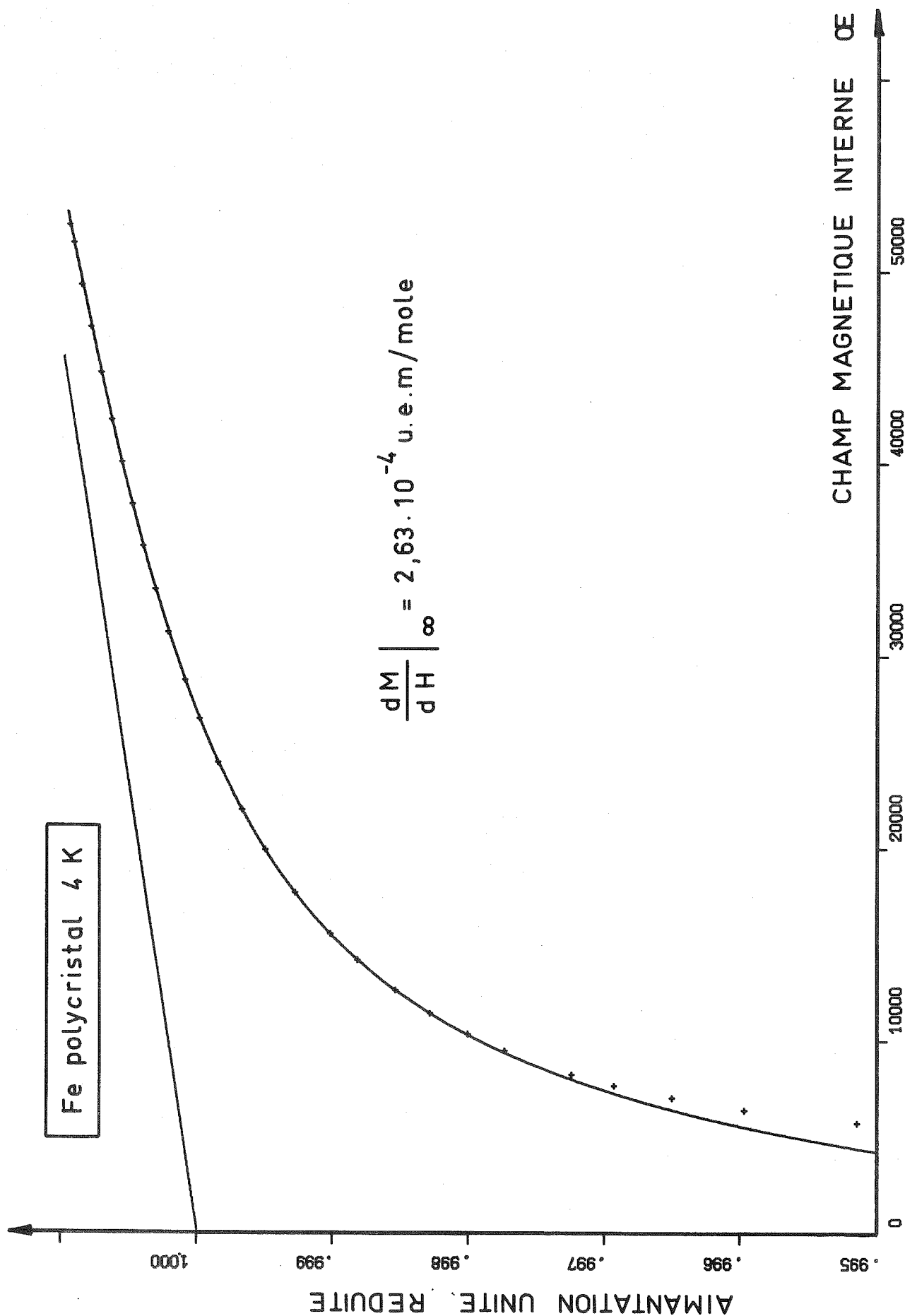


Figure 3.8 : Fer polycristallin. Loi d'approche à la saturation avec son asymptote (traits pleins) et points expérimentaux.

Sur les 22 points expérimentaux, le facteur de confiance est de $2,6 \cdot 10^{-6}$ (la résolution sur la mesure étant de $3,7 \cdot 10^{-6}$). Cette loi d'approche est cependant loin d'être satisfaisante, car la constante d'anisotropie déduite du coefficient (voir § 3.4.2) est égale à $5,26 \cdot 10^6$ erg/c.c. alors qu'on a mesuré par ailleurs $K_1 = 0,54 \cdot 10^6$ erg/c.c. (tableau de la figure 3.1).

Dans la même gamme de champ, on peut trouver d'autres types de développement, par exemple avec un terme de Néel dû aux inclusions, mais la susceptibilité obtenue diffère sensiblement de la susceptibilité du monocristal, ce qui ne pourrait s'expliquer.

3.4.5 - Le nickel monocristallin (figure 3.9) se sature aisément (l'énergie nécessaire est de l'ordre de 2000 erg/c.c.) : l'écart à la saturation étant faible pour les champs inférieurs à $H_s = 19,5$ kOe, on ne peut pas prétendre déterminer valablement une loi d'approche.

La susceptibilité obtenue suivant les directions de symétrie du cristal présente une certaine anisotropie : autour d'une valeur moyenne de $1,98 \cdot 10^{-6}$ u.e.m./g.Oe, on a :

$$(X_{111} - X_{100})/X_{111} = - 4,3 \%$$

$$(X_{110} - X_{100})/X_{111} = - 1,8 \%$$

$$(X_{111} - X_{110})/X_{111} = - 2,5 \%.$$

L'anisotropie de susceptibilité est certainement due à la contribution orbitale X_L : le calcul de X_L est suffisamment complexe (voir § 4) pour que peu d'auteurs aient porté leur attention sur l'anisotropie attendue. On peut cependant citer un article de Ducastelle et Cyrot-Lackmann^(3.10) consacré aux métaux de transition uniaxe : l'application au cobalt ne pourra se faire, car la susceptibilité dans le plan de base n'a pu être déterminée (voir § 3.4.6).

Le nickel polycristallin (figure 3.10) semble avoir atteint un état de saturation effective à 43 kOe. L'approche à la saturation se fait de la manière suivante :

$$M = M_s \left(1,000252 - \frac{5,08 \cdot 10^5}{(H_i + H_d)^2} \right) + x H_i;$$

on retrouve ici par le calcul, et expérimentalement au-delà de 43 kOe, la susceptibilité moyenne du monocristal :

$$x = 1,98 \cdot 10^{-6} \text{ u.e.m./g/Oe.}$$

Le facteur de confiance obtenu sur les 23 points expérimentaux étalés entre 10 et 43 kOe est de $9,5 \cdot 10^{-6}$ alors que la résolution est de $12 \cdot 10^{-6}$.

Le coefficient associé au terme $1/(H_i + H_d)^2$ conduit à une constante d'anisotropie de $1,35 \cdot 10^6 \text{ erg/c.c.}$, valeur très voisine de la constante $|K_1| = 1,24 \cdot 10^6 \text{ erg/c.c.}$ (tableau de la figure 3.1). La qualité de ce résultat est surprenante, alors qu'on a dû faire intervenir, dans le champ effectif, le champ démagnétisant $H_d = 1261 \text{ Oe}$ (échantillon ellipsoïdal) et non pas comme prévu^(3.9), le champ de Lorentz $\frac{4\pi}{3} J_s = 2198 \text{ Oe}$.

Notons enfin que l'écart relatif entre la valeur asymptotique du développement et le moment à saturation effectif est de $252 \cdot 10^{-6}$.

Figure 3.9

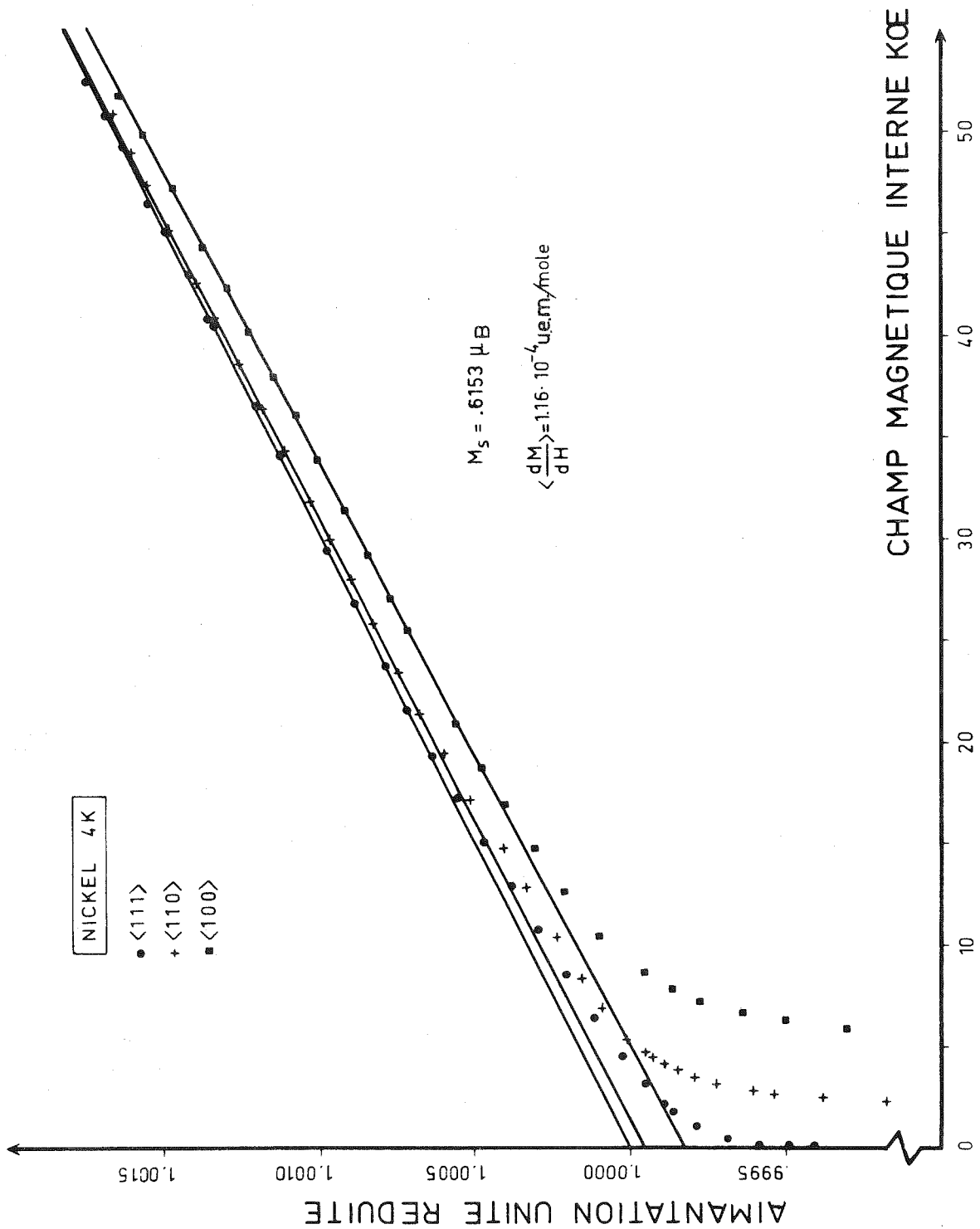


Figure 3.9 : Nickel monocristallin. Mise en évidence de la susceptibilité et de l'aimantation à saturation anisotropes.

Figure 3.10

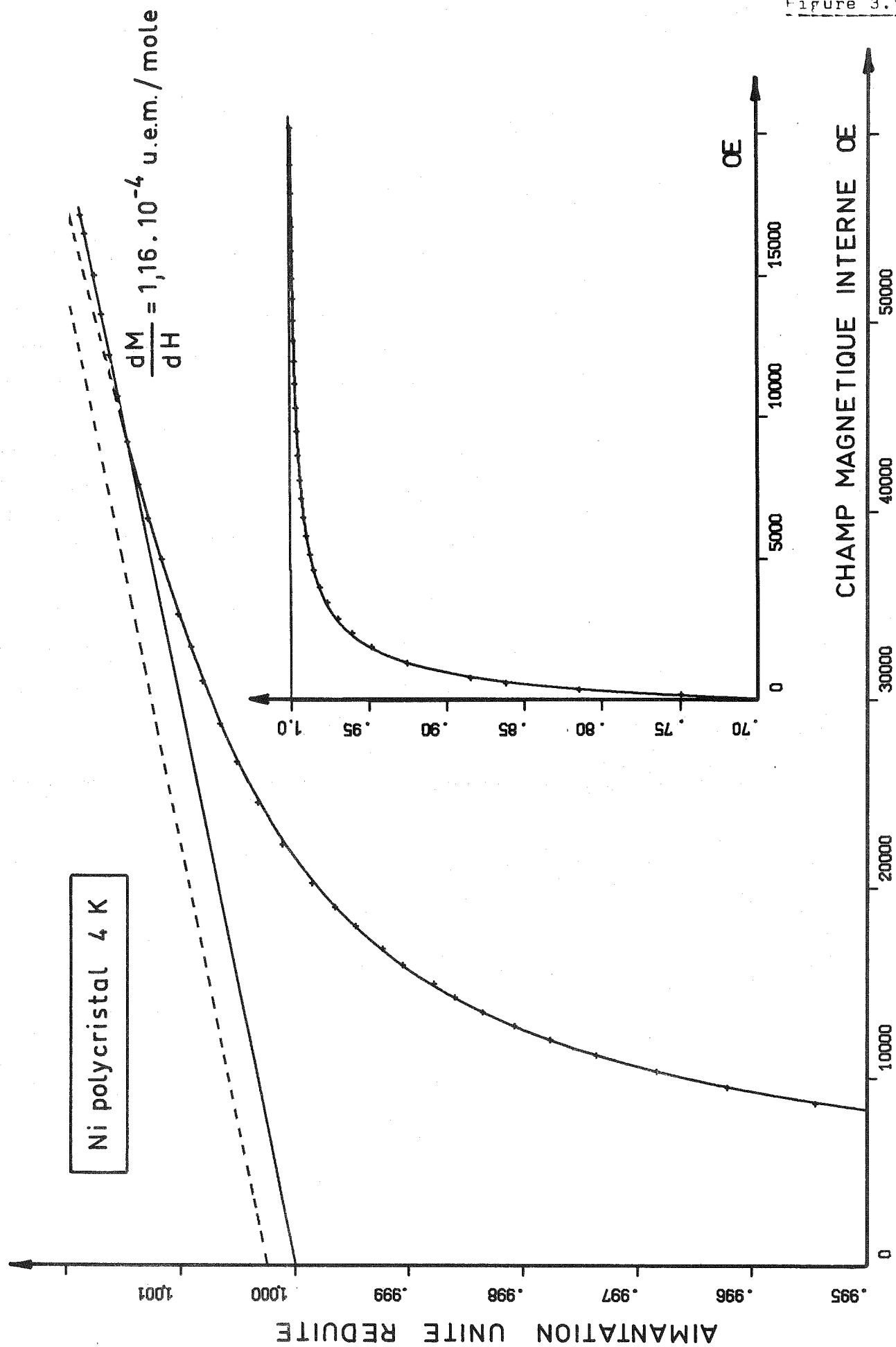


Figure 3.10 : Nickel polycristallin. Loi d'approche à la saturation en b/H^2 avec son asymptote (tirets), et points expérimentaux.

3.4.6 - La saturation effective du cobalt monocristallin (figure 3.11) est seulement obtenue lorsque le champ est appliqué selon l'axe c ($H_s = 30$ kOe). La susceptibilité est alors $\chi_{//} = 4,50 \cdot 10^{-6}$ u.e.m./g/Oe. Contrairement au fer ou au nickel, l'effet d'une légère désorientation de la direction facile (axe c) par rapport au champ magnétique entraîne d'importantes variations sur la loi d'aimantation, en raison de la grande anisotropie uniaxiale de cette substance. C'est sans doute la raison pour laquelle l'énergie nécessaire pour obtenir la saturation atteint 60 000 erg/c.c. Aussi l'analyse de l'approche à la saturation dans cette direction n'a pas été tentée.

Lorsque le champ est appliqué dans le plan de base, la saturation n'est pas atteinte. L'analyse de la courbe d'aimantation pour les champs supérieurs à $H_s = 30$ kOe devrait permettre de déterminer l'aimantation à saturation $M_{\perp}$, la susceptibilité $\chi_{\perp}$, et l'angle de désorientation, en espérant que les termes d'approche à la saturation ont disparu au-delà de H_s . Cette dernière remarque n'est probablement pas vérifiée car les tentatives d'interprétation se sont révélées infructueuses. Toutefois, pour avoir un ordre de grandeur de l'aimantation à saturation $M_{\perp}$, la courbe a été analysée avec un seul terme en $1/H^{\alpha}$ et un terme de susceptibilité $\chi_{\perp}$ égal à priori à $\chi_{//}$. Les meilleurs facteurs de confiance ont été obtenus avec $3 < \alpha < 4$; l'anisotropie de l'aimantation varie alors entre 430 et $470 \cdot 10^{-6}$.

Le cobalt polycristallin présente encore à 50 kOe une susceptibilité différentielle considérable : $37 \cdot 10^{-6}$ u.e.m./g/Oe. Il serait nécessaire de multiplier l'échelle des champs par deux ou trois pour obtenir avec certitude l'aimantation à saturation, la susceptibilité et la loi d'approche. Les résultats expérimentaux ne sont pas présentés ici.

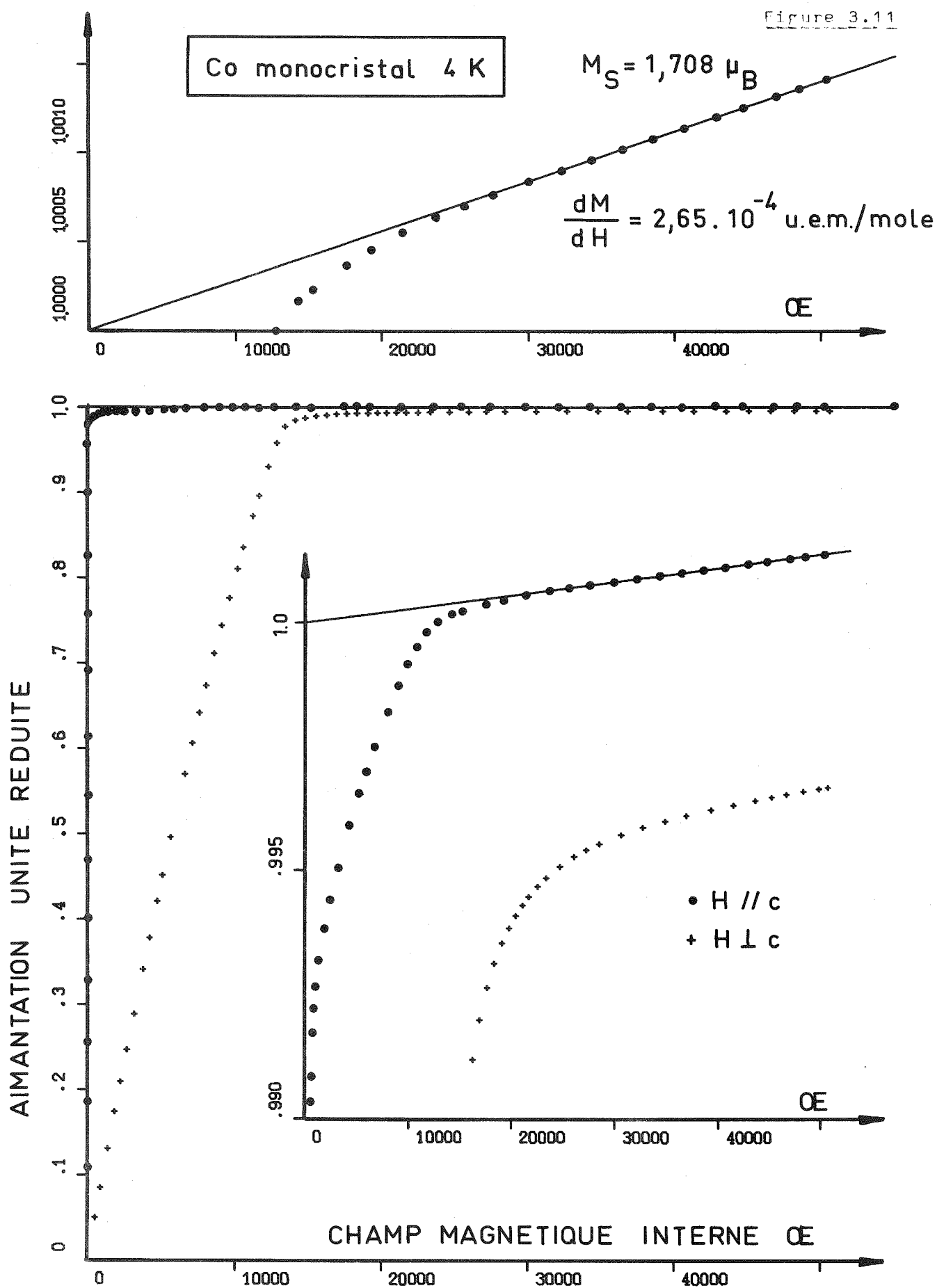


Figure 3.11 : Cobalt monocristallin. Mise en évidence de la susceptibilité, de l'anisotropie de l'aimantation et de l'anisotropie magnétocristalline.

3.5 - L'AIMANTATION A SATURATION ET L'ANISOTROPIE DE L'AIMANTATION

3.5.1 - L'aimantation à saturation M_s a été définie au N.B. du § 3.4.1. On a choisi pour référence, l'aimantation à saturation du nickel suivant la direction $[111]$, pour laquelle on a adopté la valeur 58,53 u.e.m./g, extrapolée à 4 K à partir des mesures d'Aubert^(3.11) ; dans ces conditions, on obtient :

$$M_s^{\text{Ni}} = 0,6153 \mu_B ; M_s^{\text{Fe}} = 2,215 \mu_B ; M_s^{\text{Co}} = 1,708 \mu_B.$$

Les valeurs obtenues par Danan et al^(3.12) sont très voisines.

3.5.2 - Contrairement aux prévisions de Callen et Callen^(3.13), on a observé entre les différentes directions cristallines une anisotropie de l'aimantation appréciable (figures 3.7, 3.9, 3.11). Ces auteurs, utilisant un modèle de champ moléculaire, prévoient que ce phénomène doit disparaître en l'absence d'agitation thermique. Tenant compte de la perturbation apportée par l'interaction pseudodipolaire dans un modèle d'ondes de spin, Charap^(3.14) a calculé l'anisotropie de l'aimantation pour un cristal à symétrie cubique. Rado^(3.15) a repris ce problème en considérant l'influence de l'anisotropie à un ion sur le mélange d'états propres de l'hamiltonien, dans un modèle de champ moléculaire. Cette théorie, ainsi que celle de Charap, conduisent à 0 K à une valeur non nulle de l'anisotropie de l'aimantation. Quant aux considérations d'Aubert^(3.16), elles entraînent un maximum à 0 K.

Nos mesures, relatives à une seule température, sont trop partielles pour étayer un modèle ou un autre : ce sont cependant les premières mesures directes effectuées sur ces métaux à 4 K. A partir de la variation des constantes d'anisotropie avec le champ magnétique, P. Escudier^(3.4 et 3.16) a déterminé plus récemment ces mêmes grandeurs ; l'accord entre ses valeurs numériques et les nôtres (tableau de la figure 3.1) est surprenant, compte-tenu de l'ordre de grandeur du phénomène.

Il faudrait connaître l'incidence de l'anisotropie du facteur de Landé g sur l'aimantation. Peu de calculs ont été faits à ce propos ; on citera ceux de Rado^(3.15) et ceux de Ducastelle et Cyrot-Lackmann^(3.10) : ces derniers évaluent dans le cobalt $(g_{\parallel} - g_{\perp})/g_{\parallel}$ à moins de 1 % et nous avons mesuré $(M_{\parallel} - M_{\perp})/M_{\parallel} \sim 4,3 \text{ à } 4,7 \cdot 10^{-3}$.

3.5.3 - La différence mesurée entre les aimantations à saturation d'une même substance à l'état monocristallin et à l'état polycristallin n'est pas aisée à expliquer. En raison de leurs provenances différentes, on attend un taux d'impuretés 3d magnétiques important dans les monocristaux (~ 200 ppm) et faible dans les polycristaux (~ 15 ppm) tandis que le taux d'impuretés non magnétiques serait prépondérant dans les polycristaux (~ 200 ppm).

Pour le fer monocristallin, des impuretés de nickel ou de cobalt, de moment plus faible, entraînent une aimantation à saturation par unité de masse sous-évaluée, et les impuretés non magnétiques pour le fer polycristallin agissent dans le même sens. La différence mesurée : $(M_s^{\text{mono}} - M_s^{\text{poly}})/M_s^{\text{mono}} = 5,52 \cdot 10^{-4}$ devrait s'expliquer pour le polycristal, d'une part par une contribution due à l'anisotropie moyenne de l'aimantation du fer : $0,41 \cdot 10^{-4}$, et d'autre part par 500 ppm d'impuretés non magnétiques, en supposant dans le meilleur des cas, qu'il n'y a aucune impureté dans le monocristal : il paraît cependant difficile d'admettre un taux d'impureté aussi élevé dans le polycristal et nul dans le monocristal. On ne doit pas oublier qu'une part non négligeable ($1 \text{ à } 2 \cdot 10^{-4}$) de la différence mesurée peut provenir de la non linéarité de la réponse du système de mesure pour des échantillons de forme et de masses différentes (voir § 2.4.6.2).

Pour le nickel monocristallin, les impuretés de fer ou de cobalt, de moment plus élevé doivent entraîner une valeur sur-évaluée de l'aimantation à saturation par unité de masse, tandis que celle-ci est sous-évaluée dans le polycristal par la présence d'impuretés non magnétiques. Ainsi, on attend une différence entre les aimantations à saturation beaucoup plus importante dans le cas du nickel que dans celui du fer ; l'écart obtenu est en effet 7 fois plus important :

$$(M_s^{\text{mono}(111)} - M_s^{\text{poly}})/M_s^{\text{mono}(111)} = 37 \cdot 10^{-4}.$$

Pour l'expliquer, il faudrait supposer avoir ou bien ~ 1000 ppm d'impureté de fer dans le monocristal, ou bien ~ 3700 ppm d'impureté non magnétique dans le polycristal, ou bien une combinaison des deux. Mais ces taux sont excessifs et aucune explication n'a pu être retenue.

4 - LA SUSCEPTIBILITE DES METAUX 3d

En l'état actuel des connaissances du magnétisme des métaux, il semble difficile d'essayer d'interpréter leur susceptibilité sans introduire le formalisme des électrons collectifs. Associée aux mesures de chaleur spécifique, de champ hyperfin, d'effet de Haas-van Alphen, etc... la mesure de la susceptibilité devrait permettre une meilleure approche du mécanisme des bandes. Le traitement du problème est cependant loin d'être résolu de manière rigoureuse, en particulier dans le cas des métaux ferromagnétiques.

Les premiers travaux de Wilson (1936)^(4.1) sur la susceptibilité magnétique d'un gaz d'électrons ont été repris par Adams^(4.2) en 1953. En 1956, Kubo et Obata^(4.3) donnent, dans l'approximation des liaisons fortes (tight binding) une expression générale de la susceptibilité faisant apparaître les différentes contributions, en particulier orbitales, pour un métal paramagnétique. Par la suite, Hebborn et Sondheimer^(4.4), puis Blount^(4.5) ont traité ce problème de manière plus rigoureuse.

Au § 4.1, nous retrouverons les différentes composantes de la susceptibilité d'un métal paramagnétique, à partir de l'hamiltonien à 1 électron sous champ magnétique, sans tenir compte des interactions d'échange. Les modifications à apporter dans le cas d'un métal ferromagnétique seront exposées au § 4.2. Enfin, les résultats expérimentaux seront comparés aux valeurs théoriques attendues quand celles-ci peuvent être chiffrées (§ 4.3).

4.1 - SUSCEPTIBILITE D'UN METAL PARAMAGNETIQUE A 0 K

L'hamiltonien d'un électron placé dans un potentiel cristallin $V(\vec{r})$ s'écrit :

$$\mathcal{H} = \frac{p^2}{2m} + V(\vec{r}).$$

L'application d'un champ magnétique $\vec{H}$, dérivant d'un potentiel vecteur $\vec{A} = \frac{\vec{H} \wedge \vec{r}}{2}$, conduit à remplacer la quantité de mouvement $\vec{p}$ par $\vec{p} - \frac{e}{c} \vec{A}$ et à ajouter le terme d'interaction entre le champ $\vec{H}$

et le spin $\vec{\sigma} = 2 \mu_B \vec{S}$ ($|\vec{S}| = \frac{1}{2}$ et $\mu_B = \frac{e\hbar}{2mc}$)

d'où

$$\mathcal{H} = \frac{(\vec{p} - \frac{e}{c} \vec{A})^2}{2m} + V(\vec{r}) + 2\mu_B \vec{H} \cdot \vec{S}. \quad |4.1|$$

L'opérateur s'écrit : $\mathcal{H} = \mathcal{H}_0 + \mathcal{H}_1$

avec

$$\mathcal{H}_0 = -\frac{\hbar^2}{2m} \nabla^2 + V(\vec{r}) + \frac{e^2}{2mc^2} \vec{A}^2 \quad |4.2|$$

et

$$\begin{aligned} \mathcal{H}_1 &= -\frac{ie\hbar}{mc} \vec{A} \cdot \vec{\nabla} + 2\mu_B \vec{H} \cdot \vec{S} \\ &= \mu_B \vec{H} (\vec{L} + 2\vec{S}) \end{aligned} \quad |4.3|$$

A partir de cet hamiltonien, on peut traiter les électrons du métal comme un ensemble de N particules sans interactions (ensemble canonique généralisé), obéissant au principe d'exclusion de Pauli. Dans ces conditions, l'énergie libre du système s'écrit |4.6| :

$$F = N E_F + \text{Tr } g(\mathcal{H})$$

où E_F est le potentiel chimique (ou énergie de Fermi à 0 K)

et $g(\mathcal{H}) = -kT \text{Log} (1 + \exp \frac{E_F - \mathcal{H}}{kT})$ |4.4|

Alors la susceptibilité $\chi = - \frac{\partial^2 F}{\partial H^2} \Big|_{E_F = \text{cte}} \Big|_{H \rightarrow 0}$ se réduit au terme :

$$\chi = - \frac{\partial^2}{\partial H^2} \text{Tr } g(\mathcal{H}) \quad |4.5|$$

Il est suffisant de développer $\text{Tr } g(\mathcal{H})$ au second ordre en H pour avoir le terme de susceptibilité indépendant du champ. En réalité Kubo et Obata développent $\text{Tr } g(\mathcal{H})$ en puissance de $\mathcal{H}_1 (\sim H)$ dans la base où $\mathcal{H}_0$ est diagonal :

$$\begin{aligned} \text{Tr } g(\mathcal{H}) &= \text{tr } g(\mathcal{H}_0) + \sum_m g'(E_m) \langle m | \mathcal{H}_1 | m \rangle \\ &+ \frac{1}{2} \sum_m \sum_{m'} \frac{g'(E_m) - g'(E_{m'})}{E_m - E_{m'}} \left| \langle m | \mathcal{H}_1 | m' \rangle \right|^2 + \dots \end{aligned} \quad |4.6|$$

La dérivée $g'(E_m)$ de $g(E_m)$, est la fonction de Fermi $f(E_m)$:

$$g'(E_m) = \frac{1}{1 + \exp \frac{E_m - E_F}{kT}} = f(E_m)$$

$\text{Tr } g(\mathcal{H})$ est donc composé de trois terme T_1, T_2, T_3 , auxquels correspondent trois termes de susceptibilité, χ_1, χ_2 et χ_3 .

$$T_1 = \text{Tr } g(\mathcal{H}_0) \quad |4.7|$$

$$T_2 = \sum_m f(E_m) \langle m | \mathcal{H}_1 | m \rangle \quad |4.8|$$

$$T_3 = \frac{1}{2} \sum_m \sum_{m'} \frac{f(E_m) - f(E_{m'})}{E_m - E_{m'}} \left| \langle m | \mathcal{H}_1 | m' \rangle \right|^2 \quad |4.9|$$

4.1.1. - 1er terme

D'après |4.5| et |4.7|, on a :

$$\chi_1 = - \frac{\partial^2}{\partial H^2} \text{Tr } g(\mathcal{H}_0) \quad |4.10|$$

$$\text{or } g(\mathcal{H}_0) = - kT \text{Log} \left(1 + \exp \frac{E_F - \mathcal{H}_0}{kT} \right) \approx \mathcal{H}_0 - E_F$$

$$\text{car } \frac{E_F - \mathcal{H}_0}{kT} \gg 1$$

d'où, d'après (2) :

$$\chi_1 = - \frac{\partial^2}{\partial H^2} \text{Tr} (\mathcal{H}_0 - E_F) = - \frac{\partial^2}{\partial H^2} \text{Tr} \left(\frac{e^2}{2mc^2} \vec{A}^2 \right) \quad |4.11|$$

Si $\vec{H}$ est dirigé selon l'axe z , alors :

$$\text{Tr}(\vec{A}^2) = \frac{H^2}{4} \langle x^2 + y^2 \rangle \quad |4.12|$$

$$\text{et } \chi_1 = - \frac{e^2}{4mc^2} \langle x^2 + y^2 \rangle \quad |4.13|$$

i) Cas des couches complètes

On peut considérer que les électrons d'une couche complète sont dans un état s, avec une symétrie sphérique de rayon r : alors $\langle x^2 + y^2 \rangle = \frac{2}{3} \langle r^2 \rangle$

Pour l'ensemble des couches complètes de l'atome, la contribution à χ_1 est donc :

$$\chi_{\text{dia}} = - \frac{e^2}{6mc^2} \sum_n \langle r_n^2 \rangle \quad |4.14|$$

C'est la susceptibilité de Pierls-Langevin.

Les travaux de Slater^(4.7) permettent de calculer $\langle r_n^2 \rangle$ pour chaque couche.

ii) Cas des couches incomplètes

Le traitement des problèmes dans le cas des couches incomplètes est plus compliqué. Il a été appliqué par Landau^(4.8) à un gaz d'électrons dégénérés. On trouve :

$$\chi_{\text{Landau}} = - \frac{4\pi}{3} \frac{(2m)^{\frac{3}{2}}}{h^3} (E_F)^{\frac{1}{2}} \mu_B^2 \quad |4.15|$$

Pour tenir compte du champ cristallin, Pierls a résolu le problème dans l'approximation des liaisons fortes. L'expression de Pierls se résume à celle de Landau dans le cas particulier des électrons libres, à condition de multiplier χ_{Landau} par

$$\alpha = \frac{m}{m^*} = \frac{m}{h^2} \frac{\partial^2 E}{\partial k^2} \quad |4.16|^{(+)}$$

m^* est la masse effective de l'électron,
E son énergie, fonction du vecteur d'onde $\vec{k}$.

(+) cette écriture est approchée. Voir réf. (4.2).

Tenant compte, d'autre part, que pour une bande parabolique de N électrons/cm³, on a^(4.9) :

$$E_F = \frac{h^2}{8m} \left(\frac{3N}{\pi} \right)^{\frac{2}{3}} \quad |4.17|$$

alors :

$$\chi_{\text{Landau}} = - \frac{4\pi}{3} \frac{m}{h^2} \mu_B^2 \left(\frac{3N}{\pi} \right)^{\frac{1}{3}} \times \alpha \quad |4.18|$$

Dans les mêmes conditions, la densité d'états au niveau de Fermi s'écrit :

$$n(E_F) = \frac{3}{4} \frac{N}{E_F} \quad |4.19|$$

d'où

$$\chi_{\text{Landau}} = - \frac{2}{3} \mu_B^2 n(E_F) \alpha \quad |4.20|$$

La susceptibilité diamagnétique des couches incomplètes est ainsi proportionnelle à la densité d'état de la bande au niveau de Fermi et inversement proportionnelle à la masse effective de l'électron. On néglige d'ordinaire $\chi_{\text{Landau}}^{3d}$ en raison de la grande masse effective des électrons 3d.

4.1.2. - 2e terme

- Pour une substance paramagnétique, le terme

$$T_2 = \sum_m f(E_m) \langle m | \mathcal{H}_1 | m \rangle \text{ est nul :}$$

la valeur moyenne de l'opérateur $\vec{H}(\vec{L}+2\vec{S})$ (éq. 4.3), c'est-à-dire la valeur moyenne de la projection de $(\vec{L}+2\vec{S})$ dans la direction du champ est nulle, dans l'état fondamental $|m\rangle$ non perturbé ($\vec{H}=0$). Par suite le terme χ_2 n'existe pas.

- Pour une substance ferromagnétique, T_2 représenterait l'énergie de couplage du moment spontané avec le champ et serait différent de zéro, mais constant, et par suite,

$$\chi_2 = - \frac{\partial^2 T_2}{\partial H^2} = 0.$$

4.1.3. - 3e terme

La susceptibilité due au terme T_3 s'écrit, d'après éq. (4.3)(4.5)(4.9) :

$$\chi_3 = \mu_B^2 \sum_m \sum_{m'} \frac{f(E_m) - f(E_{m'})}{E_{m'} - E_m} \langle m | \vec{L} + 2\vec{S} | m' \rangle \langle m' | \vec{L} + 2\vec{S} | m \rangle \quad |4.21|$$

Remarquons que ce terme n'existe que pour des bandes incomplètes = à 0 K, l'un des états $|m\rangle$ ou $|m'\rangle$ doit être occupé et l'autre vide pour que $f(E_m)$ (fonction de distribution de Fermi) soit différent de $f(E_{m'})$, c'est-à-dire, pour que χ_3 soit différent de zéro. On pourrait remplacer^(4.10)

$$\frac{f(E_m) - f(E_{m'})}{E_{m'} - E_m} \quad \text{par} \quad \frac{2f(E_m)(1 - f(E_{m'}))}{E_{m'} - E_m} \quad (*)$$

ce qui rend l'expression plus claire et conduit, après sommation, χ_3 à être proportionnel à $N_o N_v$ (N_o et N_v étant les nombres d'états occupés et vides de la bande^(4.11)). Dans ces conditions, considérant que le nombre d'états de la bande $N_o + N_v$ est constant, χ_3 doit être maximum dans le cas où la bande est à moitié pleine ($N_o = N_v$). D'autre part, la présence de la différence d'énergie $E_{m'} - E_m$ au dénominateur rend χ_3 grossièrement inversement proportionnel à la largeur de la bande.

* Cette expression peut en effet se décomposer de la manière suivante : (en omettant la double sommation)

$$\frac{2f(E)(1 - f(E'))}{E' - E} = \frac{f(E) - f(E)f(E')}{E' - E} + \frac{f(E') - f(E)f(E')}{E - E'} = \frac{f(E) - f(E')}{E' - E}$$

Dans l'expression de X_3 (éq. 4.21), le produit $\langle \vec{L} + 2\vec{S} \rangle \langle \vec{L} + 2\vec{S} \rangle$ conduit à trois contributions :

$$X_3 = X_L + X_S + X_{LS}$$

avec $X_L \sim \langle \vec{L} \rangle \langle \vec{L} \rangle$

$$X_S \sim \langle 2\vec{S} \rangle \langle 2\vec{S} \rangle$$

$$X_{LS} \sim \langle \vec{L} \rangle \langle 2\vec{S} \rangle + \langle 2\vec{S} \rangle \langle \vec{L} \rangle$$

- i) La contribution orbitale X_L n'existe pas bien entendu pour les électrons 4s ($\vec{L}=0$). On peut être tenté de conclure la même chose pour les électrons 3d dont le moment orbital est réputé "bloqué" : si, dans ce cas, les valeurs moyennes $\langle L_x \rangle$, $\langle L_y \rangle$ et $\langle L_z \rangle$ sont nulles, en l'absence de dégénérescence orbitale, cela ne signifie pas que le moment orbital $\vec{L}$ le soit.

Les électrons 3d peuvent être traités dans l'approximation des liaisons fortes ; leurs fonctions d'onde prennent alors la forme

$$|n\vec{k}\sigma\rangle = \sum_j a_{nj}(\vec{k}) \sum_{\vec{R}} \exp(i\vec{k}\vec{R}) \varphi_j(\vec{r}-\vec{R}) \theta_\sigma \quad |4.23|$$

θ_σ est l'opérateur de spin

les φ_j sont des fonctions de Wannier localisées.

Les coefficients $a_{nj}(\vec{k})$ et les valeurs des énergies $E_{n\vec{k}}$ associées sont tirés de travaux tels que ceux de Wood^(4.12) sur la structure de bandes du fer, ceux de Fletcher^(4.13) et de Yamashita et al^(4.14) pour le nickel, ou ceux de Asdente et Friedel^(4.15), et Lormer^(4.16) pour le chrome.

X_L s'écrit dans ces conditions :

$$X_L = \mu_B^2 \sum_{\substack{n n' \\ \sigma \sigma'}} \frac{\vec{d}\vec{k}}{(2\pi)^3} \frac{f(E_{n\vec{k}}) - f(E_{n'\vec{k}})}{E_{n'\vec{k}} - E_{n\vec{k}}} \frac{\langle n\vec{k}\sigma | \vec{L} | n'\vec{k}\sigma' \rangle}{\langle n'\vec{k}\sigma' | \vec{L} | n\vec{k}\sigma \rangle} \quad |4.22|$$

Le calcul de χ_L est complexe et les approximations sont inévitables ; en particulier le recouvrement des fonctions d'ondes est en général considéré comme nul.

Considérons par exemple le cas du chrome Denbigh et Lomer^(4.10) sont parmi les premiers à avoir développé ce genre de calcul : leur valeur obtenue pour le chrome $\chi_L^{Cr} = 98.10^{-6}$ u.e.m./mole, à partir de la structure de bandes du fer^(4.12), semble proche de la mesure déduite des résultats de Butterworth : 130.10^{-6} (4.17) ou de Shimizu et al : 140.10^{-6} (4.18).

En partant de la structure de bandes déterminée pour le chrome par Asdente et Friedel^(4.15) d'une part, et par Lormer^(4.16) d'autre part, Mori^(4.19) obtient respectivement $\chi_L^{Cr} = 255 - 304.10^{-6}$ et 156.10^{-6} u.e.m./mole.

Par la suite, Place et Rhodes^(4.21) ont généralisé le calcul de la susceptibilité orbitale à l'ensemble des éléments cristallisant dans les structures cubiques corps centré (c.c.c.) ou faces centrées (c.f.c.). Ils donnent la variation de χ_L en fonction du niveau de Fermi E_F dans la bande d. Ils ont utilisé les travaux de Fletcher^(4.13) sur le nickel dans le cas de la structure c.f.c. et ceux de Wood^(4.12) dans le cas de la structure c.c.c.. Comme on pouvait s'y attendre, les courbes $\chi_L(E_F)$ obtenues (figures 4.1 et 4.2) indiquent un maximum pour des valeurs de E_F correspondant à peu près à une bande à moitié pleine, et, de plus, les valeurs de χ_L sont moins importantes lorsque la bande est plus large.

Reprenant l'exemple du chrome, dont l'énergie de Fermi est $E_F(Cr) = 3,9$ eV^(4.22), la courbe de la figure (4.2) conduit à une valeur de $\chi_L(Cr) \neq 235.10^{-6}$ u.e.m./mole.

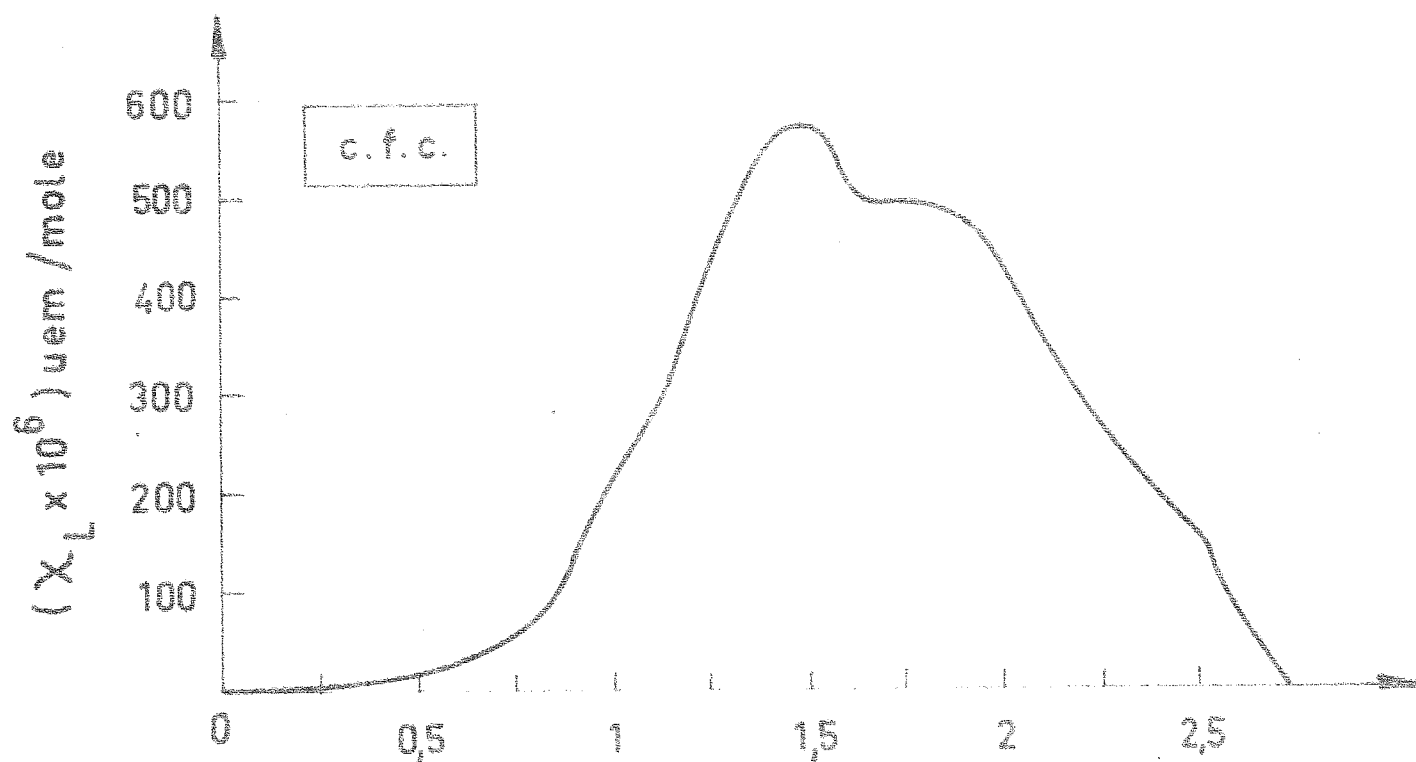


Figure 4.1 : Susceptibilité orbitale paramagnétique en fonction de l'énergie de Fermi E_F , pour les métaux cubiques faces centrées (d'après Pleace et Rhodes, réf. 4.21).

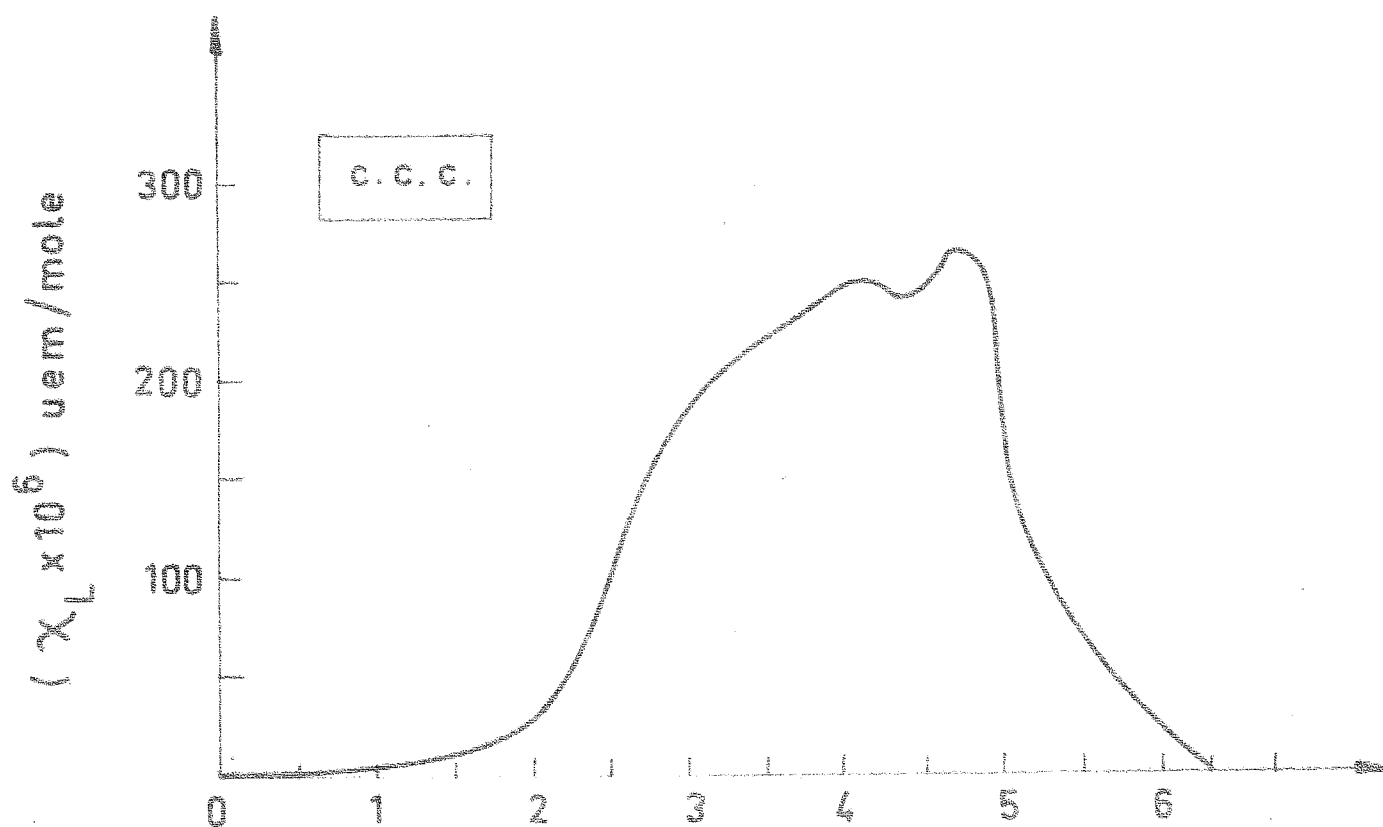


Figure 4.2 : Susceptibilité orbitale paramagnétique en fonction de l'énergie de Fermi E_F , pour les métaux cubiques corps centré (d'après Pleace et Rhodes, réf., 4.21).

Nous avons tenu à montrer à travers les différentes estimations de χ_L , dans le cas du chrome, combien le calcul de la susceptibilité orbitale conduit à des résultats différents selon les auteurs : on ne pourra pas prétendre déterminer avec précision χ_L tant que la structure de la bande ne sera pas mieux connue.

ii) La contribution purement de spin dans χ_3 , éq. 4.21, est la susceptibilité de Pauli.

Pour les électrons 3d, elle se traite dans la même approximation que précédemment :

$$\chi_S = \mu_B^2 \sum_{\substack{nn' \\ \sigma\sigma'}} \frac{d\vec{k}}{(2\pi)^3} \frac{f(E_{n\vec{k}}) - f(E_{n'\vec{k}})}{E_{n'\vec{k}} - E_{n\vec{k}}} \frac{\langle n\vec{k}\sigma | 2\vec{S} | n'\vec{k}\sigma' \rangle}{\langle n'\vec{k}\sigma' | 2\vec{S} | n\vec{k}\sigma \rangle} \quad |4.24|^*$$

$$\begin{aligned} \text{or } |\langle n\vec{k}\sigma | 2\vec{S} | n'\vec{k}\sigma' \rangle|^2 &= |\langle n\vec{k} | n'\vec{k} \rangle|^2 |\langle \sigma | 2S_z | \sigma' \rangle|^2 \\ &= \delta_{nn'} \delta_{\sigma\sigma'} \end{aligned}$$

La présence de $\delta_{nn'}$, conduit à développer $f(E_{n\vec{k}})$:

$$f(E_{n\vec{k}}) \neq f(E_{n'\vec{k}}) + (E_{n\vec{k}} - E_{n'\vec{k}}) f'(E_{n'\vec{k}})$$

* Kubo et Obata ne donnent pas le détail du calcul qui suit. Le passage de eq. 4.24 à eq. 4.25 est dû à Segransan (communication personnelle).

$$\text{or } f'(E_n, \vec{k}) = \delta(E_F - E_n, \vec{k})$$

alors

$$\begin{aligned} \chi_S &\neq \mu_B^2 \sum_{nn'} \frac{d\vec{k}}{(2\pi)^3} \delta(E_n, \vec{k} - E_F) \delta_{nn'} \delta_{\sigma\sigma'} \\ &\neq 2\mu_B^2 \sum_{nn'} dE_n, \vec{k} N_n(E_n, \vec{k}) \delta(E_n, \vec{k} - E_F) \delta_{nn'} \end{aligned}$$

d'où

$$\chi_S \neq 2\mu_B^2 N(E_F) \quad |4.25|$$

Ce résultat bien connu, est d'ordinaire obtenu de manière différente |4.23|, applicable alors aux électrons 4s.

On s'attend à ce que $\chi_S(3d) \gg \chi_S(4s)$ en raison de la grande différence de densité d'états au niveau de Fermi entre les couches 3d et 4s.

- iii) Le terme croisé χ_{LS} de χ_3 , éq. |4.21|, est proportionnel à l'énergie de couplage spin-orbite. Son importance est inférieure à l'incertitude pesant sur l'évaluation de χ_L . Il sera négligé. On peut citer cependant les évaluations de χ_{LS} (u.e.m./mole) faites par Mori^(4.20), à partir des travaux de Friedel et al^(4.15) : $\chi_{LS}^{Ni} = 3.10^{-6}$, ou de Yamashita et al^{(4.14)(4.19)} : $\chi_{LS}^{Ni} = 20.10^{-6}$, $\chi_{LS}^{Fe} = 10.10^{-6}$, $\chi_{LS}^{Co} = 7.10^{-6}$.

En résumé, on retiendra pour la susceptibilité d'un métal paramagnétique, les contributions suivantes :

$$\chi_{\text{para.}} = \chi_{\text{dia.}} + \chi_{\text{Landau}}^{4s} + \chi_L^{3d} + \chi_S^{3d} + \chi_S^{4s}$$

Dans l'approximation des électrons libres, on peut écrire $m = m^*$ pour les électrons 4s, et d'après les éq. |4.18|, |4.20|, |4.25| on a :

$$\begin{aligned} \chi^{4s} &= \chi_S^{4s} + \chi_{\text{Landau}}^{4s} = 2 \mu_B^2 N(E_F) \left(1 - \frac{1}{3}\right) \\ &= \frac{8\pi}{3} \frac{m}{h^2} \mu_B^2 \left(\frac{3N}{\pi}\right)^{1/3} \end{aligned}$$

Cette expression, écrite par unité de volume, donne pour une mole :

$$\chi^{4s} = 1,24 \cdot 10^{-6} \left(\frac{M}{p}\right)^{2/3} n_{4s}^{1/3} \quad |4.26|$$

n_{4s} est le nombre d'électrons 4s par atome,

M la masse moléculaire,

p la densité.

Finalement :

$$\chi_{\text{para.}} = \chi_{\text{dia.}} + \chi^{4s} + \chi_L^{3d} + \chi_S^{3d} \quad |4.27|$$

4.2 - SUSCEPTIBILITE D'UN METAL FERROMAGNETIQUE A 0 K

Le comportement sous champ magnétique d'un métal ferromagnétique n'a pas été traité de manière rigoureuse jusqu'à présent. La nécessité de tenir compte de l'énergie d'échange et de l'hybridation des bandes d et s conduit nécessairement à modifier l'hamiltonien "paramagnétique" et à chercher de nouvelles fonctions d'ondes solutions d'un hamiltonien "ferromagnétique".

En l'absence de travaux théoriques complets sur ce sujet, nous nous contenterons d'évaluer pour chaque composante de la susceptibilité dans l'état paramagnétique (§ 4.1), l'incidence du passage à l'état ferromagnétique.

4.2.1 - Le diamagnétisme des couches complètes reste inchangé (éq. 4.14)

4.2.2 - La susceptibilité de Pauli et le diamagnétisme de Landau des électrons 4s (éq. 4.26) subissent certainement de légères variations d'une part parce que la population de la

couche 4s est modifiée par l'hybridation des bandes d et s et parce que l'échange découple les deux demi-bandes 4s↑ et 4s↓. Cependant χ^{4s} est suffisamment petit pour que ces variations soient négligées.

4.2.3. - La susceptibilité orbitale des électrons 3d est sans aucun doute affectée par le passage du paramagnétisme au ferromagnétisme. L'énergie d'échange modifie de manière fondamentale la répartition des électrons entre les deux demi-bandes 3d↑ et 3d↓ : par suite le nombre d'états occupés N_o et vides N_v est nettement différent d'une demi-bande à l'autre. Or, nous l'avons vu (§ 4.1.3), la susceptibilité orbitale est proportionnelle à $N_o N_v$ dans l'état paramagnétique. De plus, l'élément de matrice $\langle m | \vec{L} | m' \rangle$ intervenant dans χ_L (éq. 4.22) ne couple que des états de même spin, l'opérateur étant purement angulaire ; chaque demi-bande peut donc être considérée séparément. Dans ces conditions, négligeant les modifications provoquées sur l'allure générale de la courbe de densité d'états par le passage au ferromagnétisme, on est tenté d'écrire :

$$\chi_{\text{Ferro.}}^L = \frac{2 \chi_L}{N_o N_v} \Big|_{\text{para}} \cdot (N_{o\uparrow} N_{v\uparrow} + N_{o\downarrow} N_{v\downarrow})$$

$$\text{ou} \quad \chi_{\text{Ferro.}}^L = 2 \cdot \chi_{\text{para.}}^L \cdot \frac{n_{d\uparrow}(5-n_{d\uparrow}) + n_{d\downarrow}(5-n_{d\downarrow})}{(n_{d\uparrow} + n_{d\downarrow})(10 - n_{d\uparrow} - n_{d\downarrow})} \quad |4.28|$$

$n_{d\uparrow}$ ou $\downarrow = N_{o\uparrow}$ ou $\downarrow$ représente le nombre d'électrons de la demi-bande 3d↑ ou ↓.

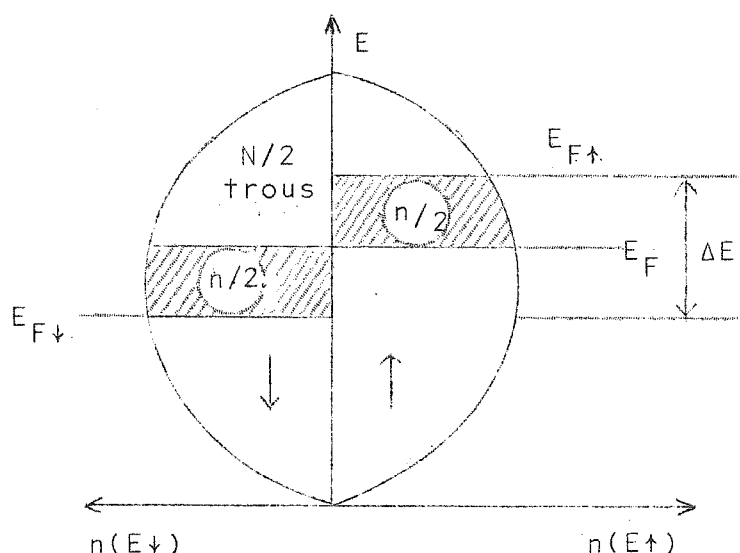
D'une manière analogue, on peut utiliser les calculs de Place et Rhodes^(4.21) (figures 4.1 et 4.2) donnant χ_L en fonction de E_F , et on peut estimer que :

$$\chi_{\text{Ferro.}}^L = \frac{1}{2} \chi_L(E_{F\uparrow}) + \frac{1}{2} \chi_L(E_{F\downarrow}) \quad |4.29|$$

Les deux estimations, éq. [4.28] et [4.29], permettent de chiffrer la contribution orbitale à la susceptibilité dans l'état ferromagnétique, mais, bien entendu, ne constituent pas en elles-mêmes une réponse au problème posé*.

4.2.4 - La susceptibilité de Pauli des électrons 3d dans l'état ferromagnétique doit être calculée en tenant compte du découplage en deux demi-bandes de spins opposés.

Pour représenter la bande 3d à 0 K, prenons un modèle où le bas de chaque demi-bande est considéré au zéro d'énergie (figure 4.3).



Soit E_F l'énergie de Fermi dans l'état paramagnétique et $E_{F\sigma}$ l'énergie de Fermi de la demi-bande σ ($\sigma = \uparrow$ ou $\downarrow$) $n(E_\sigma)$ est la densité d'état d'énergie E .

Le moment M est donné par :

Figure 4.3 : Cas d'une bande plus qu'à demi-pleine.

$$\frac{M}{2\mu_B} = \frac{n}{2} = \int_{E_F}^{E_{F\uparrow}} n(E_{\uparrow}) dE = \int_{E_{F\downarrow}}^{E_F} n(E_{\downarrow}) dE \quad [4.30]$$

* Place et Rhodes^(4.46) ont dernièrement calculé la susceptibilité orbitale des métaux cubiques dans l'état ferromagnétique, d'une part en considérant chaque demi-bande séparément (comme dans éq. 4.29) et d'autre part en tenant compte de l'hybridation des bandes s-p-d. Ces résultats figurent dans les tableaux des figures 4.5 et 4.6.

Par rapport à l'état paramagnétique, la variation d'énergie du système est donnée par :

$$W = W_{\uparrow} + W_{\downarrow} + W_{e-e} \quad |4.31|$$

où W_{e-e} représente l'énergie d'interaction entre électrons et

$$W_{\sigma} = \int_{E_F}^{E_{F\sigma}} E n(E_{\sigma}) dE \quad |4.32|$$

Le système est en équilibre si $\frac{\partial W}{\partial M} = 0$, soit :

$$\frac{\partial W_{\uparrow}}{\partial E_{F\uparrow}} \frac{\partial E_{F\uparrow}}{\partial M} + \frac{\partial W_{\downarrow}}{\partial E_{F\downarrow}} \frac{\partial E_{F\downarrow}}{\partial M} + \frac{\partial W_{e-e}}{\partial M} = 0 \quad |4.33|$$

$$\text{or d'après } |4.32| \quad \frac{\partial W_{\sigma}}{\partial E_{F\sigma}} = E_{F\sigma} n(E_{F\sigma}) \quad |4.34|$$

et d'après éq. |4.30| :

$$\frac{\partial M}{\partial E_{F\uparrow}} = 2 \mu_B n(E_{F\uparrow}) \text{ et } \frac{\partial M}{\partial E_{F\downarrow}} = -2 \mu_B n(E_{F\downarrow}) \quad |4.35|$$

l'équation 4.33 devient :

$$\frac{\partial W}{\partial M} = \frac{E_{F\uparrow} - E_{F\downarrow}}{2\mu_B} + \frac{\partial W_{e-e}}{\partial M} = 0 \quad |4.36|$$

Cette relation fixe les valeurs des niveaux de Fermi en fonction de l'énergie d'interaction e - e.

Dérivons une nouvelle fois |4.36| :

$$\frac{\partial^2 W}{\partial M^2} = \frac{1}{X_S} = \frac{1}{2\mu_B} \left(\frac{\partial E_{F\uparrow}}{\partial M} - \frac{\partial E_{F\downarrow}}{\partial M} \right) + \frac{\partial^2 W_{e-e}}{\partial M^2} \quad |4.37|$$

On obtient :

$$\frac{1}{X_S} = \frac{1}{4\mu_B^2} \left(\frac{1}{n(E_{F\uparrow})} + \frac{1}{n(E_{F\downarrow})} \right) + \frac{\partial^2 W_{e-e}}{\partial M^2} \quad |4.38|$$

Cette relation donne la susceptibilité de Pauli χ_S du métal ferromagnétique et de plus constitue la condition d'existence du ferromagnétisme développée par Stoner^(4.24) et discutée par Shimizu^(4.25) : l'équilibre de M est obtenu par éq. |4.36|, et pour être assuré que l'énergie est minimum, on doit avoir $\frac{\partial^2 E}{\partial M^2} > 0$, c'est-à-dire $\chi_S > 0$ (éq. |4.38|).

Les interactions d'échange entre électrons de spins opposés peuvent être représentées par un champ moléculaire $\alpha M = \alpha n \mu_B$ (n est défini par éq. |4.30|), et donc par une énergie d'interaction :

$$W_{e-e} = -\frac{1}{2} \alpha M^2 = -\frac{1}{2} \alpha n^2 \mu_B^2 \quad |4.39|$$

d'où : $\frac{\partial^2 W_{e-e}}{\partial M^2} = -\alpha$

D'après éq. |4.36| et |4.39|, l'énergie de découplage des deux demi-bandes s'écrit :

$$\Delta E = E_{F\uparrow} - E_{F\downarrow} = 2\mu_B^2 \alpha n \quad |4.40|$$

L'équation |4.38| devient :

$$\boxed{\frac{\mu_B^2}{\chi_3} = \frac{1}{4} \left[\frac{1}{n(E_{F\uparrow})} + \frac{1}{n(E_{F\downarrow})} \right] - \frac{\Delta E}{2n}} \quad |4.41|$$

Stoner^(4.26) a proposé d'écrire le champ moléculaire en fonction d'une température caractéristique θ' et de l'aimantation relative $\frac{n}{N}$ (N est le nombre total d'électrons ou de trous de la bande, selon qu'elle est moins ou plus qu'à moitié remplie) :

$$\alpha M = \frac{k\theta'}{\mu_B} \frac{n}{N} \quad |4.42|$$

Dans ces conditions, on a :

$$\Delta E = 2k\theta' \frac{n}{N}$$

et $\frac{\mu_B^2}{\chi_3} = \frac{1}{4} \left[\frac{1}{n(E_{F\uparrow})} + \frac{1}{n(E_{F\downarrow})} \right] - \frac{k\theta'}{N} \quad |4.43|$

Cette écriture donnée par Wohlfarth^(4.27) a conduit certains auteurs^{(4.28)(4.29)} à de grossières erreurs, prenant systématiquement N pour le nombre total d'électrons de la bande (alors que dans le cas du fer, du nickel et du cobalt, N représente le nombre de trous).

Par suite de l'hybridation des bandes s et d , on peut faire intervenir dans W_{e-e} un terme d'interaction d'échange $s-d$ ^(4.30) : bien qu'il soit difficile d'en déterminer l'importance Hodges et al^(4.31) en tiennent compte, en particulier dans le cas du nickel. Le calcul de la structure de bande du nickel ferromagnétique effectué par ces mêmes auteurs montre clairement que l'hybridation $s-d$ peut la transformer de manière significative et de plus modifier la répartition des électrons (voir également^(4.32) et ^(4.52)).

4.3 - LES RESULTATS EXPERIMENTAUX

4.3.1 - Les mesures antérieures*

La première tentative pour mesurer la susceptibilité superposée du fer et du nickel avait permis à Kapitza en 1931^(4.33) d'affirmer que l'augmentation du moment dans un champ pulsé de 250 kOe était inférieure à 1 % (résolution de sa mesure), ce qui constitue déjà une bonne valeur approchée. Il faut attendre 1955^(4.34), mais surtout 1966-67 pour voir apparaître un regain d'intérêt pour ce type de mesure. Trois équipes publiaient alors des travaux d'un intérêt inégal :

- Freeman et al^(4.28) au M.I.T., dans un champ de 150 kOe produit par une bobine à eau, appréciaient la susceptibilité du fer à 4 K : $\chi_{Fe} < 280.10^{-6}$ et celle du nickel $\chi_{Ni} < 70.10^{-6}$.
- Herring et al^(4.35), dans une bobine supraconductrice et avec un principe de mesure identique au nôtre, ne sont pas parvenus à comprendre et éliminer l'influence de l'environnement supraconducteur sur la mesure : les susceptibilités obtenues sont

* lorsque l'unité n'est pas précisée, les susceptibilités sont données en u.e.m./mole/Oe.

en effet très importantes et difficiles à interpréter :

$$\chi_{\text{Fe-Si}_4} = 800.10^{-6} \text{ (à 145 K)}$$

$$\chi_{\text{Ni}} = 370.10^{-6} \text{ (à 4 K)}.$$

- En champs pulsés, et avec la technique de mesure décrite au § 2.1.1, Stoelinga^(4.36) a obtenu à 4 K :

$$\chi_{\text{Fe}} = 231(\pm 15).10^{-6}$$

et

$$\chi_{\text{Ni}} = 129(\pm 10).10^{-6}.$$

Enfin, en 1969, l'équipe du M.I.T.^(4.29), après avoir amélioré la précision de leurs mesures ($3 \text{ à } 5.10^{-4}$ sur l'aimantation), obtiennent à 4 K :

$$\chi_{\text{Fe}} = 305(\pm 9).10^{-6}$$

et

$$\chi_{\text{Ni}} = 110(\pm 7).10^{-6}.$$

La grande plage de champ magnétique disponible au M.I.T. (150 kOe) ou en champs pulsés (200 kOe) compense en partie la précision moins grande des mesures comparée à la nôtre.

Rappelons ici les résultats obtenus à 4 K sur les métaux 3d étudiés au cours du présent travail :

$$\chi_{\text{Fe}} = 266(\pm 2).10^{-6}$$

$$\chi_{\text{Ni}} = 114(\pm 2).10^{-6}$$

$$\chi_{\text{Co}} = 265(\pm 2).10^{-6}.$$

Nous évaluons dans les § suivants les différentes contributions analysées au § 4.2.

4.3.2 - Le diamagnétisme des couches complètes et la susceptibilité des électrons 4s

- avec une configuration $1s^2, 2s^2, 2p^6, 3s^2, 3p^6$, on obtient (éq. |4.14| et Réf.(4.7)) :

$$\chi_{\text{dia}}^{\text{Fe}} = -4,0.10^{-6} ; \chi_{\text{dia}}^{\text{Ni}} = -3,2.10^{-6} ; \chi_{\text{dia}}^{\text{Co}} = -3,6.10^{-6}.$$

- On a une valeur approchée de la susceptibilité des électrons 4s (éq. 4.26) en supposant que $n_{4s} = 1$. Prenant comme valeur de la densité $\rho = 9.0$ pour Co et Ni et 7,9 pour Fe, on obtient :

$$\chi_{4s}^{\text{Fe}} \sim 4,6 \cdot 10^{-6} ; \chi_{4s}^{\text{Ni}} \sim 4,3 \cdot 10^{-6} ; \chi_{4s}^{\text{Co}} \sim 4,3 \cdot 10^{-6}.$$

- Compte tenu des erreurs d'estimation faites sur les autres composantes de la susceptibilité, nous estimerons que $\chi_{\text{dia}} + \chi_{4s}$ est négligeable pour ces métaux.

4.3.3 - La susceptibilité du fer (voir figure 4.4)

Le tableau de la figure 4.4 résume les données de différents auteurs à partir desquelles la susceptibilité orbitale et la susceptibilité de Pauli ont pu être calculées.

- Les premiers travaux de Wood en 1962^(4.12) ont été repris par Cornwell et Wohlfarth la même année^(4.37) puis corrigés à nouveau en 1964^(4.38) : il font appel à la méthode A.P.W. (Augmented Plane Wave).
- La courbe de densité d'état donnée par Shimizu^(4.39) est déduite de manière expérimentale à partir des mesures de chaleur spécifique*.
- La méthode self-consistante adoptée par Wakoh et Yamashita^(4.40) semble être plus rigoureuse pour déterminer la structure de bande du fer dans l'état ferromagnétique : mais étant donné que la structure d'une demi-bande n'est pas identique à celle de l'autre (la largeur de bande en particulier n'est plus la même), on ne peut plus définir de décalage des énergies de Fermi $\Delta E = E_{F\uparrow} - E_{F\downarrow}$ et par suite, les calculs de χ_L et χ_S à partir des éq |4.29| et |4.41| ne peuvent se faire.

* Yasui et Shimizu^(4.45) ont publié tout récemment le résultat de leurs calculs de χ_L et χ_S du fer dans l'état ferromagnétique. Ces valeurs, très éloignées des valeurs expérimentales et de celles que nous calculons, sont ajoutées au tableau de la figure 4.4.

Le calcul de la susceptibilité orbitale χ_L est effectué à partir de la courbe établie par Place et Rhodes (figure 4.2) et des équations [4.28] ou [4.29], en adoptant pour valeur de E_F dans l'état paramagnétique : $E_F = 5,2$ eV, avec $\chi_{para}^L = 110 \cdot 10^{-6}$.

L'accord entre la susceptibilité expérimentale et les différentes susceptibilités calculées est relativement satisfaisant (figure 4.4) : il faut cependant remarquer que les écarts sur les différentes valeurs de χ_L sont compensés par des écarts opposés sur les valeurs correspondantes de χ_S ; ce qui illustre la méconnaissance de la structure de la bande 3d.

4.3.4 - La susceptibilité du nickel (voir tableau de la figure 4.5)

- La courbe de densité d'état obtenue par Fletcher^(4.13) pour Ni paramagnétique a été utilisée par Place et Rhodes pour tracer la courbe $\chi_L(E_F)$ (figure 4.1). A $E_F = 2,57$, on obtient pour le nickel $\chi_{para}^L = 85 \cdot 10^{-6}$; une évaluation très proche ($88 \cdot 10^{-6}$) est fournie par Mori^(4.20) à partir des mêmes données. On peut reprocher à la courbe de Fletcher d'être très étroite : il estime la largeur de la bande 3d à 2,7 eV, alors qu'on adopte plutôt 4 eV à l'heure actuelle. Ceci entraîne certainement des valeurs surévaluées pour la susceptibilité orbitale telle qu'elle est calculée par Place et Rhodes*.
- Les calculs de Hodges et al^(4.31) et Connolly^(4.41) sur la structure de la bande 3d du nickel dans l'état ferromagnétique (voir également réf. 4.52), conduisent à ne pas négliger la

* Ceci ne paraît pas confirmé dans la dernière publication de Place et Rhodes^(4.46) où ils ont abandonné la référence à Fletcher pour adopter la courbe de densité d'états calculée par Burdick (pour Cu)^(4.47) et la largeur de bande obtenue par Wakoh^(4.48) (4 eV) : les valeurs de χ_L restent pratiquement inchangées.

densité d'états $n(E_{F\uparrow})$. La demi-bande 3d n'est pas parfaitement remplie et la susceptibilité de Pauli χ_S n'est plus nulle, comme dans le modèle de Fletcher. Les valeurs du décalage ΔE des deux demi-bandes citées dans le tableau de la figure 4.5 sont données par les auteurs et permettent de calculer χ_S . Hodges et al ont eux-mêmes estimé χ_S en tenant compte des interactions s-d, leur valeur (52.10^{-6}) est très proche de la notre (55.10^{-6}).

4.35 - Susceptibilité du cobalt (voir tableau de la figure 4.6)

Les calculs relatifs à la densité d'états du cobalt sont moins nombreux que pour le nickel et le fer : citons ceux de Georges et Thomson^(4.42) qui considèrent que $n(E_{F\uparrow}) = 0$, donc $\chi_S = 0$, et ceux de Wong, Wohlfarth et Hum^(4.43) ou de Wakoh et Yamashita^(4.49) qui conduisent à une (faible) susceptibilité de Pauli.

Une certaine incertitude pèse sur le décalage des deux demi-bandes : Wakoh et Yamashita estiment que leur propre valeur $\Delta E = 1,71$ eV est sans doute trop importante et doit être ramenée près de la valeur expérimentale 1,19 eV obtenue par Eastman^(4.50), tandis que Wohlfarth^(4.51) en comparant le critère de Stoner du fer, du nickel et du cobalt, déduit $\Delta E = 1,05 \pm 0,30$ eV pour le cobalt.

La susceptibilité orbitale peut être estimée de la manière qui suit. Puisque la largeur de la bande 3d du cobalt est comparable à celle du nickel, on se réfère en première approximation à la courbe $\chi_L(E_F)$ de la figure 4.1 ; la demi-bande 3d $\uparrow$ étant pratiquement pleine, on aura $\chi_L(E_{F\uparrow}) = 0$; la demi-bande 3d $\downarrow$ étant un peu plus qu'à moitié pleine ($E_{F\downarrow}$ est de plus à $\sim 0,8$ eV du sommet de la bande^(4.42), on estime $\chi_L(E_{F\downarrow}) \sim 480.10^{-6}$ d'où $\chi_{\text{ferro}}^L(\text{Co}) \sim 240.10^{-6}$ (éq. 29). On ne peut pas prétendre que cette estimation repose sur des données très complètes, mais elle permet d'affirmer que la contribution orbitale est prédominante dans le cobalt et de retrouver avec une bonne approximation la susceptibilité expérimentale (voir tableau, figure 4.6).

N.B. : Parmi les contributions à la susceptibilité des métaux 3d, celle due aux ondes de spin a été négligée. Pour une substance ferromagnétique à basses températures, le spectre d'ondes de spin est très peu excité : le rôle du champ magnétique est alors très réduit. Plusieurs auteurs ont calculé (et négligé dans les mêmes conditions) cette contribution^(4.29,4.36,4.37) : les calculs de J. Déportes^(4.53) en particulier, conduisent pour le fer à 4 K aux valeurs suivantes :

$$\sim 0,3 \cdot 10^{-6} \text{ u.e.m./g/Oe pour } H = 10 \text{ kOe,}$$

$$\sim 0,1 \cdot 10^{-6} \text{ u.e.m./g/Oe pour } H = 25 \text{ kOe.}$$

Figure 4.4

Auteurs Réf.	W. & Y. (4.40)	Wood (4.12)	C. & W. (4.37) (4.38)	Shimizu (4.39)	
$n_{3d\uparrow}$ $n_{3d\downarrow}$ $n_{4s\uparrow}$ $n_{4s\downarrow}$ $n = n_{\uparrow} - n_{\downarrow}$	$\left. \begin{matrix} 4,65 \\ 2,45 \end{matrix} \right\} 7,1$ $\left. \begin{matrix} 0,45 \\ 0,45 \end{matrix} \right\} 0,9$ 2,2	2,0	2,2	2,125	
états/eV/spin					
$n(E_{F\uparrow})$	1,33	0,84	0,74	1,64	
$n(E_{F\downarrow})$	0,66	0,385	0,40	0,455	
eV					
$E_{F\uparrow} - E_F$		0,82	1,09(0,60*)	0,82	
$E_{F\downarrow} - E_F$		- 1,09	-1,63(0,91*)	-0,76	
ΔE		1,91	2,7 (1,5 *)	1,58	
Estimations	Présent travail				Autres
$10^6 \mu\text{em/mole}$					
χ_S (eq.4.41)		69	93 (52*)	98	$86^{(4.20)}$
χ_L (eq.4.28)	84				
χ_L (eq.2.29)		133	110 (142*)	131	$\left\{ \begin{matrix} 159^{(4.20)} \\ 149^{(4.46)} \end{matrix} \right.$
$\chi_L + \chi_S$ calculé		202	203 (194*)	229	$245^{(4.20)}$
χ_{exp}	266 ± 2				$231 \pm 15^{(4.36)}$ $305 \pm 9^{(4.29)}$
χ_{dia}	- 4				
χ_{4s}/e^-	4,6				
χ_{LS}					$10^{(4.20)}$

Figure 4.4 : Fer

Figure 4.5

Auteurs Réf.	Fletcher (4.13)	Hodges et al (4.31)	Connolly (4.41)
$n_{3d\uparrow}$ $n_{3d\downarrow}$ $n_{4s\uparrow}$ $n_{4s\downarrow}$ $n = n_{\uparrow} - n_{\downarrow}$	5 4,4 0,3 ? 0,3 ? 0,6	4,71 4,14 0,58 0,57 0,58	8.85
états/eV/spin			
$n(E_{F\uparrow})$	0	0,33	0,16
$n(E_{F\downarrow})$	3,0	1,66	2,06
eV			
$E_{F\uparrow} - E_F$	> 0,125		
$E_{F\downarrow} - E_F$	- 0,08		
ΔE	> 0,2	~0,37	~0,95
Estimations	Présent travail		
10^6 uem/mole			
x_S (eq. 4.41)	0	55	40
x_L (eq. 4.28)	80	82	
x_L (eq. 4.29)	77		
$x_L + x_S$ calculé	~80	137	
$x_{exp.}$	116 ± 2		
$x_{dia.}$ x_{4s/e^-} x_{LS}	- 3,2 3,5 3- 20 (4.20)		

Figure 4.5 : Nickel

5 - LE FERRITE GRENAT D'YTTRIUM

Le ferrite grenat d'yttrium est un composé ionique où les ions fer sont dans un état s. La première raison d'étudier la loi d'aimantation d'une telle substance est de vérifier que le terme linéaire en champ (χH) superposé à l'aimantation spontanée ne comporte pas les composantes propres aux bandes d'électrons collectifs analysées au § 4. Incidemment, il devient possible de contrôler si la présence de matériau supraconducteur, n'apporte pas sur la mesure une contribution dépendant du champ, qui aurait échappé au cours des investigations précédentes.

5.1 - L'ECHANTILLON

Pour obtenir une résolution suffisante (de l'ordre de 10^{-5}) sur la mesure du moment, il était indispensable d'étudier un échantillon de 2,5 g environ, soit une sphère de 10 mm de diamètre. J. Mareschal, du LETI, nous a gracieusement fourni un monocristal, qui, à l'état brut, faisait le poids voulu et qui, de ce fait, n'a pas pu être taillé en sphère. L'espace disponible dans le porte-échantillon n'a pas permis d'orienter le cristal dans une direction privilégiée.

L'analyse du taux d'impuretés donne approximativement 10 ppm de métaux 3d autre que le fer et 20 ppm de terres rares dont 7,4 ppm de Nd ; de plus un échantillon de cette dimension contient des inclusions de flux (bain de croissance des grenats) en quantité difficile à déterminer et dont la répartition n'est pas uniforme.

5.2 - LES COMPOSANTES DE LA SUSCEPTIBILITE

- Le diamagnétisme des ions a été calculé par R. Aléonard^(5.1) suivant la procédure exposée au § 4.1.1. :

$$\chi_{\text{dia}} = - 0,38 \cdot 10^{-6} \text{ u.e.m./g/Oe.}$$

- Le paramagnétisme de Van Vleck peut-être considéré comme nul étant donné que le premier niveau excité est très élevé par rapport au fondamental.
- L'excitation des ondes de spin entraîne une réduction de l'aimantation spontanée, que tend à compenser le champ appliqué. A basses températures, seul le mode acoustique est excité. Harris^(5.2) a déterminé la relation de dispersion du mode acoustique dans le YIG en utilisant la méthode de Holstein et Primakoff^(5.3). Une relation plus simple a été appliquée par Walker^(5.4) au calcul de la fonction de partition d'un ferromagnétique. La loi d'aimantation correspondante s'écrit :

$$1 - \frac{M(T)}{M_s} = A T^{3/2} \frac{F(3/2, x)}{\zeta(3/2)} + B T^{5/2} \frac{F(5/2, x)}{\zeta(5/2)} + \dots$$

$$\text{où } x = \frac{g\mu_B H}{kT}$$

les $F(n, x)$ sont les fonctions intégrales de Bose Einstein^(5.5) et les $\zeta(n)$ les fonctions de Riemann.

pour de faibles valeurs de x , on a :

$$1 - \frac{M(T)}{M_s} = A T^{3/2} (1 - 1,354x^{1/2} + 0,56) + B T^{5/2} (1 - 1,98x) + \dots$$

A 4 K, on peut limiter le développement au 1er terme car on a $B/A \ll 1$. En dérivant, on obtient :

$$\frac{dM(T)}{dH} = A T^{3/2} \frac{g\mu_B}{kT} M_s \left(\frac{1,354}{2} x^{-1/2} - 0,56 \right).$$

Gonano et al^(5.6) ont étudié par R.M.N. la dépendance en température de l'aimantation des sous-réseaux du YIG. Leurs valeurs expérimentales reportées dans le développement précédent permettent d'avoir un ordre de grandeur des susceptibilités attendues :

par exemple à 4 K et à $H = 1000 \text{ Oe}$, $\chi \sim 1,35 \cdot 10^{-6} \text{ u.e.m./g/Oe}$

La susceptibilité due aux ondes de spins décroît avec l'intensité du champ appliqué, tandis que le diamagnétisme des ions, de signe opposé, reste constant : on doit s'attendre à un terme χH très faible en champs élevés, voire négatif.

5.3 - RESULTATS ET DISCUSSION

L'expérience montre que la variation de l'aimantation avec le champ (figure 5.1) est continue et que la susceptibilité différentielle (u.e.m./g/Oe), très faible en champs élevés, augmente rapidement lorsque le champ décroît :

$$\begin{aligned} &0,15 \cdot 10^{-6} \text{ à } 50 \text{ kOe,} \\ &2,1 \cdot 10^{-6} \text{ à } 10 \text{ kOe,} \\ &46 \cdot 10^{-6} \text{ à } 2,5 \text{ kOe.} \end{aligned}$$

- Le diagramme du logarithme de la susceptibilité en fonction du du logarithme du champ appliqué donne approximativement une pente - 5/2. C'est pourquoi on a cherché à écrire la loi d'aimantation sous la forme :

$$M = M_s (1 - a/(H_e + H_o)^{3/2}) + x H_i.$$

Pour les valeurs de H_o compris entre 300 et 1500 Oe x varie de 0,12 à 0,09 u.e.m./g/Oe et le coefficient a de 440 à 570, tandis que le facteur de confiance est de l'ordre de $6 \cdot 10^{-6}$ (la résolution étant de 10^{-5}) sur 32 points répartis entre 3 800 et 53 000 Oe.

Aubert a suggéré qu'une telle loi d'aimantation pouvait se justifier par l'effet de forme de l'échantillon : les faces planes sont assimilables à des dislocations à deux dimensions qui entraînent selon Brown^(3.6) une loi d'approche en $1/H^{3/2}$.

- Le développement suivant est encore plus satisfaisant car il s'étend sur 44 points répartis entre 760 et 53 000 Oe :

$$\begin{aligned} M &= M_s (1 - 3,51/(H_i + H_d) - 1,08 \cdot 10^4 / (H_i + H_d)^2 + x H_i) \\ x &= 0,11 \cdot 10^{-6} \text{ u.e.m./g/Oe.} \end{aligned}$$

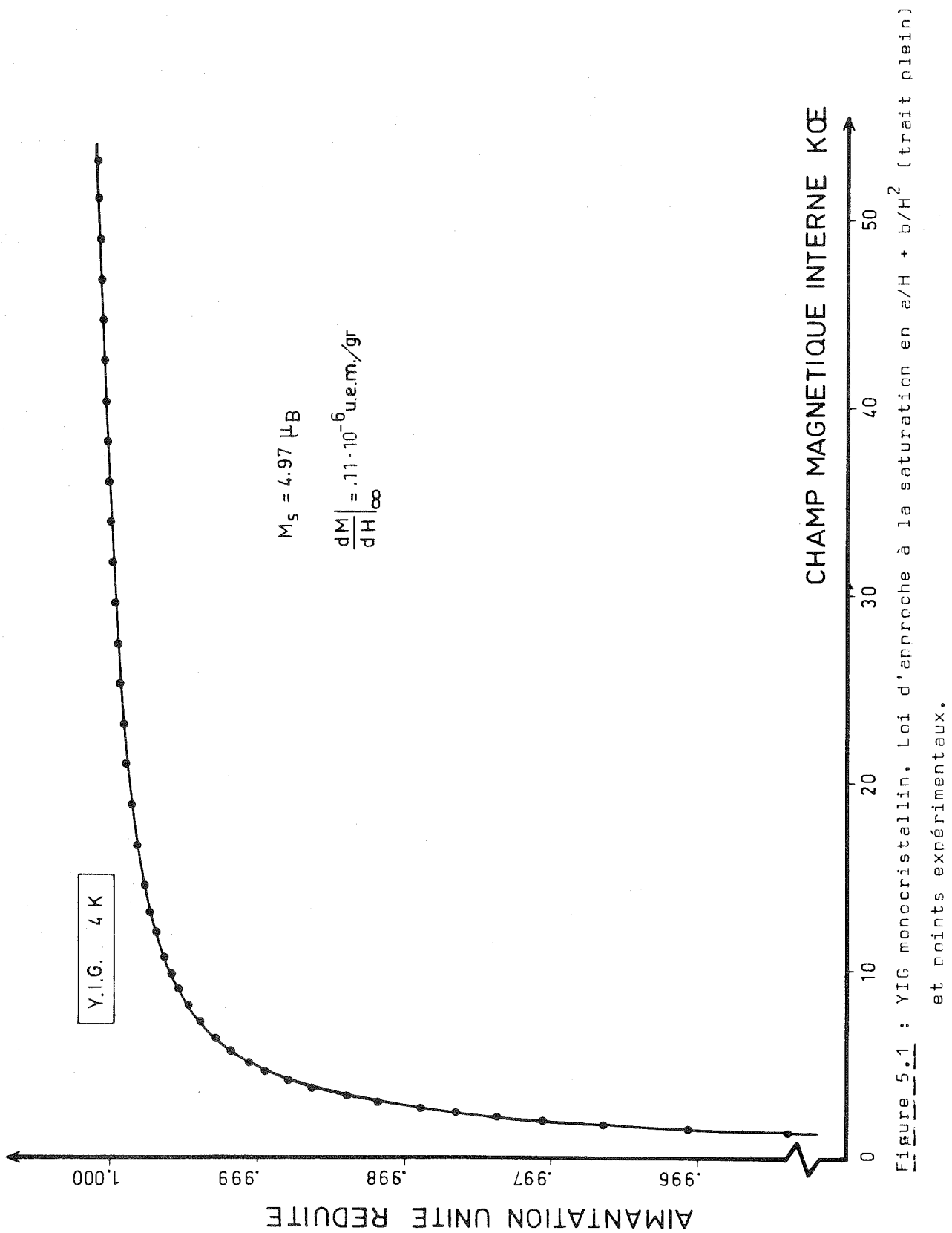
Le facteur de confiance est de $8,5 \cdot 10^{-6}$.

On peut estimer que le terme $b/(H_i + H_d)^2$ est dû à l'anisotropie magnétocristalline. Si l'échantillon était polycristallin, le coefficient b conduirait à une constante

$$K = J_s \sqrt{\frac{105}{8}} b = 73600 \text{ erg/c.c.,}$$

alors que les mesures de Escudier^(5.7) conduisent à $K = 26650 \text{ erg/c.c.}$ Evidemment, l'échantillon est monocristallin et le facteur $\frac{105}{8}$ peut prendre une valeur très différente.

Figure 5.1



Le terme $a/(H_i + H_d)$ peut être attribué à des inclusions ou à des contraintes internes.

- La valeur de l'aimantation spontanée $M_s = 4,97 \mu_B$, très nettement inférieure aux $5 \mu_B$ attendus laisse supposer que cet échantillon contient une quantité importante de flux (0,6 %) jouant un rôle d'inclusions non magnétiques dans une matrice magnétique.
- L'effet des contraintes internes peut être assimilé à l'effet de pressions externes : Grady^(5.8) a montré expérimentalement en champ faible que l'effet de la pression P sur du YIG poreux entraîne une variation du moment linéaire en P/H . Il semble toutefois difficile d'expliquer pourquoi il existerait des contraintes dans l'échantillon étudié.

5.4 - CONCLUSION

Quel que soit le développement adopté pour la loi d'aimantation du YIG, la susceptibilité obtenue est de l'ordre de $0,1 \cdot 10^{-6}$ u.e.m./g/Oe. Ce résultat confirme que les susceptibilités mesurées sur les métaux 3d, de 20 à 50 fois plus importantes, trouvent leur origine dans la présence de bandes d'électrons collectifs.

S'il doit y avoir une influence du milieu supraconducteur sur la mesure du moment, celle-ci ne peut être qu'une fonction linéaire du champ, sinon, il eut été impossible d'obtenir des variations linéaires comme sur les cristaux de fer, de nickel ou de cobalt. Le terme linéaire en champ du YIG montre alors que cette influence éventuelle ne dépasse pas 2 à 5 % de la susceptibilité mesurée des métaux 3d. Enfin, comme la courbure de la loi d'aimantation du YIG est extraordinairement continue de 760 à 53 000 Oe, les discontinuités observées sur les courbes d'aimantation des métaux 3d sont des propriétés intrinsèques de ces substances et n'ont aucun lien avec la présence de supraconducteur.

Cette dernière tentative de justification de validité de la technique de mesure trouve sa place ici, car l'exemple du YIG doit effacer la plupart des objections qui subsisteraient après la lecture (rébarbative, peut être ?) du § 2.4.

6 - LES METAUX DE TERRES RARES : Gd, Tb, Dy

6.1 - INTRODUCTION

Pour les terres rares, les électrons des couches externes de l'atome jouent un rôle fondamental dans le processus d'aimantation. Leur contribution directe au moment magnétique, dans l'état ordonné de la couche 4f a été mise en évidence par Night et al^(6.1) ; elle est communément interprétée par un phénomène de polarisation dû à l'interaction de Rudermann-Kittel entre ces électrons et les électrons 4f : par exemple, à 0 K, l'aimantation à saturation du gadolinium atteint $7,55 \mu_B$, selon ces auteurs, alors que le moment des 7 électrons de la couche 4f est de $7 \mu_B$. Une forte susceptibilité différentielle est, de plus, observée : Féron^(6.2) pour sa part estimait la susceptibilité du gadolinium à basses températures et en champ élevé à $45 \cdot 10^{-6}$ u.e.m./g/Oe.

Nos mesures effectuées à 4 K sur les échantillons de Gd, Tb et Dy fournis par Féron indiquent que la susceptibilité différentielle non seulement est importante, mais varie notablement avec le champ appliqué : dans le cas du gadolinium elle passe de 165 ($53 \cdot 10^{-6}$ u.e.m./g/Oe entre 10 et 45 kOe (figure 6.1). Un simple phénomène de polarisation ne peut pas expliquer un tel comportement.

La tentative d'interprétation exposée dans les paragraphes suivants fait volontairement appel aux seuls électrons périphériques et ignore d'autres phénomènes qui peuvent jouer un rôle non négligeable - mais indéterminé, à ce jour - (l'effet des contraintes internes par exemple). Nos expériences (restreintes) semblent confirmer partiellement le modèle proposé ; aussi, notre conclusion sera prudente, car il reste à confronter celui-ci à l'ensemble des propriétés des lanthanides.

Figure 6.1

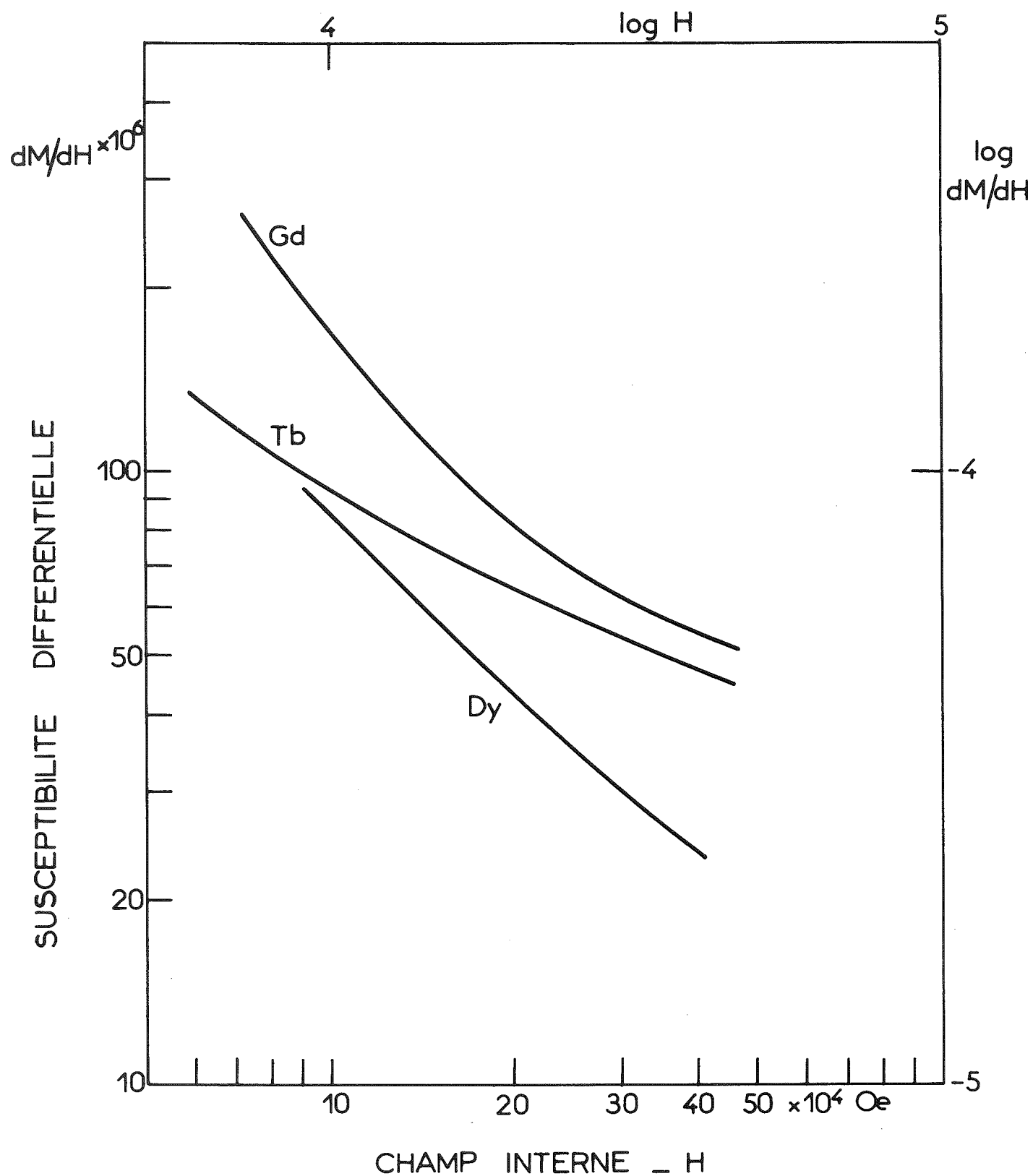


Figure 6.1 : Variation de la susceptibilité différentielle avec le champ interne.

6.2 - L'INTERACTION DIRECTE ENTRE ELECTRONS

On considère d'ordinaire que les électrons périphériques des lanthanides sont regroupés dans une unique bande "de conduction" et soumis, d'une part, à une interaction de type Rudermann-Kittel avec les électrons localisés de la couche 4f et, d'autre part, à une interaction d'échange directe entre les électrons de la bande.

Cette dernière corrélation, difficile à déterminer, a toujours été négligée. Il est vrai que :

- i) dans le domaine paramagnétique les électrons de conduction ne semblent pas participer au moment effectif déterminé à partir de la constante de Curie,
- ii) dans le domaine ordonné, la polarisation des électrons de conduction peut s'interpréter à l'aide de la théorie simple de Liu^(6.3) qui ne fait pas intervenir d'interaction directe,
- iii) sur l'yttrium, Gardner et al^(6.4) ont déduit que l'augmentation de la susceptibilité par les interactions d'échange n'était que de 9 %.

Il n'est pas moins vrai que :

- i) dans le domaine paramagnétique, l'effet de l'échange indirect n'est plus coopératif car les moments 4f ne sont plus ordonnés : les incidences sur la bande de conduction ont peu de raison d'être identiques de part et d'autre de la température d'ordre.
- ii) dans le domaine ordonné, l'accord obtenu entre le calcul de la polarisation des électrons (sans interaction directe) et les valeurs expérimentales est essentiellement satisfaisant en raison de l'imprécision et de la dispersion des mesures*,

* Citons les valeurs $0,55 \mu_B$ (Night), $0,39 \mu_B$ (Féron) et $0,16$ à $0,31 \mu_B$ (présent travail) obtenues pour Gd à 4 K,

iii) les calculs effectués par Gardner à partir de la susceptibilité de l'yttrium conduisent à une densité d'états au niveau de Fermi de 3,25 états/eV/spin, valeur dix fois supérieure à la densité d'une bande parabolique, et plus de trois fois supérieure à celles communément admises, déduites des mesures de chaleur spécifique^(6.5, 6.6, 6.7) ou des calculs de bandes^(6.8, 6.9). Avec $n(E) = 1$ état/eV/spin, on calcule une susceptibilité de Pauli $\chi_S = 2 \mu_B^2 n(E) = 65 \cdot 10^{-6}$ u.e.m./mole qui, comparée à la valeur déduite des mesures de Gardner conduit à une augmentation de 130 % et non plus de 9 %

Les quelques points relevés précédemment laissent la voie ouverte à un grand nombre d'hypothèses. On abandonne le simple modèle des électrons sans interaction et on propose un nouveau comportement dans le paragraphe suivant.

6.3 - LE MODELE PROPOSE

Nous cherchons à expliquer les deux phénomènes suivants :

- dans le domaine paramagnétique ($T < T_C$), les électrons périphériques ne participent pas au moment effectif,
- dans le domaine ordonné ($T < T_C$), les électrons périphériques participent au moment spontané et leur aimantation varie avec le champ magnétique appliqué.

6.3.1 - Schéma de bandes

Nous proposons de regrouper les électrons dans deux bandes à caractère respectivement s et d.

- Les électrons de la bande s sont quasiment libres, la largeur de la bande est grande et la densité d'états faible.

Les énergies d'interaction s'écrivent :

à l'intérieur de la bande
$$W_{ss} = - \frac{1}{2} \alpha_s M_s^2$$

entre bandes
$$W_{sd} = - \beta M_s M_d \text{ (négligeable)}$$

entre bandes s et couche 4f
$$W_{sf} = - \gamma_s M_s M_f \text{ (approximation du 1er ordre).}$$

- Les électrons de la bande d sont beaucoup plus localisés que les électrons s, la bande est étroite et la densité d'états peut prendre des valeurs très élevées.

Les énergies d'interaction s'écrivent :

$$\begin{aligned} \text{à l'intérieur de la bande} \quad W_{dd} &= -\frac{1}{2} \alpha_d M_d^2 \\ \text{entre bandes} \quad W_{sd} &= -\beta M_s M_d \text{ (négligeable)} \\ \text{entre bande d et couche 4f} \quad W_{df} &= -\gamma_d M_d M_f \text{ (approximation du 1er ordre).} \end{aligned}$$

6.3.2 - Comportement en fonction de la température et du champ magnétique

A la température d'ordre (T_c), lorsque le moment de la couche 4f apparaît, le champ moléculaire $\gamma_s M_f$ ou $\gamma_d M_f$ produit dans chaque bande un décalage des énergies des électrons à spin $\uparrow$ et $\downarrow$.

bande s : la densité d'états au niveau de Fermi dans chaque demi-bande $s\uparrow$ et $s\downarrow$ ne varie pas de façon notable. On peut considérer que les électrons s présentent une susceptibilité χ_s approximativement constante en température et que pour $T < T_c$, leur polarisation fait apparaître un moment $M_s^0 = \chi_s \gamma_s M_f$.

bande d : on suppose que les densités d'états $n_d(E_{F\uparrow})$ et $n_d(E_{F\downarrow})$ passent d'une valeur négligeable (pour $T > T_c$) à une valeur suffisamment élevée pour qu'apparaisse, dans la bande d, un moment spontané (pour $T < T_c$)*

La condition à réaliser (condition de Stoner) s'écrit :

$$\frac{d^2 W}{dM_d^2} = \frac{1}{4\mu_B^2} \left(\frac{1}{n_d(E_{F\uparrow})} + \frac{1}{n_d(E_{F\downarrow})} \right) - \alpha_d = 0 \quad |6.1|$$

(cf. eq. 4.38 et suivantes)

Deux processus complémentaires peuvent être envisagés pour arriver à un tel résultat :

- sous l'effet du champ moléculaire, la population respective des bandes peut varier et favoriser le peuplement de la bande d (voir par exemple de Chatel et de Boer^(6.11)).

* Un comportement similaire a été proposé par Wohlfarth et Rhodes^(6.10) sous le nom de métamagnétisme des électrons collectifs.

- si le niveau de Fermi est au voisinage d'un minimum de la courbe de densité d'état, ou plus précisément si la courbure $\frac{d^2n(E)}{dE^2}$ est positive et importante, le décalage magnétique des demi-bandes $d\uparrow$ et $d\downarrow$ conduit à une augmentation de la densité d'état moyenne.

Pour $T > T_c$ la susceptibilité sera faible, peut-être comparable à celle de l'yttrium.

Pour $T < T_c$ on peut supposer qu'un champ moléculaire H_o est suffisant pour atteindre la condition de Stoner [6.1] ; la polarisation correspondante de la bande fera apparaître un moment M_d^O . Si H est le champ appliqué et si le champ moléculaire est effectivement $H_m > H_o$, le décalage supplémentaire des bandes est

$$\Delta E = 2 \mu_B (\alpha_d M_d + (H_m - H_o) + H) \quad [6.2]$$

Celui-ci peut se développer en fonction des puissances impaires de M_d (à condition que M_d/μ_B reste faible devant le nombre d'électrons d), soit :

$$\Delta E = a M_d + b M_d^3 \quad [6.3]$$

en se limitant aux deux premiers termes (voir par exemple Besnus^(6.12)).

Par suite, on peut écrire :

$$M_d^2 = \frac{2\mu_B \alpha_d - a}{b} + \frac{2\mu_B}{b} \frac{H + H_m - H_o}{M_d} \quad [6.4]$$

ou avec les notations de Edwards et Wohlfarth^(6.13) :

$$M_d^2 = m^2 + 2 \chi m^2 \frac{H + H_m - H_o}{M_d} \quad [6.5]$$

Ce moment $M_d(H)$, faiblement ferromagnétique se superpose au terme de polarisation M_d^O de la bande d .

6.4 - ANALYSE DES RESULTATS EXPERIMENTAUX

En fonction du modèle proposé, l'aimantation, à basses température doit s'écrire :

$$M = M_{4f} + M_S^O + \chi_S H + M_d^O + M_d(H) \quad [6.6]$$

On peut négliger le terme de susceptibilité et regrouper les termes de polarisation $M_S^O + M_d^O = M_o$.

Figure 6.2

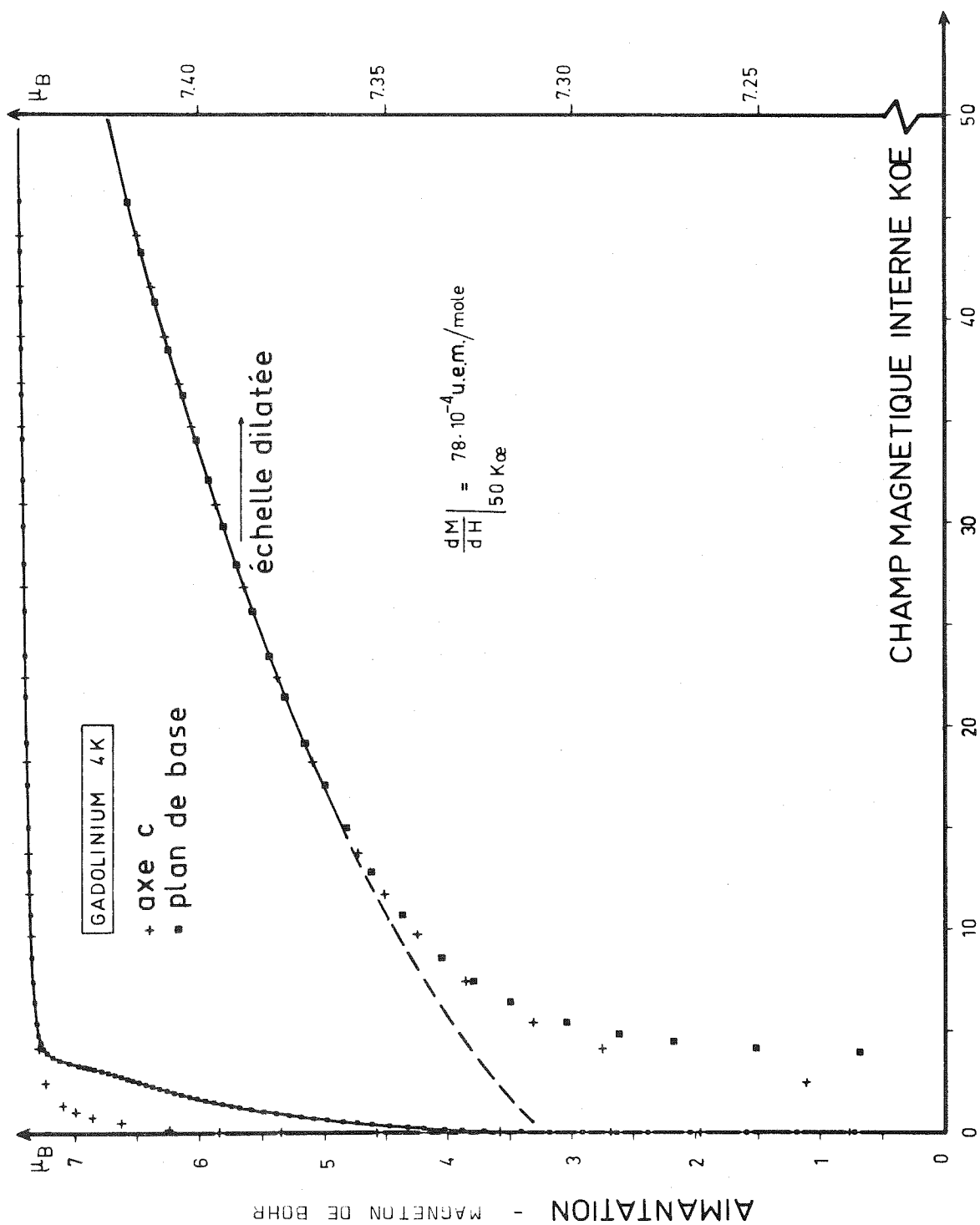


Figure 6.2 : Gadolinium monocristallin. Pour la loi d'aimantation (trait plein et tirets) voir le texte.

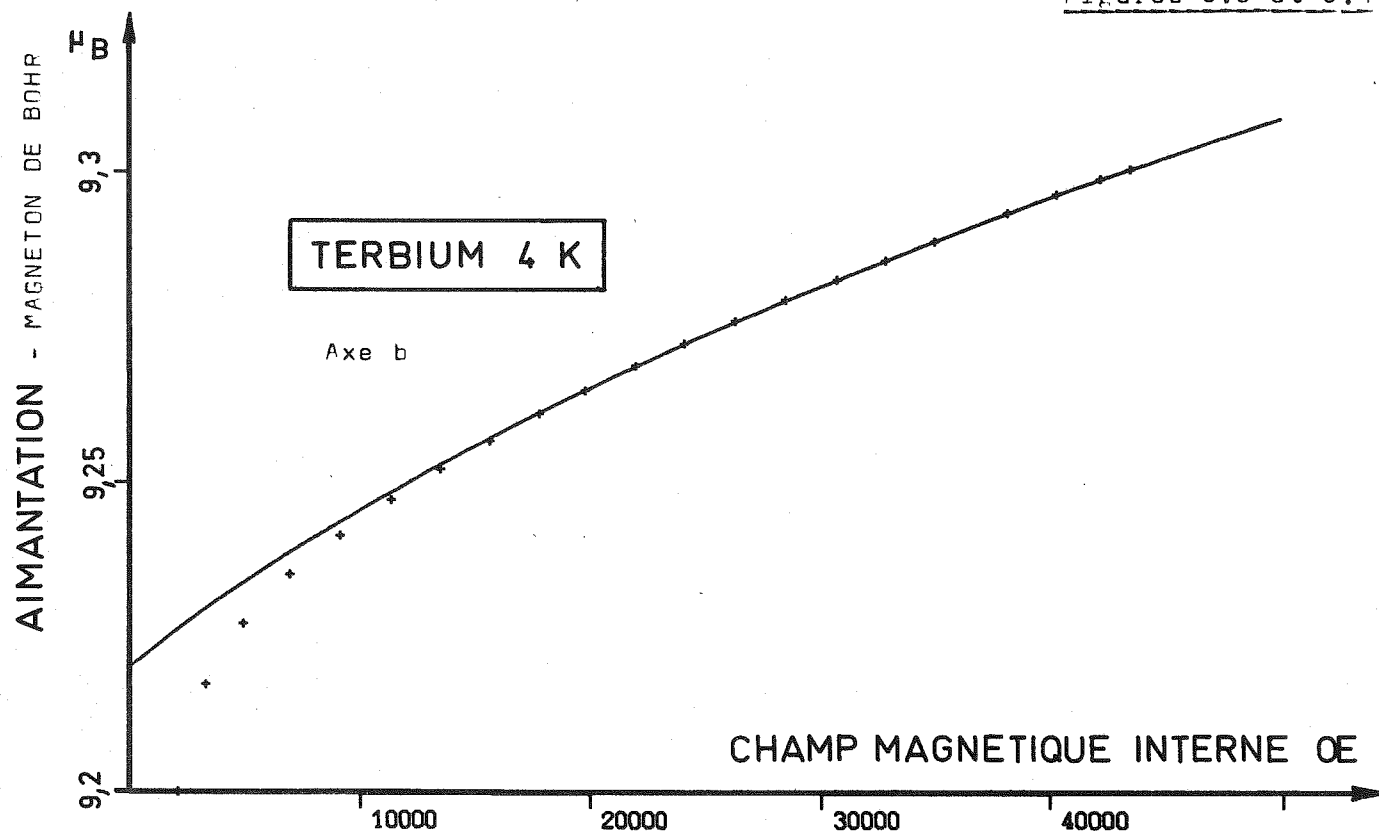


Figure 6.3 : Terbium monocristallin. Loi d'aimantation (voir le texte) et points expérimentaux.

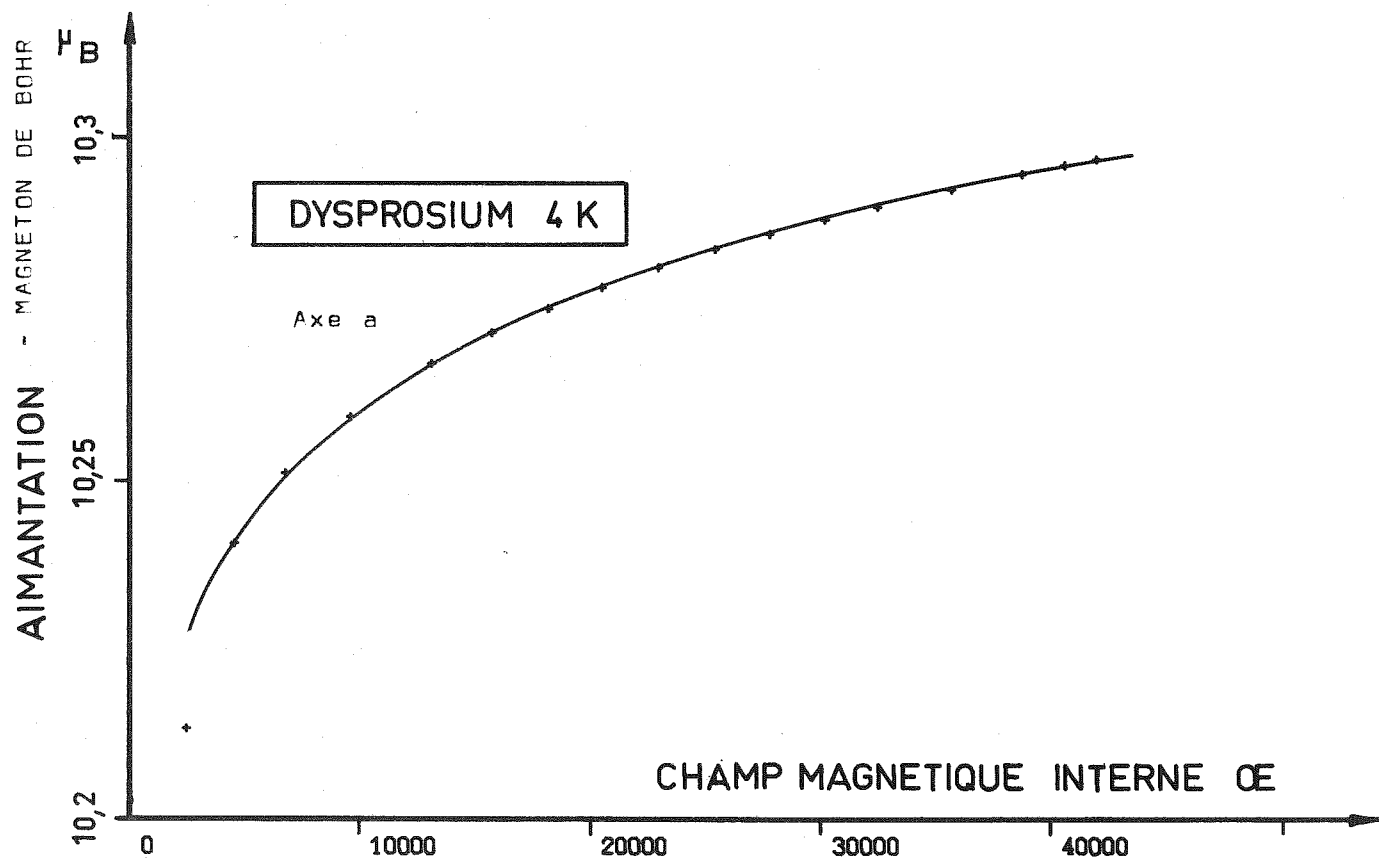


Figure 6.4 : Dysprosium monocristallin. Courbe d'aimantation expérimentale.

L'analyse de la polarisation M_0 obtenue expérimentalement n'est pas facile. Nous n'avons pas parlé jusqu'à présent de l'interaction antiferromagnétique résultant du mélange possible entre les orbitales localisées 4f et les électrons périphériques. La situation du niveau de Fermi, entre les états occupés et vides de la couche 4f, entraîne une probabilité d'absorption des électrons de bande par les états vides 4f $\uparrow$ et une probabilité d'émission des électrons 4f $\downarrow$ vers la bande. De Gennes^(6.14) a traité ce problème en termes de niveau lié virtuel ; Watson et al^(6.15) estiment que ce phénomène se produit essentiellement pour les électrons à caractère p ou f (possédant une symétrie d'inversion) de la bande. A partir de certaines propriétés physiques (point de fusion, chaleur de sublimation), Gschneidner^(6.16) a effectivement montré que les électrons des couches externes des lanthanides présentent non seulement un caractère s et d, mais également p ou f dans le schéma de bande proposé. Leur présence se manifestera par une réduction de la polarisation M_0 , voire une polarisation globale négative.

Nos données expérimentales sont limitées aux courbes d'aimantation obtenues à 4 K sur le gadolinium dans la direction c et dans le plan de base (figure 6.2), sur le terbium (axe b) (figure 6.3) et sur le dysprosium (axe a) (figure 6.4).

Les courbes de Gd et Tb ont pu être analysées par une méthode de moindres carrés, à partir des équations [6.5] et [6.6]. Les résultats sont résumés dans le tableau suivant.

$M = M_f + M_o + M_d(H)$ $\text{avec } M_d^2 = m^2 + 2\chi_o m^2 \frac{H+H_m-H_o}{M_d}$ 6.5			
	Gd axe c	Gd plan de base	Tb axe b
$M_{4f} \mu_B$	7	7	9
$M_o \mu_B$	0,16	0,16	~ 0
$m \mu_B$	0,15	0,15	0,22
$\chi_o \times 10^{-6} \text{ uem/g}$	199	207	105
$H_m - H_o$	~ 0	~ 0	~ 0
facteur de confiance	$5 \cdot 10^{-4}$	$4 \cdot 10^{-4}$	$3 \cdot 10^{-4}$
plage de champ analysée	18 à 46 kOe	20 à 46 kOe	18 à 43 kOe

Il n'a pas été possible de déterminer les paramètres de la courbe du dysprosium avec la même procédure. Mais le problème est, sans doute, d'ordre purement mathématique : la méthode des moindres carrés ne donne pas de résultats satisfaisants peut être en raison des valeurs plus faibles de la susceptibilité différentielle. On remarque cependant sur la figure 6.1 que la pente de $\log \frac{dM}{dH}$ en fonction de $\log H$ est voisine de -1. Ceci laisse entendre que la susceptibilité varie en fonction inverse du champ. Ce comportement n'a rien de surprenant : la dérivation de la formule [6.5] conduit en effet à :

$$\frac{dH}{dM} = \frac{1}{\chi_0} + \frac{3H}{M_d} \quad [6.7]$$

Dans la mesure où M_d varie peu avec H (c'est-à-dire en champs intenses), on peut écrire :

$$\frac{dH}{dM} = \frac{H + H_0}{M_d^*} \quad \text{soit} \quad \frac{dM}{dH} = \frac{M_d^*}{H + H_0} \quad [6.8]$$

La susceptibilité varie donc en fonction inverse du champ, ce qui conduit le moment à être proportionnel au logarithme du champ. De telles lois d'aimantation sont certainement loin d'être exceptionnelles : nous les avons rencontrées dans les alliages fer-aluminium dans la zone de concentration où le ferromagnétisme disparaît^(6.17) ; pour les faire apparaître, il est cependant nécessaire de mesurer l'aimantation avec grande précision, puisqu'elles se manifestent lorsque la variation relative du moment est faible.

6.5 - DISCUSSION ET CONCLUSION

- Parmi les résultats du tableau précédent, on remarque que la diminution de la polarisation M_0 du terbium par rapport à celle du gadolinium est compatible avec l'augmentation du nombre d'électrons p-f qui, d'après Gschneidner^(6.16) passent de 0,4 (Gd) à 0,8 (Tb), entraînant une polarisation négative plus importante.
- Les valeurs de la susceptibilité χ_0 ($3,2 \cdot 10^{-2}$ u.e.m./mole/Oe pour Gd et $1,7 \cdot 10^{-2}$ u.e.m./mole/Oe pour Tb) sont comparables à celle obtenue (à 0 K) sur ZnZr_2 ^(6.13) ($2,2 \cdot 10^{-2}$ u.e.m./mole/Oe) qui est l'exemple type du comportement faiblement ferromagnétique.

- On peut être surpris d'obtenir $H_m - H_o \sim 0$. Ce résultat signifierait que le champ moléculaire a exactement l'intensité nécessaire pour que la condition de Stoner soit satisfaite. Que se passe-t-il si la température croît ? Ce point n'est évidemment pas très encourageant pour la crédibilité du modèle.
- On a une valeur approchée du coefficient d'échange entre électrons d, en prenant pour la condition de Stoner (eq. 6.1) une densité de 1 état/eV/spin,

$$\text{alors } \alpha = \frac{1}{2\mu_B} \text{ soit } \frac{\Delta E}{2N} = \frac{k\theta'}{N} = 0,5 \text{ eV (cf. eq. 4.40 et suivantes)}$$

Cette dernière valeur est comparable à celles obtenues (0,3 à 0,4 eV) pour les métaux de transition 3d (cf. tableaux des figures 4.4, 4.5 et 4.6) et pour ZnZr_2 (0,35 eV)^(6.13).

- On s'est longtemps étonné du signe de l'anomalie de dilatation des terres rares à la température de Curie T_C et du sens de variation de T_C avec la pression. On sait que Bartholin^(6.18) a expliqué ces phénomènes à partir d'effets magnétostrictifs. Les terres rares rejoignent sur ces points les substances faiblement ferromagnétiques pour lesquelles Wohlfarth a montré que l'anomalie de dilatation en volume $\Delta\beta_M$ devait être négative et liée à la variation de T_C avec la pression par la relation :

$$\frac{\partial T_C}{\partial P} = - \frac{\Delta\beta_M}{M_{oo}^2} x_o T_C^2 \quad |6.9|$$

où M_{oo} représente l'aimantation en champ nul à 0 K.

En admettant que tous les problèmes liés à l'ordre magnétique de la couche 4f des terres rares sont intimement dépendants du comportement des électrons périphériques (et non seulement de leur présence), on a tenté d'appliquer la relation |6.9| au gadolinium en prenant pour $\Delta\beta_M$ la valeur obtenue par Bozorth et Wakiyama^(6.19) sur échantillon polycristallin ($3\Delta\beta_M = \Delta\alpha_M = -14.10^{-6}/K$) et pour x_o la valeur expérimentale déterminée ici, on obtient :

$$\frac{\partial T_C}{\partial P} = - 1,6 \text{ K/kbar.}$$

La valeur expérimentale de Bloch^(6.20) est de -1,56 K/kbar.

L'application osée de la relation [6.9] suppose une corrélation intime entre les propriétés de la couche 4f et celles des électrons périphériques. Falicov et Goncalves da Silva^(6.21) ont dernièrement émis une théorie très simple pouvant expliquer les différents arrangements de la couche 4f (ferromagnétique, antiferromagnétique ou en hélice), uniquement en fonction d'effets de corrélation très importants entre électrons périphériques (à caractère f) et d'une hybridation entre couche 4f et la bande.

Ce point de vue peut présenter une nouvelle voie dans la compréhension des propriétés magnétiques des lanthanides et nos mesures lui apportent peut-être un support expérimental. Cependant, avant de poursuivre l'interprétation de la variation du moment en termes de bandes, il est maintenant nécessaire de prouver que le rôle des électrons périphériques est primordial.

7 - CONCLUSION

Sur le plan technologique, notre travail aura permis de comprendre l'influence du milieu supraconducteur dans la méthode de mesure des aimantations par induction, phénomène auquel nombre de physiciens se sont heurtés jusqu'à présent. Nous avons réussi à améliorer d'un facteur supérieur à 100 la précision relative des mesures et à automatiser la séquence des opérations. Ces performances ont déjà amené plusieurs laboratoires à se doter d'un tel appareillage.

Avec les résultats expérimentaux obtenus sur les métaux 3d, il a été possible de déterminer avec une bonne précision les différences d'énergies d'anisotropie magnétocristalline et l'anisotropie de l'aimantation entre les axes cristallographiques. Les lois d'approche à la saturation ont pu être étudiées dans une zone de champ où la variation du moment était impossible à détecter jusqu'alors ; elles ont permis de mettre en évidence un champ seuil où une discontinuité apparaît dans la susceptibilité différentielle : ce phénomène demeure inexpliqué. Les susceptibilités mesurées sont en bon accord avec les valeurs calculées à partir des caractéristiques des bandes : la contribution due au paramagnétisme de Pauli et celle due au paramagnétisme orbital sont d'importance comparable.

La grande variation observée sur la susceptibilité différentielle des métaux de terres rares nous a conduit à proposer un modèle où les électrons de conduction sont faiblement ferromagnétiques sous l'effet de leur interaction avec le moment de la couche 4f. Il reste à confronter ce modèle avec l'ensemble des propriétés des lanthanides.

Au cours de ce travail, nous avons voulu confronter les propriétés magnétiques des électrons 3d en particulier, avec les schémas de bandes calculés par ailleurs. La mesure de l'aimantation macroscopique est une des données expérimentales accessibles, mais nous sommes conscients des limites de l'information qu'elle apporte dans ce domaine.

R E F E R E N C E S

- (2.1) J.H.M. STOELINGA
Thèse, Amsterdam, (1967).
- (2.2) E.G. De MOTT
J. Appl. Phys., 37, 1118, (1966).
- (2.3) A.J. FREEMAN, N.A. BLUM, S. FONER, R.B. FRANKEL et E.J. McNIFF
J. Appl. Phys., 37, 1338, (1966).
- (2.4) C. HERRING, R.M. BOZORTH, A.E. CLARK et T.R. McGUIRE
J. Appl. Phys., 37, 1340, (1966).
- (2.5) T.R. McGUIRE
J. Appl. Phys., 38, 1299, (1967).
- (2.6) R.A. BUTERA, F.N. KISSEL et R.L. STEIN
Rev. Scient. Inst., 39, 1138, (1968).
- (2.7) B.E. MYERS, L. BERGER et S.A. FRIEDBERG
J. Appl. Phys., 40, 1149, (1969).
- (2.8) D.B. RICHARDS, L.R. EDWARDS, C.M. CORNFORTH et S. LEGVOLD
Rev. Scient. Inst., 41, 647, (1970).
- (2.9) W.N.R. STEVENS
J. of Phys. E Scient. Inst., 4, 850, (1971).
- (2.10) W.N.R. STEVENS
J. of Phys. E Scient. Inst., 4, 853, (1971).
- (2.11) Y.B. KIM, C.F. HEMPSTEAD, A.R. STRNAD
Phys. Rev. Lett., 9, 306, (1962)
et Phys. Rev., 131, 2486, (1963).
- (2.12) P.W. ANDERSON
Phys. Rev. Lett., 9, 309, (1962).
- (2.13) M.R. BEASLEY, R. LAEUSCH, W.W. WEBB
Phys. Rev., 181, 682, (1969).
- (2.14) H. LONDON
Phys. Lett., 6, 162, (1963).

- (3.1) J. CRANGLE et G.M. GOODMAN
Proc. Roy. Soc., A321, 477, (1971).
- (3.2) F.C. NIX et D. McNAIR
Phys. Rev., 60, 597, (1941).
- (3.3) J.J.M. FRANSE, P.G. De VRIES
Physica, 39, 477, (1968).
- (3.4) P. ESCUDIER
Communication personnelle et thèse d'Etat à paraître.
- (3.5) R. PAUTHENET, Y. BARNIER et G. RIMET
J. Phys. Soc. Japan, 17, B1, 309, (1962).
- (3.6) W.P. BROWN
Phys. Rev., 58, 736, (1940).
- (3.7) L. NÉEL
J. Phys. Rad., 9, 184, (1948).
- (3.8) AKULOV
Z. Physik, 69, 822, (1931).
- (3.9) L. NÉEL
J. Phys. Rad., 9, 193, (1948).
- (3.10) F. DUCASTELLE et F. CYROT-LACKMANN
J. Phys., 32, C1, 536, (1971).
- (3.11) G. AUBERT
Thèse d'Etat, Université de Grenoble, (1966).
- (3.12) H. DANAN, A. HERR et A.J.P. MEYER
J. Appl. Phys., 39, 669, (1968).
- (3.13) E.R. CALLEN et H.B. CALLEN
J. Phys. Chem. Solids, 16, 310, (1960).
- (3.14) S.H. CHARAP
Phys. Rev., 119, 1538, (1960).
- (3.15) G.T. RADO
Phys. Rev., 176, 644, (1968).
- (3.16) G. AUBERT et P. ESCUDIER
J. Phys., 32, C1, 543, (1971).

- (4.1) A.H. WILSON
The Theory of Metals (Cambridge University Press, 1936
et 2e Edition 1953).
Proc. Camb. Phil. Soc., 49, 292, (1953).
- (4.2) E.N. ADAMS
Phys. Rev., 89, 633, (1953).
- (4.3) R. KUBO et Y. OBATA
J. Phys. Soc. Japan, 11, 547, (1956).
- (4.4) J.E. HEBBORN et E.H. SONDHEIMER
J. Phys. Chem. Solids, 13, 105, (1960).
- (4.5) E.I. BLOUNT
Phys. Rev., 126, 1636, (1962).
- (4.6) C. KITTEL
Elementary Statistical Physics, chap. 14 et 19.
- (4.7) J.L. SLATER
Phys. Rev., 36, 57, (1930).
- (4.8) L. LANDAU
Zeits f. Phys., 64, 629, (1930).
- (4.9) MOTT and JONES
The Theory of the properties of metals and alloys,
Chap. II § 3 et VI § 6.
- (4.10) J.S. DENBIGH et W.M. LOMER
Proc. Phys. Soc., 82, 156, (1963).
- (4.11) A.M. CLOGSTON, V. JACCARINO et Y. YAFET
Phys. Rev., 134, A650, (1964).
- (4.12) J.H. WOOD
Phys. Rev., 126, 517, (1962).
- (4.13) G.C. FLETCHER
Proc. Phys. Soc., A65, 192, (1952).
- (4.14) J. YAMASHITA, M. FUKUCKI et S. WAKOH
J. Phys. Soc. Japan, 18, 999, (1963).
S. WAKOH et J. YAMASHITA
J. Phys. Soc. Japan, 19, 1342, (1964).

- (4.15) M. ASDENTE et J. FRIEDEL
Phys. Rev., 124, 384, (1961).
J. FRIEDEL, P. LENGART et G. LEMAN
J. Phys. Chem. Solids, 25, 781, (1964).
- (4.16) W.M. LOMER
Proc. Phys. Soc., 80, 489, (1962).
- (4.17) J. BUTTERWORTH
Proc. Phys. Soc., 83, 71, (1964).
- (4.18) M. SHIMIZU, T. TAKAHASHI et A. KATSUKI
J. Phys. Soc. Japan, 17, 1740, (1962).
- (4.19) N. MORI
J. Phys. Soc. Japan, 20, 1383, (1965).
- (4.20) N. MORI
J. Phys. Soc. Japan, 31, 359, (1971).
- (4.21) C.M. PLACE et P. RHODES
J. Appl. Phys., 39, 1282, (1968).
- (4.22) J.F. CORNWELL et E.P. WOHLFARTH
J. Phys. Soc. Japan, 17, Suppl. B1, 32, (1962).
- (4.23) Cf. Réf. (4.9), chap. VI § 4.
- (4.24) E.C. STONER
Proc. Roy. Soc., A154, 656, (1936).
- (4.25) M. SHIMIZU
Proc. Phys. Soc., 84, 397, (1964) et 86, 147, (1965).
- (4.26) E.C. STONER
Proc. Roy. Soc., A 165, 372, (1938).
- (4.27) E.P. WOHLFARTH
Phys. Lett., 3, 17, (1962).
- (4.28) A.J. FREEMAN, N.A. BLUM, S. FONER, R.B. FRANKEL et E.J. McNIFF
J. Appl. Phys., 37, 1338, (1966).
- (4.29) S. FONER, A.J. FREEMAN, N.A. BLUM, R.B. FRANKEL, E.J. McNIFF
et H.C. PRADDANDE
Phys. Rev., 181, 863, (1969).

- (4.30) C. HERRING
Magnetism, Ed. G.T. Rado et H. Suhl (Academic Press, Inc.
New York, 1966), vol. 4.
- (4.31) L. HODGES, H. EHRENREICH et N.D. LANG
Phys. Rev., 152, 505, (1966).
- (4.32) J.C. PHILLIPS
Phys. Rev., 133, A1020, (1964).
- (4.33) P. KAPITZA
Proc. Roy. Soc. (London), A131, 243, (1931).
- (4.34) W.E. HENRY
Phys. Rev., 99, A668, (1955).
- (4.35) C. HERRING, R.M. BOZORTH, A.E. CLARK et T.R. McGUIRE
J. Appl. Phys., 37, 1340, (1966).
- (4.36) J.H.M. STOELINGA
Thèse, Amsterdam, (1967).
J.H.M. STOELINGA, R. GERSDORF et G. De VRIES
Physica, 41, 457, (1969).
- (4.37) J.F. CORNWELL et E.P. WOHLFARTH
J. Phys. Soc. Japan, 17, Suppl. B1, 32, (1962).
- (4.38) E.P. WOHLFARTH
Proc. of the Intern. Conference on Magnetism, Nottingham, (1964)
- (4.39) M. SHIMIZU, A. KATSUKI, H. YAMADA et K. TERA0
J. Phys. Soc. Japan, 21, 1654, (1966).
- (4.40) S. WAKOH et J. YAMASHITA
J. Phys. Soc. Japan, 21, 1712, (1966).
- (4.41) J.W.D. CONNOLLY
Phys. Rev., 159, 415, (1967).
- (4.42) P.K. GEORGE et E.D. THOMPSON
Intern. J. Magnetism, 1, 35, (1970).
- (4.43) K.C. WONG, E.P. WOHLFARTH et D.M. HUM
Phys. Lett., 29A, 452, (1969).
(voir aussi (4.51)).

- (4.44) E.P. WOHLFARTH
J. Appl. Phys., 41, 1205, (1970).
- (4.45) M. YASUI et M. SHIMIZU
J. Phys. Soc. Japan, 31, 378, (1971).
- (4.46) C.M. PLACE et P. RHODES
Phys. Stat. Sol.,(b) 47, 475, (1971).
- (4.47) G.A. BURDICK
Phys. Rev., 129, 138, (1963).
- (4.48) S. WAKOH
J. Phys. Soc. Japan, 20, 1894, (1965).
- (4.49) S. WAKOH et J. YAMASHITA
J. Phys. Soc. Japan, 28, 1151, (1970).
- (4.50) D.E. EASTMAN
J. Appl. Phys., 40, 1386, (1969).
- (4.51) E.P. WOHLFARTH
J. Appl. Phys., 41, 1205, (1970).
- (4.52) E.I. ZORNBERG
J Phys. Rev., 1, 244, (1970).
- (4.53) J. DÉPORTES
Thèse de 3e Cycle, Université de Grenoble, (juin 1971).
- (5.1) Communication personnelle.
- (5.2) A. BROOKS HARRIS
Phys. Rev., 155, 499, (1967).
- (5.3) T. HOLSTEIN et H. PRIMAKOFF
Phys. Rev., 58, 1098, (1940).
- (5.4) L.R. WALKER
Magnetism, Ed. par G.T. Rado et H. Suhl (Academic Press Inc., New York, 1965).
- (5.5) J.E. ROBINSON
Phys. Rev., 83, 678, (1951).

- (5.6) R. GONANO, E. HUNT et H. MEYER
Phys. Rev., 156, 521, (1967).
- (5.7) P. ESCUDIER
Communication personnelle.
- (5.8) D.E. GRADY
Phys. Rev., 4, 3982, (1971).
- (6.1) H.E. NIGH, S. LEGVOLD, F.H. SPEDDING
Phys. Rev., 132, 1092, (1963).
- (6.2) J.L. FÉRON
Thèse d'Etat, Université de Grenoble, (1969).
- (6.3) S.H. LIU
Phys. Rev., 123, 470, (1961).
- (6.4) W.E. GARDNER, J. PENFOLD, M.A. TAYLOR
Proc. Phys. Soc., 85, 963, (1965).
- (6.5) H. MONTGOMERY, G.P. PELLIS
Proc. Phys. Soc., 78, 622, (1961).
- (6.6) A. BERMAN, M.W. ZEMANSKY, H.A. BOORSE
Phys. Rev., 109, 70, (1958).
- (6.7) B. DREYFUS, J.C. MICHEL, D. THOULOZE
Phys. Lett., 24A, 457, (1967).
- (6.8) J.O. DIMMOCK, A.J. FREEMAN
Phys. Rev. Lett., 25, 750, (1964).
- (6.9) S.C. KEETON, T.L. LOUCKS
Phys. Rev., 168, 672, (1968).
- (6.10) E.P. WOHLFARTH, P. RHODES
Phil. Mag., 7, 1817, (1962).
- (6.11) P.F. De CHATEL, F.R. De BOER
Physica, 48, 331, (1970).
- (6.12) M.J. BESNUS, Y. GOTTEHRER, G. MUNSCHY
Phys. Stat. Sol., (b) 49, 597, (1972).
voir aussi Y. GOTTEHRER, Thèse, Strasbourg, (1970).

- (6.13) D.M. EDWARDS, E.P. WOHLFARTH
Proc. Roy. Soc., A303, 127, (1968).
- (6.14) P.G. De GENNES
J. Phys. et Rad., 23, 510, (1962).
- (6.15) R.E. WATSON, S. KOIDE, M. PETER, A.J. FREEMAN
Phys. Rev., 139, A 167, (1965).
- (6.16) K.A. GSCHNEIDNER
AMES Laboratory contribution, n° 3046.
- (6.17) J.P. REBOUILLAT
(à paraître).
- (6.18) H. BARTHOLIN
Thèse d'Etat, Université de Grenoble, (1970).
- (6.19) R.M. BOZORTH, T. WAKIYAMA
J. Phys. Soc. Japan, 18, 97, (1963).
- (6.20) D. BLOCH
Thèse d'Etat, Université de Grenoble, (1965).
- (6.21) L.M. FALICOV et C.E.T. GONCALVES DA SILVA
Phys. Rev. Lett., 26, 715, (1971).

A N N E X E I

LES DIFFERENTES METHODES DE CONVERSION ANALOGIQUE-NUMERIQUE POUR LA MESURE DE TENSIONS*

- I-1 - La méthode potentiométrique et la méthode par approximations successives.
- I-2 - La conversion tension-temps "simple rampe" et "double rampe".
- I-3 - La conversion tension-fréquence.
- I-4 - Les méthodes dérivées.

Les méthodes "potentiométriques", "par approximations successives" et "simple rampe" se ramènent à une méthode d'opposition (ou méthode de zéro) : on ne connaît la valeur de la tension d'entrée V_e qu'à l'instant précis où l'équilibre est atteint entre V_e et une tension de référence $V_{\text{réf.}}$. Bien que ces méthodes, par ce fait, ne se prêtent pas à une mesure de flux nous les décrirons brièvement pour donner une vue d'ensemble des principes de conversion analogique-numérique.

I-1 - LA METHODE POTENTIOMETRIQUE ET LA METHODE PAR APPROXIMATIONS SUCCESSIVES

La technique employée est très semblable à celle des potentiomètres classiques. La tension inconnue est comparée successivement à une suite de tensions de référence échelonnées généralement en séquences binaires (8421). Celles-ci sont par

* Cette annexe s'adresse au lecteur non initié ; elle doit être considérée comme un point de départ pour une meilleure compréhension des techniques, dont l'évolution est continue

exemple obtenues aux bornes d'un diviseur de tension de précision. La figure 1-1 représente un schéma simplifié de l'appareil.

Sources de référence :

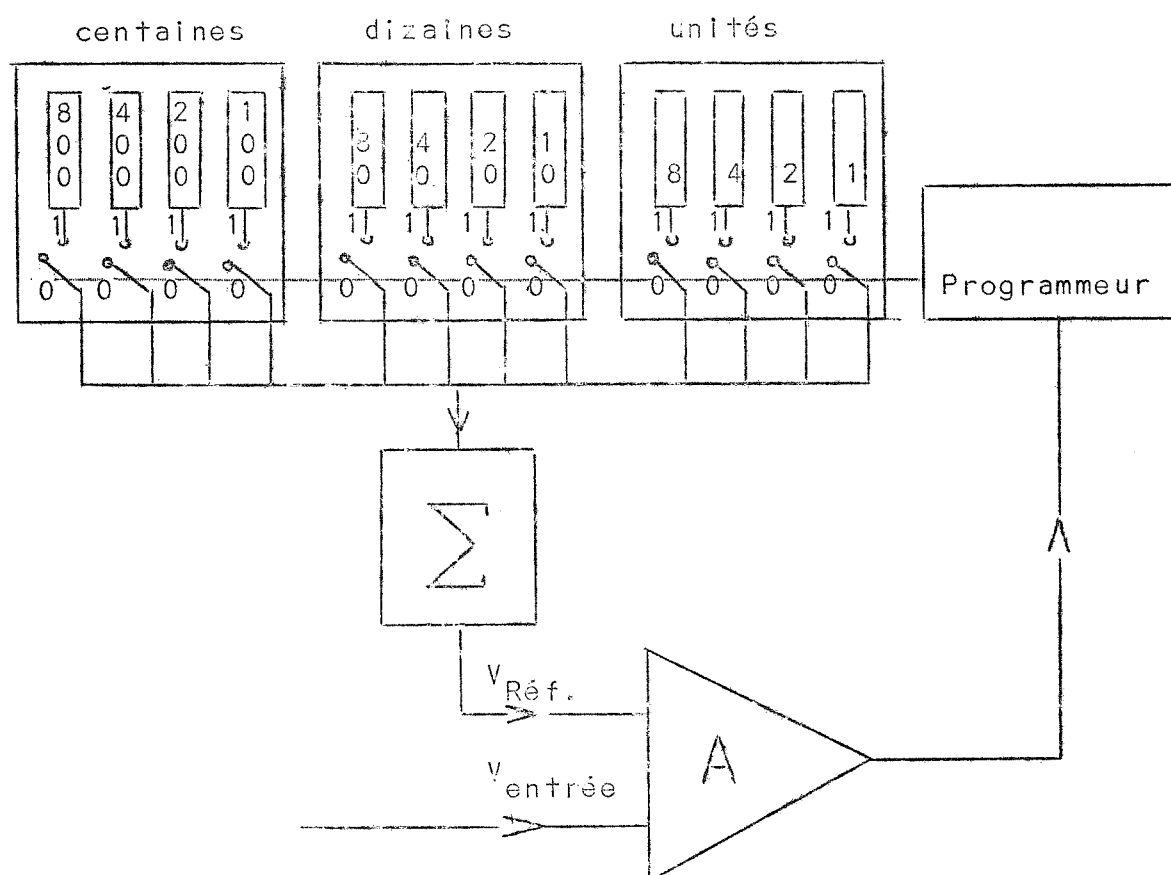


Figure 1-1 : Méthode potentiométrique

A l'état initial, les interrupteurs de commutation des sources de référence sont tous ouverts.

Lorsqu'un ordre de mesure est donné le programmeur commande l'enclenchement de la source de référence la plus élevée (800 mv, par exemple dans le cas de la figure).

L'amplificateur de comparaison A envoie au programmeur l'information

$$V_o \geq V_{\text{réf.}} \quad \text{ou} \quad V_e \leq V_{\text{réf.}}$$

Si $V_e > V_{\text{réf.}} = 800 \text{ mv}$, le programmeur enclenche $800 + 400 \text{ mv}$.

Si $V_e < V_{\text{réf.}} = 800 + 400 \text{ mv}$, il enclenche $800 + 200 \text{ mv}$.

Le processus se poursuit ainsi de suite, d'une décade à une autre, jusqu'à obtenir l'équilibre $V_e = V_{\text{réf.}}$ à 1 unité près.

L'état 0 ou 1 des interrupteurs associés à chaque source de référence est alors décodé en décimal et affiché sous forme numérique.

Cette méthode potentiométrique est lente car le nombre de commutations est grand avant d'obtenir l'équilibre. Le temps de mesure peut atteindre 500 msec.

Dans la méthode par approximations successives, l'amplificateur de comparaison ne se contente pas de fournir au programmeur l'information $V_o \geq V_{\text{réf.}}$ mais $V_e - V_{\text{réf.}} = \Delta V$, et le programmeur commutte l'échelon du pont correspondant à la tension immédiatement inférieure à ΔV . On conçoit que de cette manière le nombre de commutations soit plus faible et que le temps de mesure puisse être ramené à 10 msec.

Les appareils utilisant ces méthodes de mesure sont très sensibles aux bruits et aux signaux parasites superposés à la tension à mesurer : les informations fournies par l'amplificateur de comparaison sont perturbées et conduisent à des mesures erronées. L'utilisation de filtres à l'entrée réduit ces erreurs mais ralentit considérablement la cadence de mesure en raison de leur temps de réponse.

1-2 - LA CONVERSION TENSION-TEMPS

Le principe des méthodes "simple rampe" ou "double rampe" consiste à convertir la tension à mesurer en un intervalle de temps qui lui est proportionnel ; ce dernier est alors mesuré par un compteur et affiché.

1-2-1 - La conversion "simple rampe"

Le schéma de principe est illustré sur les figures 1-2 et 1-3.

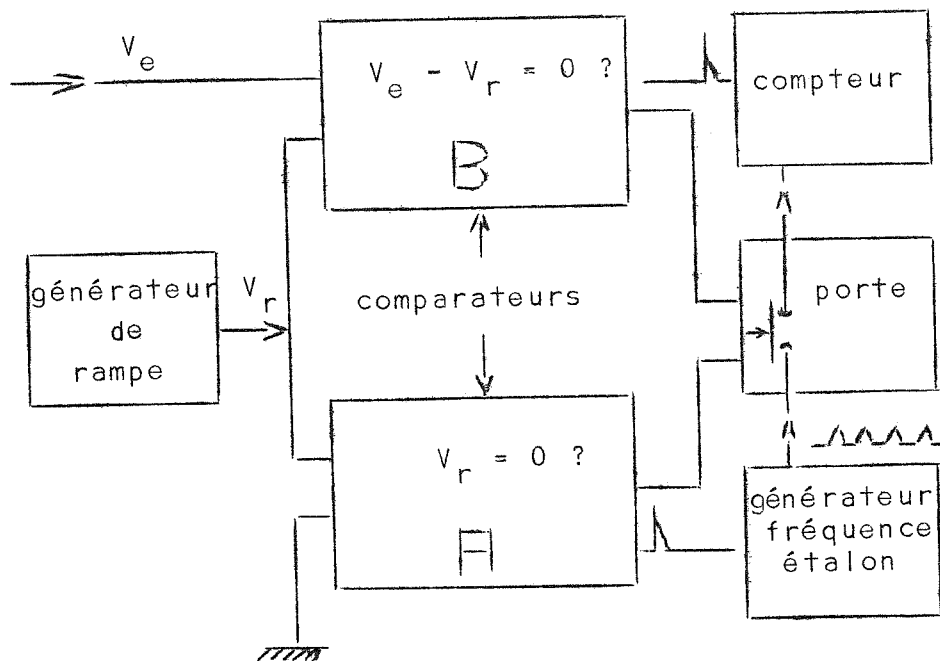


Figure 1-2 : Conversion "simple rampe", schéma de principe.

Un générateur de "rampe" fournit une tension croissant linéairement dans le temps, qui est appliquée à l'une des entrées des comparateurs A et B. Au temps $T = 0$ de déclenchement de la mesure, la tension de rampe V_r est négative. Lorsque V_r atteint le potentiel zéro, le comparateur A fournit une impulsion qui ouvre une porte électronique ; lorsque V_r atteint la valeur de la tension d'entrée V_e à mesurer, le comparateur B délivre une impulsion qui ferme cette porte. L'intervalle de temps pendant lequel la porte est ouverte est donc proportionnel à la tension inconnue V_e . Pendant l'ouverture de la porte, des impulsions provenant d'un générateur de fréquence étalon sont comptées et leur nombre est une mesure de la tension inconnue.

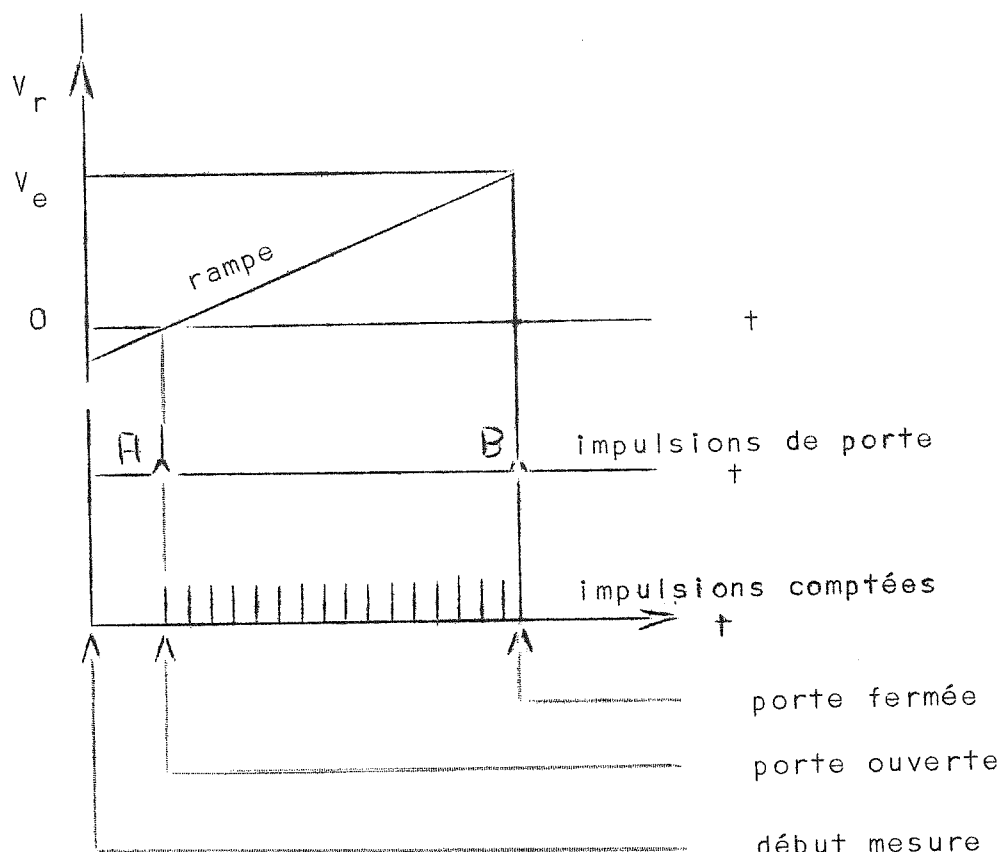


Figure 1-3 : Conversion "simple rampe".

La construction des convertisseurs "simple rampe" a l'avantage d'être aisée, mais la précision relative ne dépasse pas $5 \cdot 10^{-4}$ de la lecture. De plus en présence de bruit, l'indication peut être erronée car l'instant de coïncidence entre la rampe et la tension d'entrée est alors mal défini.

1-2-2 - La conversion "double rampe"

Cette technique introduit la notion de temps d'échantillonnage : la mesure de la tension se fait sur un "échantillon" prélevé à l'entrée, mis en mémoire par une méthode d'intégration et transformé en intervalle de temps. Le résultat de la mesure ne correspond plus comme précédemment à la valeur de la tension d'entrée à un unique instant, mais dépend de la somme des informations contenues dans l'échantillon prélevé. On conçoit que le résultat constitue une valeur intégrée de l'information d'entrée contenue dans l'échantillon.

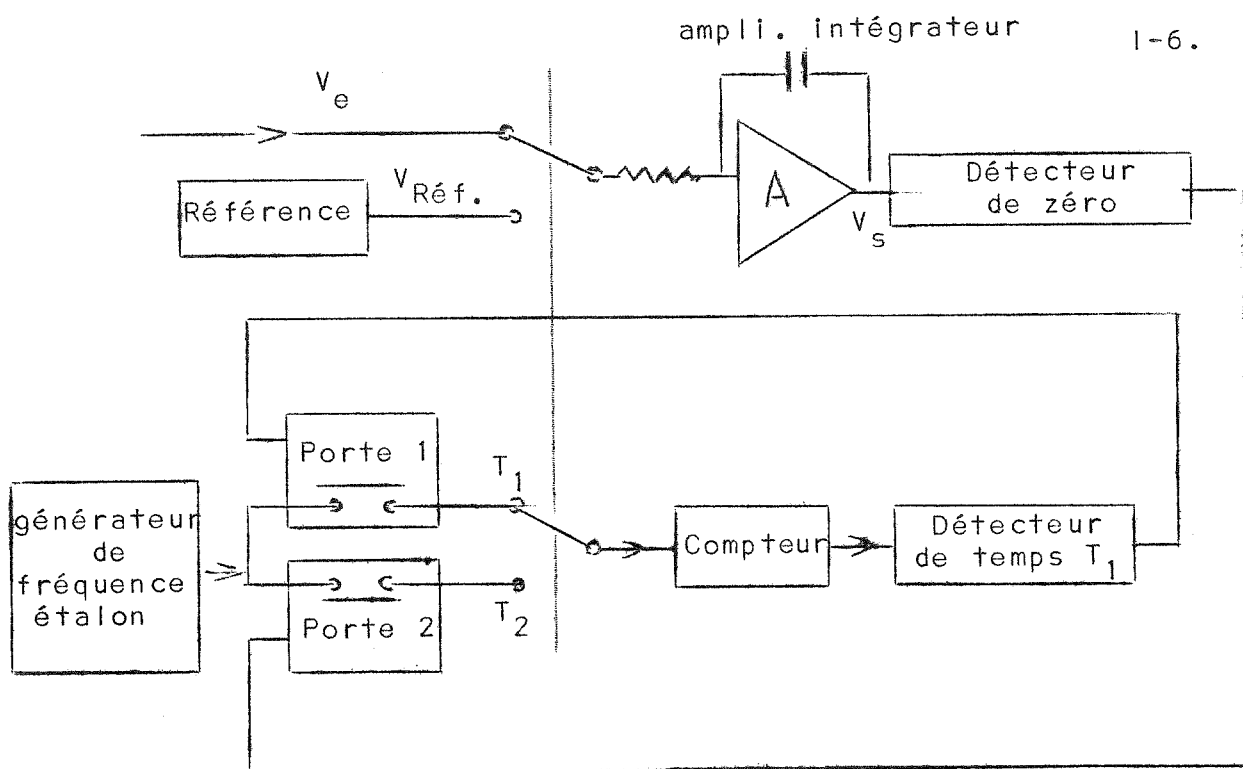


Figure 1-4 : Conversion "double rampe". Schéma de principe

Pendant le temps d'échantillonnage T_1 , la tension à mesurer V_e est appliquée à l'entrée d'un amplificateur intégrateur (figures 1-4 et 1-5). Au bout du temps T_1 la tension de sortie V_s est :

$$V_s = \frac{1}{RC} \int_0^{T_1} V_e dt$$

ou $V_s = \frac{V_e}{RC} T_1$ si $V_e = \text{Cte.}$

V_s est la mesure de l'intégrale de V_e sur le temps d'échantillonnage. On est ramené à la mesure de V_s . Le procédé est alors semblable à celui utilisé dans la méthode de conversion "simple rampe".

La tension inconnue V_e est remplacée par une source de tension de référence $V_{\text{réf.}}$, de signe opposé à V_e , à l'entrée de l'amplificateur intégrateur.

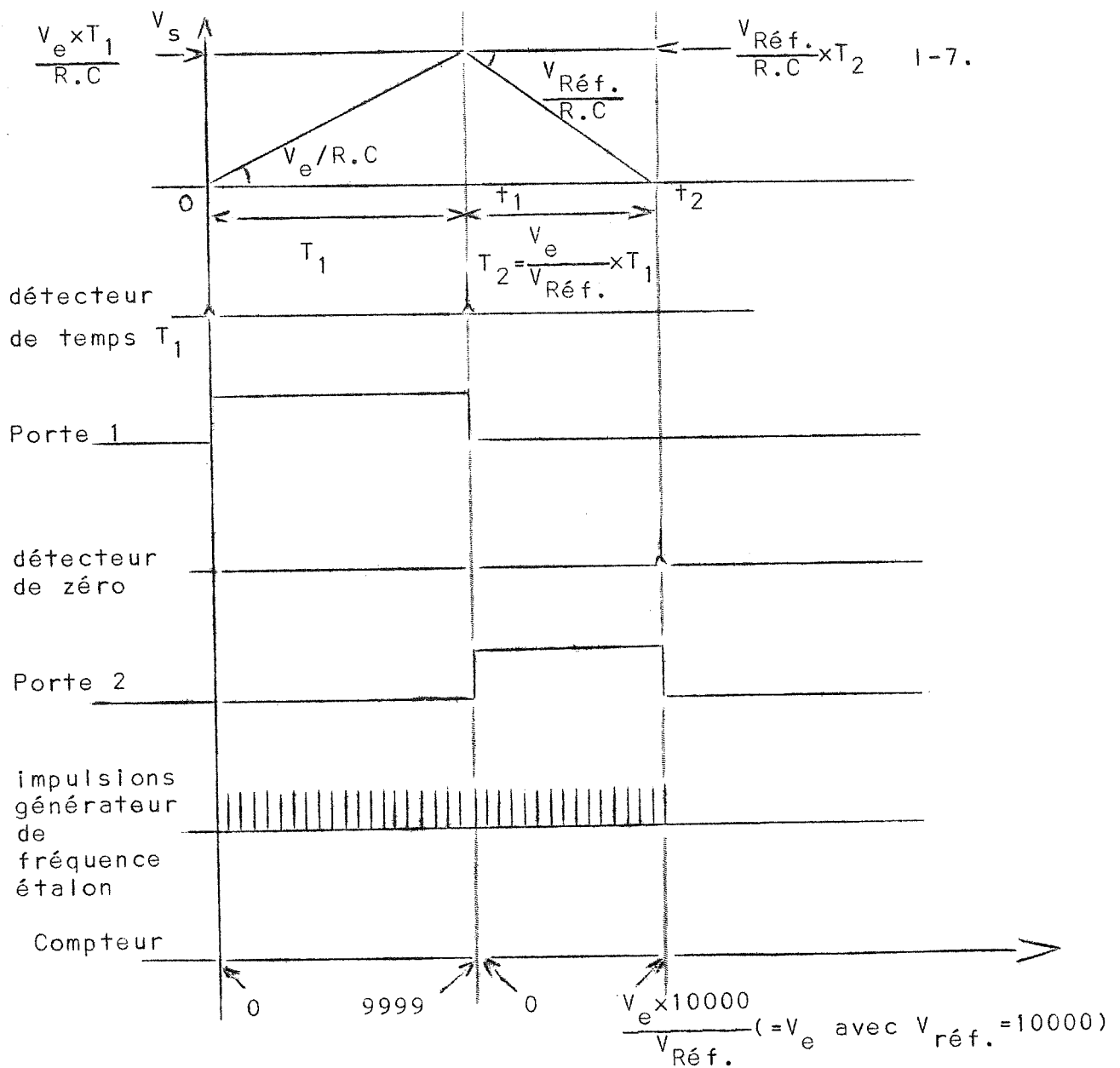


Figure 1-5 : Conversion "double rampe".

La tension de sortie décrit alors une rampe négative :

$$V_s(t) = \frac{1}{RC} \int_{t_1}^t V_{\text{réf.}} dt \text{ ou } V_s(t) = \frac{V_{\text{réf.}}}{RC} (t - t_1) \text{ car } V_{\text{réf.}} = \text{Cte.}$$

L'intervalle de temps $T_2 = t_2 - t_1$ pendant lequel V_s passe de la valeur initiale : $\frac{V_e}{RC} T_1$ à la valeur zéro est proportionnel à V_e (ou $\int_0^{t_1} V_e dt$). En effet au temps t , on peut écrire :

$$\frac{V_e \cdot T_1}{RC} = \frac{V_{\text{réf.}} \cdot T_2}{RC} \text{ d'où } T_2 = \frac{V_e}{V_{\text{réf.}}} \times T_1 \sim V_e \text{ car } \begin{cases} T_1 = \text{Cte} \\ V_{\text{réf.}} = \text{Cte} \end{cases}$$

Pratiquement la mesure des temps T_1 et T_2 est faite à l'aide d'un compteur relié à un générateur de fréquence étalon, par l'intermédiaire de 2 portes. Ces deux portes sont commandées alternativement par un détecteur de temps T_1 associé au compteur et un détecteur de zéro associé à l'amplificateur. Ce type de voltmètre devrait s'adapter tout à fait aux mesures de flux, à condition que :

- la variation de flux se produise en un temps $t < T_1$,
- l'utilisation de filtre à l'entrée ne soit pas indispensable.

Or tous les constructeurs ont prévu un temps T_1 de l'ordre de 10 à 100 msec. alors que dans le système de mesure employé, il est nécessaire d'avoir $T > 1$ sec. Seule la réduction de temps d'intégration a été prévue, dans certains modèles à tiroirs interchangeables ; l'allongement de celui-ci nécessite la transformation des tiroirs correspondants. Quant aux filtres, ils deviennent indispensables à bas niveau, en raison de la médiocrité de la réjection du bruit de mode série.

En conclusion, les voltmètres dont le principe de base repose sur la conversion tension-temps "double rampe", permettent après modification de la base de temps, les mesures de flux de haut niveau.

1-3 - LA CONVERSION TENSION-FREQUENCE

La méthode consiste à convertir la tension à mesurer V_e en une fréquence f qui lui est directement proportionnelle :

$$f = \frac{1}{k} V_e = \frac{dn}{dt},$$

dn étant le nombre d'impulsions fournies pendant l'intervalle de temps dt .

En supposant admis le fonctionnement de ce convertisseur tension-fréquence, l'intégrale de la tension d'entrée V_e sur un intervalle de temps T s'écrit alors :

$$\int_0^T V_e dt = k \int_0^T f dt = k \int_0^T \frac{dn}{dt} dt = kN.$$

Cette intégrale est proportionnelle au nombre N d'impulsions fournies par le convertisseur. Le principe de fonctionnement du voltmètre utilisant un convertisseur tension-fréquence sera très simple (figure 1-6).

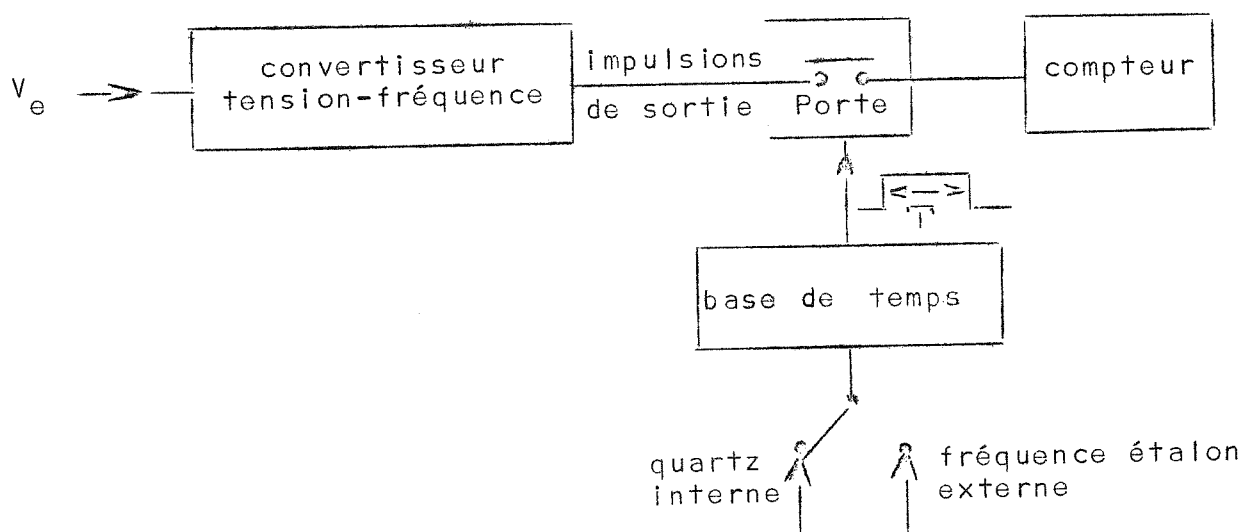


Figure 1-6 : Voltmètre à conversion tension-fréquence.
Schéma de principe.

Une base de temps commande la fermeture d'une porte située entre le convertisseur et le compteur ; elle est pilotée soit par un quartz interne, soit par une fréquence étalon externe ; la fréquence du quartz interne est telle que la base de temps commande l'ouverture de la porte pendant un temps d'échantillonnage T judicieusement choisi, pour apporter la meilleure réjection du bruit possible (T est multiple ou sous-multiple de la période du réseau). L'utilisation d'une fréquence étalon externe permet d'obtenir un temps d'échantillonnage quelconque.

Considérons maintenant le schéma de fonctionnement du convertisseur tension-fréquence (figure 1-7).

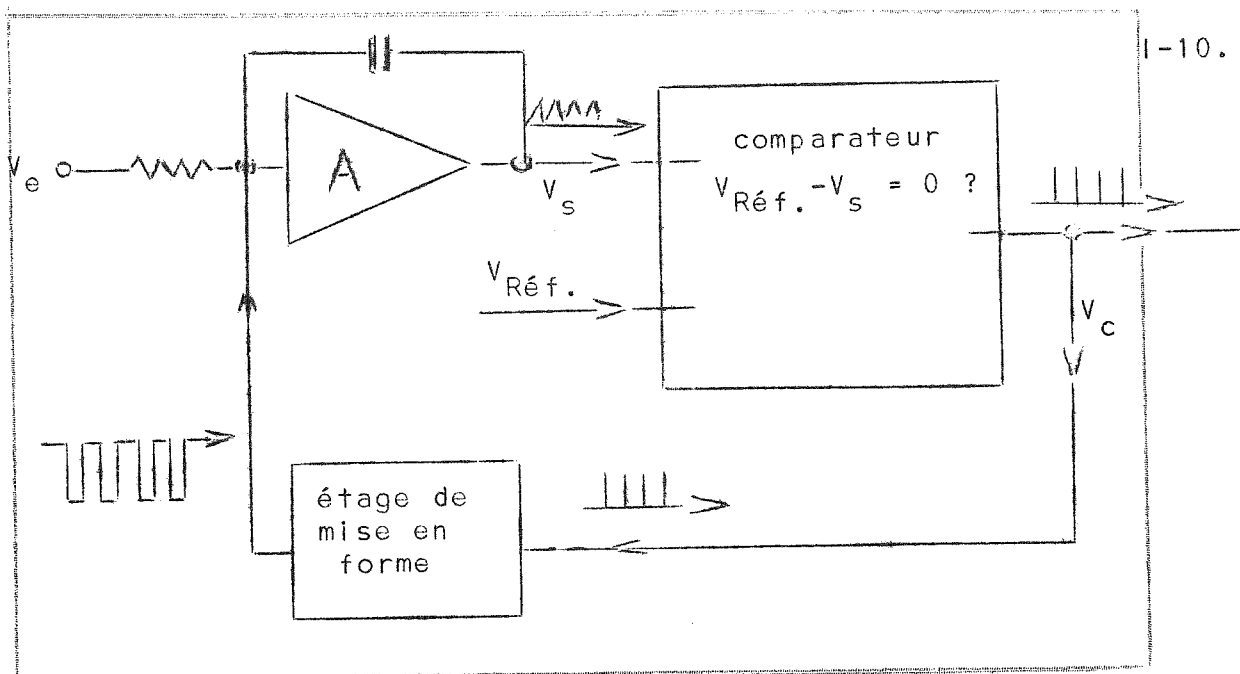


Figure I-7 : Convertisseur tension-fréquence.
Schéma de principe.

Supposons que la tension à mesurer V_e soit continue. Celle-ci est appliquée à l'entrée d'un amplificateur intégrateur, la tension de sortie V_s évolue linéairement dans le temps avec une pente proportionnelle à V_e (figure I-8). Lorsque cette rampe atteint le niveau $V_{réf.}$, celle-ci est mise en forme et appliquée à l'entrée de l'intégrateur. La durée et l'amplitude de cette nouvelle impulsion sont telles que la tension de sortie V_s soit ramenée en un temps très court au niveau zéro. Le cycle se répète, avec à chaque coïncidence de V_s au niveau $V_{réf.}$, production d'une impulsion par le comparateur. La fréquence de répétition de ces impulsions est proportionnelle à la pente de la rampe, c'est-à-dire à la tension d'entrée.

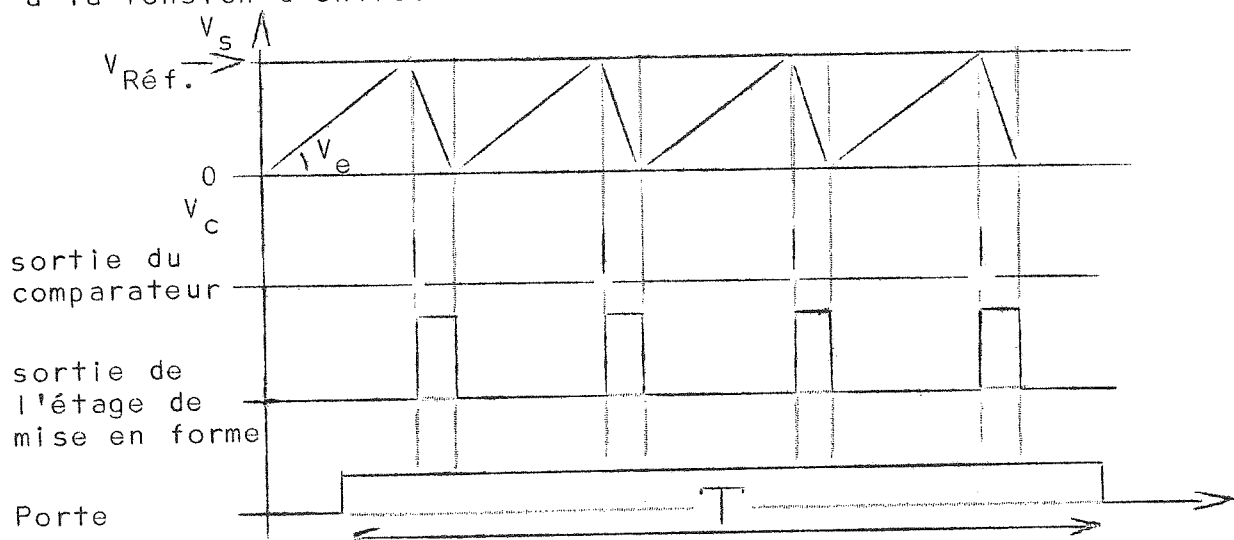


Figure I-8 : Conversion tension-fréquence

Ce principe de mesure de tension permet une réjection du bruit excellente et ne nécessite l'emploi d'aucun filtre à l'entrée. Comme, d'autre part, la période d'échantillonnage peut être réglée à volonté grâce à l'emploi d'une fréquence pilote extérieure, ce type de voltmètre peut parfaitement s'adapter à la mesure du flux, donc aux mesures d'aimantations telles que nous les avons envisagées.

1-4 - LES METHODES DERIVEES

Les méthodes de conversion analogique-numérique analysées précédemment sont souvent transformées ou combinées entre elles par les constructeurs de manière à améliorer les performances des appareils. Il est impossible de présenter ici toutes les solutions rencontrées sur le marché.

On peut citer un exemple typique de combinaison de deux méthodes.

Hewlett Packard 2402 A

Les principes de conversion tension-fréquence et d'intégration double pente sont combinés dans cet appareil. Il permet une résolution de 10^{-5} à pleine échelle avec un temps d'échantillonnage d'une période du secteur soit $1/50$ sec. = 20 msec. S'il était constitué d'un convertisseur tension-fréquence, ce dernier devrait pouvoir fournir 10^5 impulsions en 20 msec. (la résolution étant d'une impulsion) : soit une fréquence de sortie de $10^5 \times 50 = 5.10^6$ Hz. La construction d'un tel convertisseur présente des difficultés si importantes qu'on n'en trouve pas sur le marché (la limite est à 1,5 MHz). Pour détourner les difficultés, le constructeur se contente d'utiliser un convertisseur lent à 5.10^4 Hz ; au début de la période d'échantillonnage (figure 1-9), la tension de sortie V_s de l'intégrateur est nulle ; au temps $T = 20$ msec., la tension V_s n'est pas obligatoirement nulle ; elle représente une contribution à l'intégrale de la tension d'entrée. On considère que chaque impulsion du convertisseur équivaut à 100 "impulsions réelles" : elles sont comptabilisées sur le compteur à partir de la décade des centaines ; et la dernière "rampe" de l'intégrateur correspond à un certain nombre d'"impulsions réelles" dans la proportion de $\frac{V_e}{V_{réf.}}$: on applique alors la méthode double rampe pour déterminer le niveau V_s .

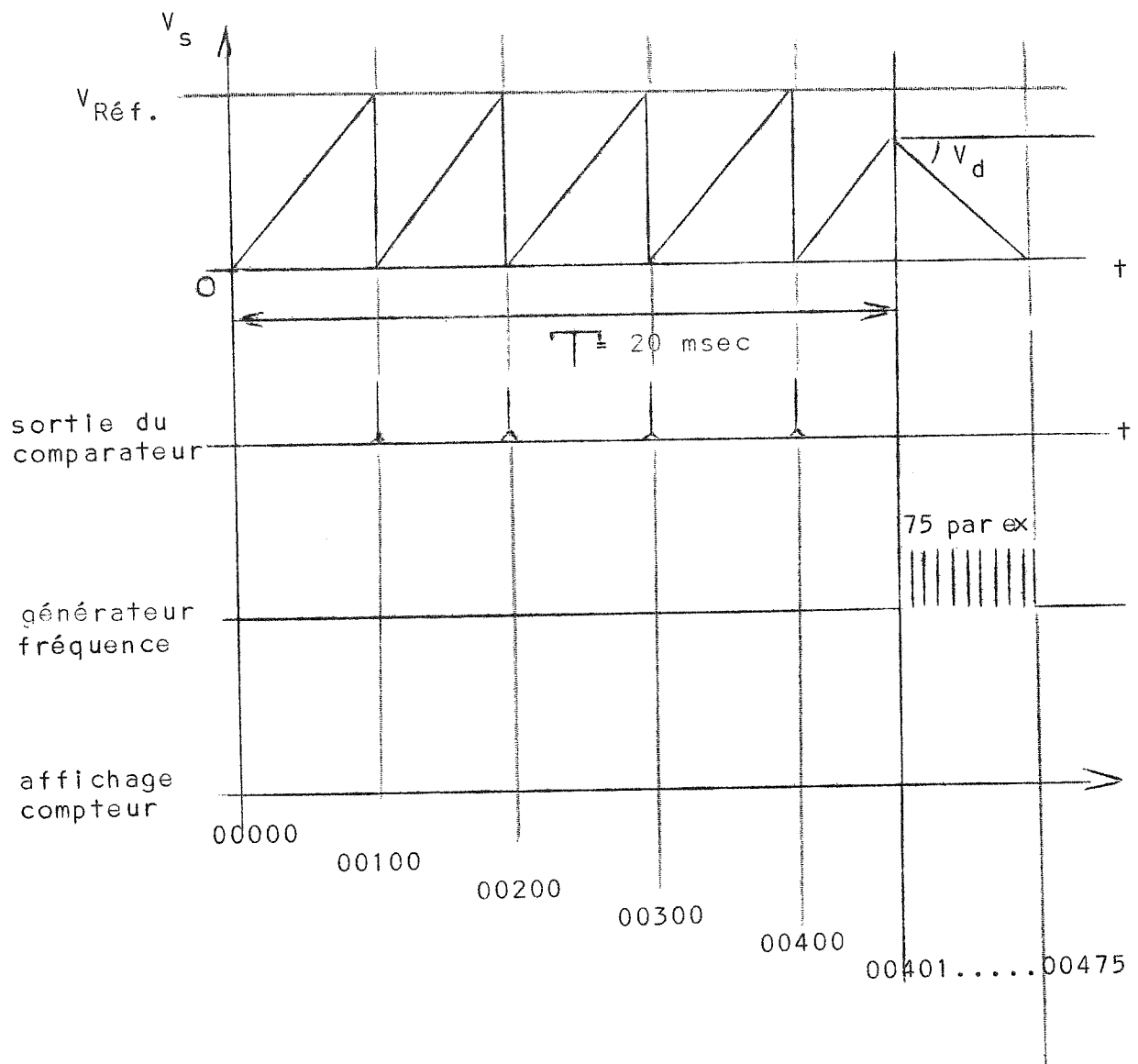


Figure 1-9 : Hewlett-Packard 2402A

Pour cela, l'entrée de l'intégrateur est connectée à une source de tension de signe opposé à V_e . Le temps de remise à zéro de V_s est mesuré par un générateur de fréquence réglé de telle manière qu'il fournisse 100 "impulsions réelles" pendant le temps de passage de V_s de la valeur maximale $V_{réf.}$ à zéro. Ces impulsions sont comptabilisées à partir de la décade des unités du compteur.

Cet appareil devrait permettre d'effectuer des mesures de flux. Le constructeur n'a pas prévu la possibilité d'allonger le temps d'intégration au-delà de 20 msec. Il est donc impossible de l'employer dans cette version puisque la méthode de mesure envisagée demande un temps d'intégration supérieur à 1 sec.

A N N E X E II

LE CALCUL DES BOBINES DE MESURE

Considérons une seule demi-bobine de mesure de type c (figure 2.18) et supposons-la symétrique. L'induction au centre est la somme algébrique des inductions créées par les trois éléments suivants :

I bobinage principal	r_I	R_I	L_I
II encoche	r_{II}	$R_{II}=R_I$	L_{II}
III bobinage de compensation	r_{III}	R_{III}	L_{III}

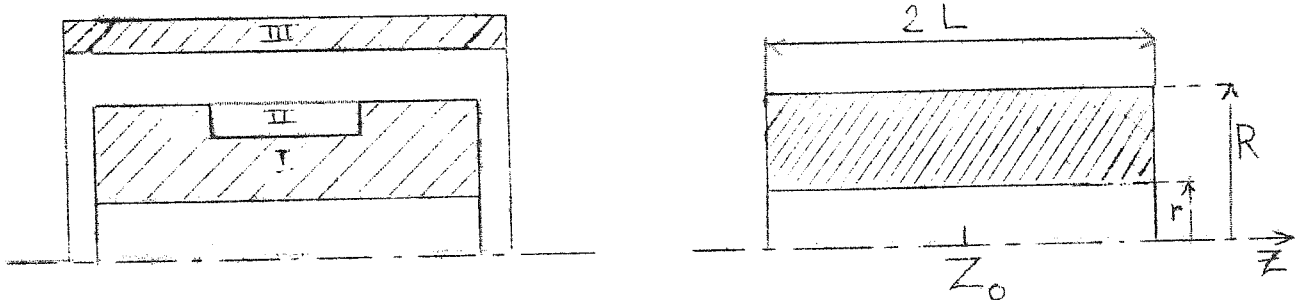


Figure II-1

Quatre impératifs sont à respecter :

- l'encombrement radial,
- la course d'extraction,
- la sensibilité,
- le rapport des surfaces entre le bobinage principal et le bobinage de compensation.

On impose une condition supplémentaire pour obtenir un palier :

$$\frac{d^2 B}{dz^2} = 0 \text{ pour } z = z_0.$$

- 1 - L'encombrement radial (r_I est R_{III}) est déterminé à partir du diamètre extérieur du porte-échantillon (ou de l'anti-cryostat) et du diamètre extérieur de la bobine supraconductrice.
- 2 - La course d'extraction, définie par ailleurs (§ 2.3.2) limite l'encombrement longitudinal (L_I et L_{III}) de la bobine.
- 3 - La sensibilité de l'ensemble : bobine de mesure - intégrateur numérique, est à choisir en fonction du problème à traiter. Par exemple, avec les échantillons dont nous disposons (≥ 100 u.e.m.), il est nécessaire d'obtenir une sensibilité de 10^{-3} u.e.m./digit pour avoir une résolution au moins égale à 10^{-5} sur la mesure ; la gamme de l'intégrateur utilisé présente une sensibilité de 200 Maxwells/digit (§ 2.2), il faut donc construire une bobine de mesure avec une caractéristique (§ 2.1) :

$$\frac{B}{I} = \frac{\Delta \Phi}{2 \Delta M} = \frac{200}{2 \cdot 10^{-3}} = 10^5 \text{ cgs (B en Gauss, I en biot ou décaampère)}$$

soit $B = 1$ Gauss pour $I = 10^{-4}$ A.

Or l'induction créée par la bobine de mesure est fonction de la densité de courant $i = \frac{I}{S}$ (S = section occupée par une spire) : un calcul rapide conduit à utiliser dans le cas présent un fil d'un diamètre inférieur ou égal à 50μ . On emploie couramment maintenant du fil de 35μ .

Si on néglige la contribution de l'encoche et du bobinage de compensation à l'induction totale, le rayon R_I est alors déterminé.

N.B. : Parmi les huit dimensions caractéristiques de la demi-bobine de mesure, cinq sont définies, à ce stade :

r_I R_I L_I et R_{III} L_{III} .

Il est alors indispensable de fabriquer une bobine d'essai pour déterminer expérimentalement le rapport de surface entre les bobinages I et III.

Pour ce faire, on construit une bobine de type (b) (figure 2.18) telle que la surface du bobinage de compensation soit égale à la surface du bobinage principal

$$[r_{III}^3 = R_{III}^3 - (R_I^3 - r_I^3), \text{ si } L_I = L_{III} \text{ et si le fil employé est le même pour I et III - voir en fin d'annexe les formules à utiliser -}].$$

On prend soin au cours du bobinage à pratiquer des sorties intermédiaires sur la bobine de compensation, comme représenté figure 11-2.

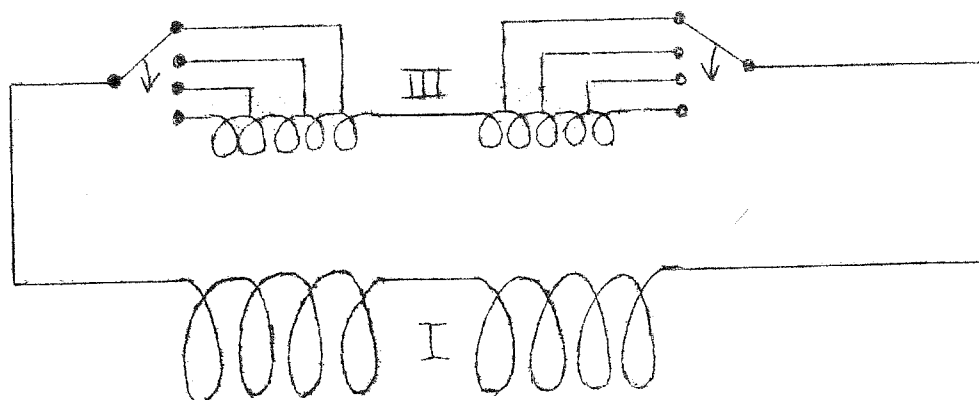


Figure 11-2 : Bobine d'essai à sorties multiples.

Le rapport de surface adéquat est déterminé expérimentalement en observant sur les différentes sorties la rapidité de convergence des mesures successives effectuées avec un échantillon de moment important. Pour la bobine citée en exemple ici, on a déterminé $S_{III}/S_I = 0,4$.

La bobine d'essai permet en outre de déterminer expérimentalement la densité de spires correspondant au fil utilisé.

- 4 - Le calcul de l'encoche (r_{II} et L_{II}) et du rayon r_{III} définitif de la bobine de compensation peuvent alors s'effectuer à partir des conditions relatives au rapport des surfaces et à l'annulation de la dérivée d'ordre deux de l'induction. Un programme simple, écrit à partir des relations définies plus bas, permet de déterminer ces grandeurs au calculateur.

Si la demi-bobine ainsi calculée est satisfaisante, la bobine entière ne l'est plus. L'adjonction, en opposition, d'une autre demi-bobine détruit en partie le palier obtenu précédemment. Pour corriger l'influence de la demi-bobine opposée, il faut déplacer l'encoche, voire la bobine de compensation, le long de l'axe. On introduit ainsi trois paramètres supplémentaires, cotes des différents bobinages par rapport au centre de symétrie de la bobine complète : Z_I , Z_{II} , Z_{III} . Ces derniers sont déterminés au calculateur par tâtonnements successifs jusqu'à obtention d'une carte de champ à nouveau satisfaisante.

Les 12 paramètres de la bobine représentée figure 2.19 sont les suivants (en cm) :

	r	R	L	Z
I	0,5500	0,7700	1,500	2,000
II	0,7202	0,7700	0,888	2,012
III	1,4059	1,4200	1,500	2,423

N.B. 1 : La définition des cotes à 1μ près est loin d'être utopique, car elle permet de déterminer, à la fabrication, le nombre de spires à 15 unités près (pour un bobinage de longueur 3 cm et une section de fil de $20 \cdot 10^{-6} \text{ cm}^2$).

N.B. 2 : Le nombre total de spires est dans cet exemple de 55872 ($2 \times 25566 + 2 \times 2370$).

La résistance est de 550 Ω à 4,2 K.

L'inductance calculée pour un demi-bobinage principal est de 3 Henrys. Cette valeur très importante n'est certainement pas sans rapport avec l'impossibilité d'utiliser le "Vidar 520" sur les faibles gammes (100 et 10 mv) : l'amplificateur d'entrée ne doit pas accepter une impédance de cette importance - on devra rechercher une solution en employant un filtre, actif ou non.

Relations utilisées pour le calcul des bobines de mesures

Définitions : r, R, L, Z_0 (voir figure 11-1)

n = densité de spires (cm^{-2})

d = diamètre du conducteur (cm)

ρ = résistivité ($\Omega \cdot \text{cm}$)

i = densité de courant (A/cm^2)

champ au centre :

$$H(Z_0) = \frac{2\pi}{5} i L \log \frac{R + (R^2 + L^2)^{1/2}}{r + (r^2 + L^2)^{1/2}} \quad (0e)$$

dérivée d'ordre 2 :

$$\left. \frac{d^2 H(z)}{dz^2} \right|_{Z_0} = \frac{2\pi}{5} i L \left[\left(\frac{r^2}{r^2 + L^2} \right)^{3/2} - \left(\frac{R^2}{R^2 + L^2} \right)^{3/2} \right]$$

surface de bobinage : $S \approx \frac{2\pi}{3} n L (R^3 - r^3) \quad (\text{cm}^2)$

résistance du bobinage : $R \approx 8 \rho \frac{nL}{d^2} (R^2 - r^2) (\Omega)$

A N N E X E I I I

LES TRANSITIONS DU 1er ORDRE DANS LES CRISTAUX CUBIQUES

SOUS CHAMP MAGNETIQUE

III-1 - INTRODUCTION	III-2
III-2 - COMPORTEMENT EN CHAMP NUL	III-2
III-3 - COMPORTEMENT SOUS CHAMP	III-4
III-3-1 - Généralités	III-4
III-3-2 - Transition de type I	III-5
III-3-3 - Transition de type II	III-7
III-3-4 - Transition II suivie d'une transition I : double transition	III-8
III-4 - LIMITES DE L'ETUDE	III-8
III-5 - CHAMP APPLIQUE SUIVANT $[100]$	III-10
III-5-1 - Transition de type I	III-10
III-5-2 - Transition de type II	III-11
III-5-3 - Double transition	III-12
III-5-4 - Résumé	III-13
III-6 - CHAMP APPLIQUE SUIVANT $[111]$	III-14
III-6-1 - Transition de type I	III-14
III-6-2 - Transition de type II	III-17
III-6-3 - Double transition	III-20
III-6-4 - Résumé	III-21
III-7 - CHAMP APPLIQUE SUIVANT $[110]$	III-22
III-7-1 - Transition de type I	III-22
III-7-2 - Transition de type II	III-24
III-7-3 - Double transition	III-27
III-7-4 - Résumé	III-27

III-1 - INTRODUCTION

Nous allons montrer* que le calcul des lois d'aimantation des cristaux cubiques dans un champ magnétique orienté suivant les directions de symétrie binaire, ternaire ou quaternaire indique bien souvent l'apparition de transitions du premier ordre. La mise en évidence expérimentale de celles-ci par la mesure directe de l'aimantation demande une grande attention : les cas du nickel et du fer, donnés en exemple (thèse § 3.3), sont particulièrement délicats et ne constituent pas en eux-mêmes une illustration frappante du phénomène.

Quelques auteurs** ont déjà abordé ce problème, sans toutefois l'étudier systématiquement.

Chaque phase des calculs qui suivent a été développée de manière à permettre au lecteur intéressé de suivre le raisonnement dans le détail ; on pourra en première lecture faire abstraction de ces développements fastidieux.

III-2 - COMPORTEMENT EN CHAMP NUL

En champ magnétique nul, la position d'équilibre d'un moment magnétique élémentaire est déterminée par le minimum de l'énergie d'anisotropie E_a du site cristallographique qu'il occupe.

Pour un cristal cubique, on peut développer E_a en fonction des cosinus directeurs $\alpha_1, \alpha_2, \alpha_3$ du moment :

$$E_a = K_1(\alpha_1^2\alpha_2^2 + \alpha_2^2\alpha_3^2 + \alpha_3^2\alpha_1^2) + K_2\alpha_1^2\alpha_2^2\alpha_3^2 + K_3(\alpha_1^4\alpha_2^4 + \alpha_2^4\alpha_3^4 + \alpha_3^4\alpha_1^4) + \dots \quad (1)$$

* J.P. Rebouillat, J. Phys., 32, C1, 547, (1971).

** R.M. Bozorth, Phys. Rev., 50, 1076, (1936).

D. Krause, Phys. Stat. Sol., 6, 125, (1964).

qui peut encore s'écrire :

$$E_a = K_1 s + (K_2 - 2K_3)p + K_3 s^2 + \dots \quad (2)$$

en posant :

$$s = \alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_3^2 \alpha_1^2 \quad (3)$$

$$p = \alpha_1^2 \alpha_2^2 \alpha_3^2 \quad (4)$$

Les K_i sont les constantes d'anisotropie. Nous limiterons le développement aux trois premières constantes, c'est-à-dire au 8e ordre en α .

On montre que E_a présente trois extrema, pour les directions $|100|$, $|110|$ et $|111|$ (ou leurs directions équivalentes):

direction	α_1	α_2	α_3	E_a
$ 100 $	1	0	0	$E_{100} = 0$
$ 110 $	$\frac{1}{\sqrt{2}}$	$\frac{1}{\sqrt{2}}$	0	$E_{110} = \frac{K_1}{4} + \frac{K_3}{16}$
$ 111 $	$\frac{1}{\sqrt{3}}$	$\frac{1}{\sqrt{3}}$	$\frac{1}{\sqrt{3}}$	$E_{111} = \frac{K_1}{3} + \frac{K_2}{27} + \frac{K_3}{27}$

on aura :

$$E_{100} < E_{110} \text{ si } 0 < \frac{K_1 + K_3}{4} \text{ soit } \frac{K_3}{K_1} + 4 \geq 0 \text{ pour } K_1 \geq 0 \quad (5)$$

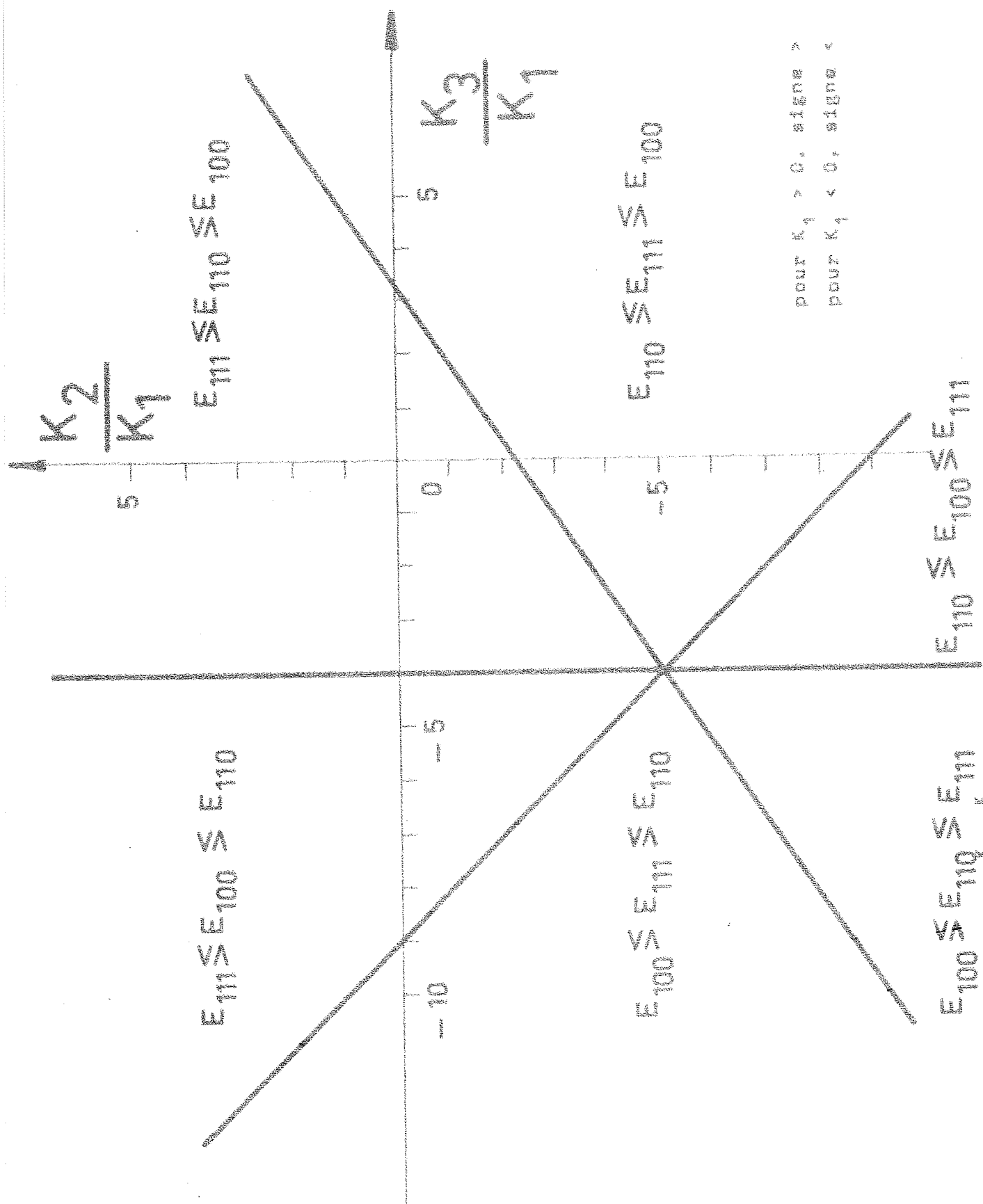
$$E_{100} < E_{111} \text{ si } 0 < \frac{K_1 + K_2 + K_3}{3} \text{ soit } \frac{K_2 + K_3}{K_1} + 9 \geq 0 \text{ pour } K_1 \geq 0 \quad (6)$$

$$E_{110} < E_{111} \text{ si } \frac{K_1 + K_3}{4} < \frac{K_1 + K_2 + K_3}{3} \text{ soit } \frac{K_2 - 11}{K_1} - \frac{K_3}{16} + \frac{9}{4} \geq 0 \text{ pour } K_1 \geq 0 \quad (7)$$

Les relations (5) (6) (7) déterminent dans le plan $(\frac{K_2}{K_1}, \frac{K_3}{K_1})$

différentes zones où s'ordonnent les énergies correspondant aux directions privilégiées $|100|$, $|110|$ et $|111|$ (figure 111.1).

En champ nul, le moment est orienté dans la direction d'énergie la plus faible, appelée direction de facile aimantation. Rappelons brièvement qu'il existe différentes directions "faciles" équivalentes selon lesquelles les moments s'orientent, regroupés en domaines élémentaires, de telle manière que l'aimantation globale du cristal soit nulle en l'absence de champ.



pour $K_1 > 0$, signe $>$
pour $K_1 < 0$, signe $<$

Figure III-1 : Dans le plan $(\frac{K_2}{K_1}, \frac{K_3}{K_1})$, relations entre les énergies correspondant aux différentes orientations privilégiées de J.

111-3 - COMPORTEMENT SOUS CHAMP MAGNETIQUE111-3-1 - Généralités

Appelons $\vec{J}_s$ le vecteur aimantation (par cm^3) d'un domaine élémentaire. L'énergie totale (par cm^3) est la somme de l'énergie d'anisotropie, de l'énergie de $\vec{J}_s$ dans les champs magnétiques extérieur $\vec{H}_e$ et démagnétisant $\vec{H}_d$:

$$E_{\text{tot}} = E_a - \vec{J}_s \cdot \vec{H}_e - \frac{1}{2} \vec{J}_s \cdot \vec{H}_d.$$

Lorsque $\vec{H}_e$ est appliqué suivant une des directions privilégiées $\vec{p}$ du cristal, les domaines élémentaires sont disposés symétriquement par rapport à $\vec{p}$ suivant les directions faciles $\vec{n}$ du cristal : l'aimantation globale $\vec{J}$ et par suite le champ démagnétisant $H_d = -N\vec{J}$ sont colinéaires à $\vec{p}$.

Quand $\vec{H}_e$ augmente, on assiste à la disparition progressive de certains domaines au profit de ceux qui ont l'orientation la plus proche de $\vec{H}_e$.

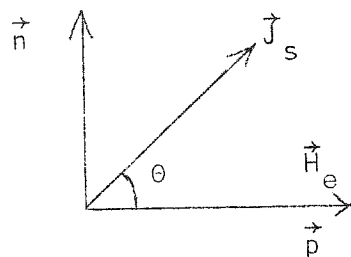
Lorsqu'il n'existe plus que 2, 3 ou 4 types de domaines (selon la symétrie de l'axe $\vec{p}$), l'aimantation $\vec{J}_s$ dans chacun d'eux doit effectuer une rotation jusqu'à devenir parallèle à $\vec{H}_e$.

Appelons θ , l'angle $(\vec{J}_s, \vec{p})$ et N le coefficient de champ démagnétisant ; on a alors

$$H_d = -N J_s \cos \theta$$

et

$$E_{\text{tot}} = E_a - J_s H_e \cos \theta + \frac{1}{2} N J_s^2 \cos^2 \theta \quad (8)$$



La position d'équilibre de $\vec{J}_s$ au cours de sa rotation, est déterminée par le minimum de l'énergie totale, qui est obtenu lorsqu'on a :

$$\frac{dE_{\text{tot}}}{d \cos \theta} = 0$$

soit

$$\frac{dE_a}{d \cos \theta} - J_s H_e + N J_s^2 \cos \theta = 0$$

ou

$$\frac{dE_a}{d \cos \theta} = J_s (H_e + H_d).$$

La relation d'équilibre liant l'aimantation J_s , l'angle θ et l'intensité du champ interne $H_i = H_e + H_d$ s'écrit donc :

$$H_i = \frac{1}{J_s} \frac{dE_a}{d \cos \theta} \quad (9)$$

On considère généralement que la rotation de $\vec{J}_s$ à partir de la direction facile $\vec{n}$ se fait de manière continue dans le plan $(\vec{n}, \vec{p})$, au fur et à mesure que le champ croît. Nous allons montrer qu'il n'en est pas toujours ainsi : deux types de transition peuvent apparaître au cours de cette rotation, en fonction des valeurs de $\frac{K_2}{K_1}$ et $\frac{K_3}{K_1}$.

111-3-2 - Transition de type 1 : sans changement de plan de rotation

Pour ce type de transition, le minimum de l'énergie totale est constamment situé dans le plan $(\vec{n}, \vec{p})$, mais à partir d'un certain champ deux minima peuvent apparaître en même temps, séparés par un maximum intermédiaire : le premier fait un angle θ avec le champ, l'autre est situé dans la direction du champ ($\theta = 0$). La figure 111-2a représente la variation relative de l'énergie totale en fonction de l'angle θ , pour différentes valeurs du champ extérieur (a, b, c, d, e) : les flèches ↙ et ↘ indiquent les positions d'équilibre successives de $\vec{J}_s$ pour les valeurs respectivement croissantes et décroissantes du champ. La courbe d'aimantation correspondante (figure 111-2b) présente une hystérèse caractéristique des transitions du 1er ordre : ABCDE lorsque le champ croît et EDFBA lorsqu'il décroît. La courbe ABCF calculée à partir de la relation (9) ne correspond plus dans la partie CF à un minimum de l'énergie totale, mais au maximum situé entre les deux minima. On constate que ce type de transition entraîne de cette manière un changement de signe de la pente de la courbe d'aimantation : $\frac{d J_s / J_s}{d H_e}$, qui devient négative près de la saturation ($\theta \rightarrow 0$).

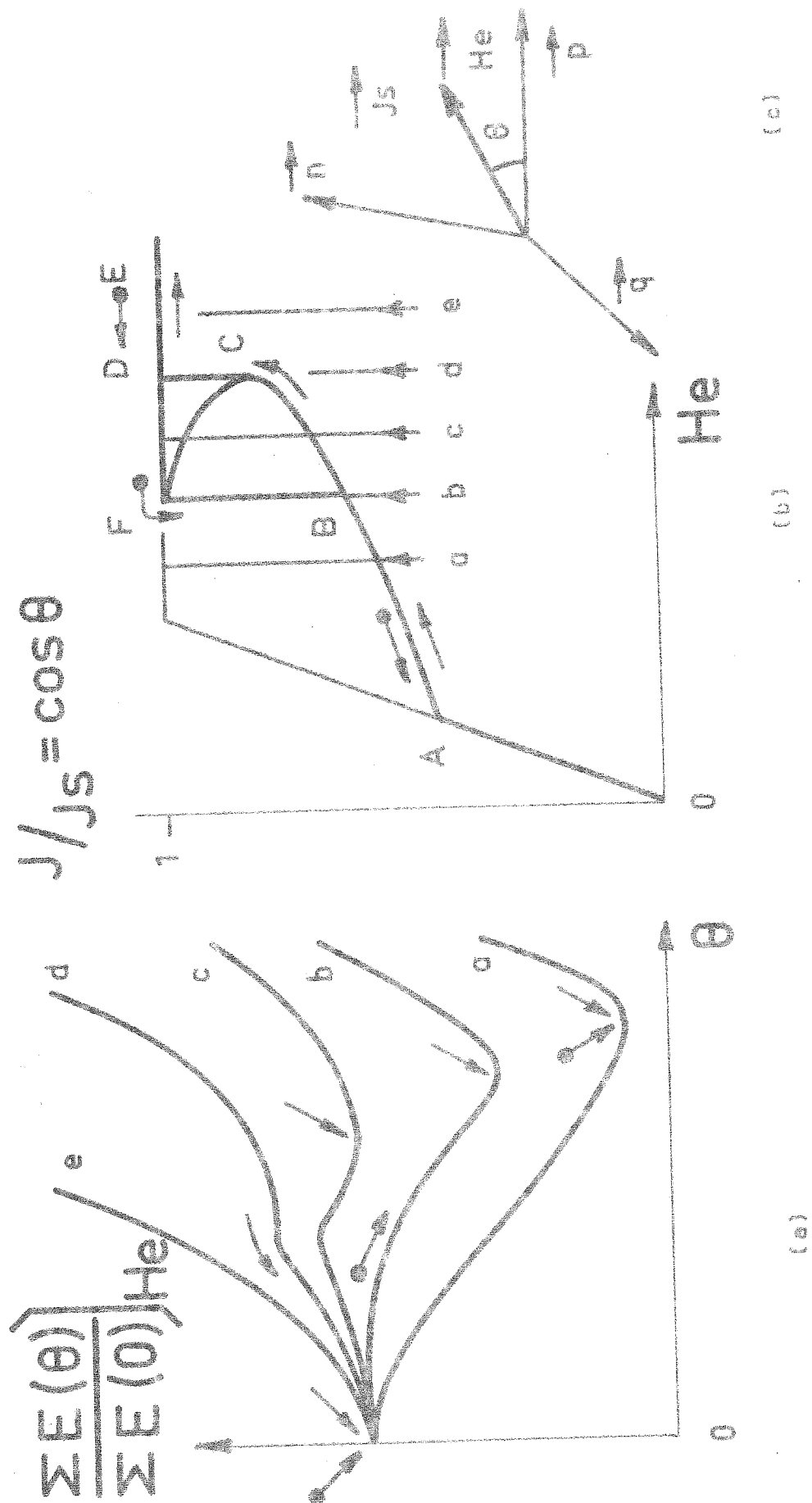


Figure III-2 : Transition sans changement de plan de rotation de J_s

La condition d'existence d'une telle transition s'écrit donc :

$$\frac{d}{d H_e} \frac{J}{J_s} < 0 \quad \text{ou} \quad \frac{d H_e}{d J/J_s} < 0 \quad \theta \rightarrow 0$$

or $H_e = H_i - H_d = \frac{1}{J_s} \frac{d E_a}{d \cos \theta} + N J_s \cos \theta$ d'après (9)

et $J/J_s = \cos \theta$

d'où : $\frac{d H_e}{d J/J_s} = \frac{1}{J_s} \frac{d^2 E_a}{d \cos^2 \theta} + N J_s$

soit : $\boxed{\frac{d^2 E_a}{d \cos^2 \theta} + N J_s^2 < 0 \quad \theta \rightarrow 0}$ (10)

III-3-3 - Transition de type II : avec changement de plan de rotation

Un deuxième minimum d'énergie peut apparaître en dehors du plan de rotation initial $(\vec{n}, \vec{p})$ contenant la direction facile $\vec{n}$ et la direction difficile $\vec{p}$ où est appliqué le champ. Le calcul montre que ce minimum apparaît dans le plan $(\vec{p}, \vec{q})$ contenant la deuxième direction difficile $\vec{q}$; on comprend d'ailleurs pour des raisons de symétrie évidentes, qu'il ne peut pas y avoir de minimum d'énergie en dehors de ces plans-miroirs : cela entraînerait un dédoublement des directions équivalentes et par suite dédoublement des domaines, phénomène non valable énergétiquement.

Ce changement de plan s'effectue comme précédemment avec hystérèse (figure III-3b). En repérant l'aimantation $\vec{J}_s$ par les deux angles θ et α (figure III-3c), une telle transition aura lieu si à un champ donné, l'énergie totale présente pour $\alpha = \alpha_0$ un minimum plus faible que pour $\alpha = 0$ (figure III-3a). Puisque dans l'énergie totale, seule l'énergie magnétocristalline dépend de α , les conditions suivantes doivent être réalisées :

$$\left. \frac{d E_a}{d \alpha} \right|_{\alpha_0} = 0 \quad (11) \quad \text{et} \quad \boxed{\begin{array}{l} E_a(\alpha_0) < E_a(\alpha=0) \\ E_a(\vec{p}, \vec{q}) < E_a(\vec{n}, \vec{p}) \end{array}} \quad (12)$$

La relation (11) est toujours vérifiée.

Pour faire la comparaison (12), il est intéressant d'écrire E_a , dans la mesure du possible, sous la forme :

$$E_a = A(K_i, \theta) + B(K_i).C(\alpha, \theta) \quad (13)$$

La fonction $C(\alpha, \theta)$ est paire en α et θ , donc positive. Le produit $B(K_i).C(\alpha, \theta)$ est donc du signe de la fonction $B(K_i)$. Si $B(K_i)$ est positif, α prendra la valeur qui rend $C(\alpha, \theta)$ minimum, et inversement si $B(K_i)$ est négatif, α prendra la valeur qui rend $C(\alpha, \theta)$ maximum. Pour faciliter ces calculs, on développe E_a au voisinage de la saturation ($\theta \rightarrow 0$).

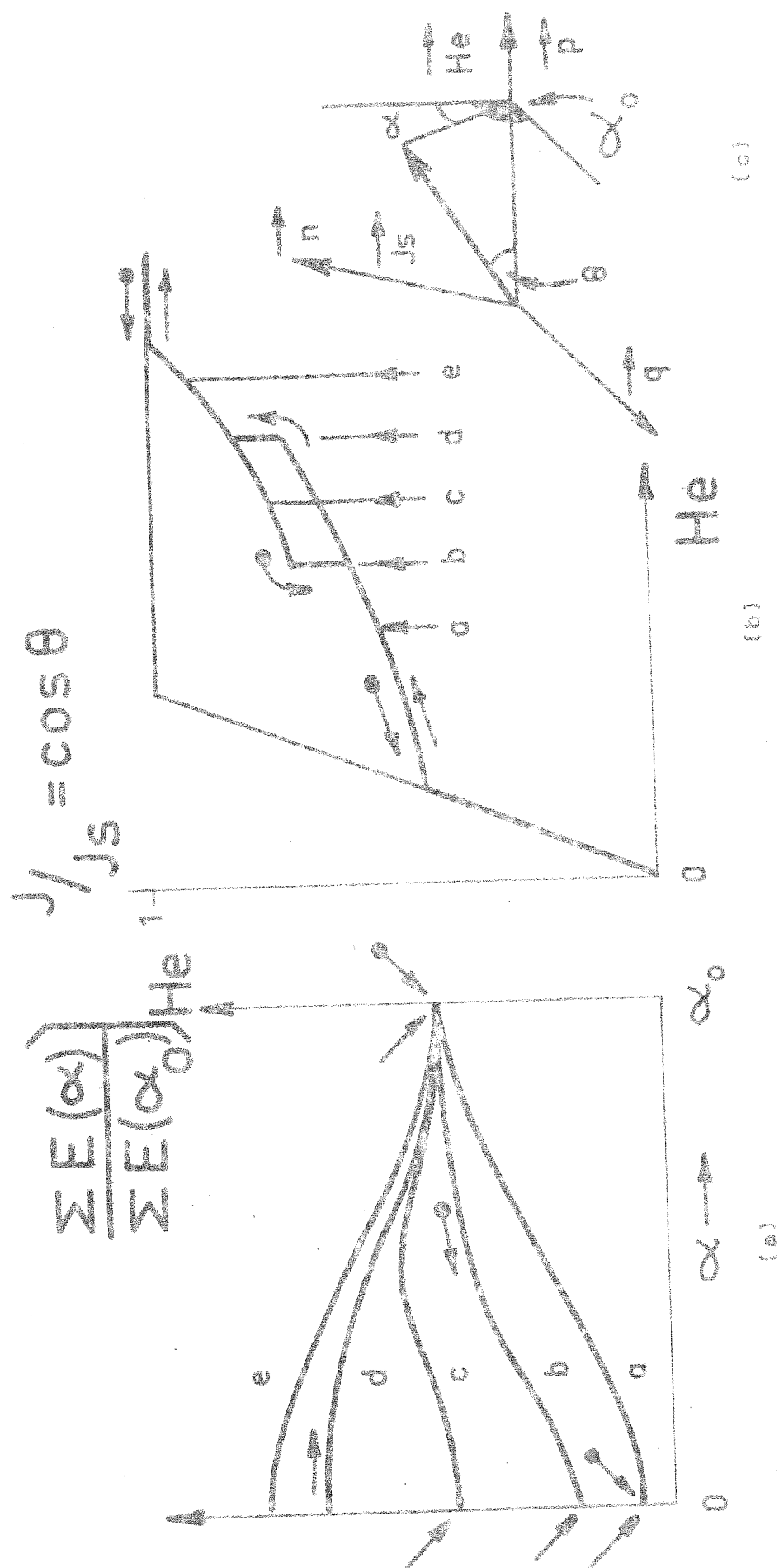


Figure III-3 : Transition avec changement de plan de rotation de J_s

III-3-4 - Transition II suivie d'une transition I : double transition

Il est évident qu'après un changement de plan de rotation, une transition de type I peut encore intervenir. Il suffit que la relation (10) soit vérifiée dans l'expression de l'énergie magnétocristalline écrite avec α_0 . La courbe d'aimantation prend alors l'allure représentée figure III-4.

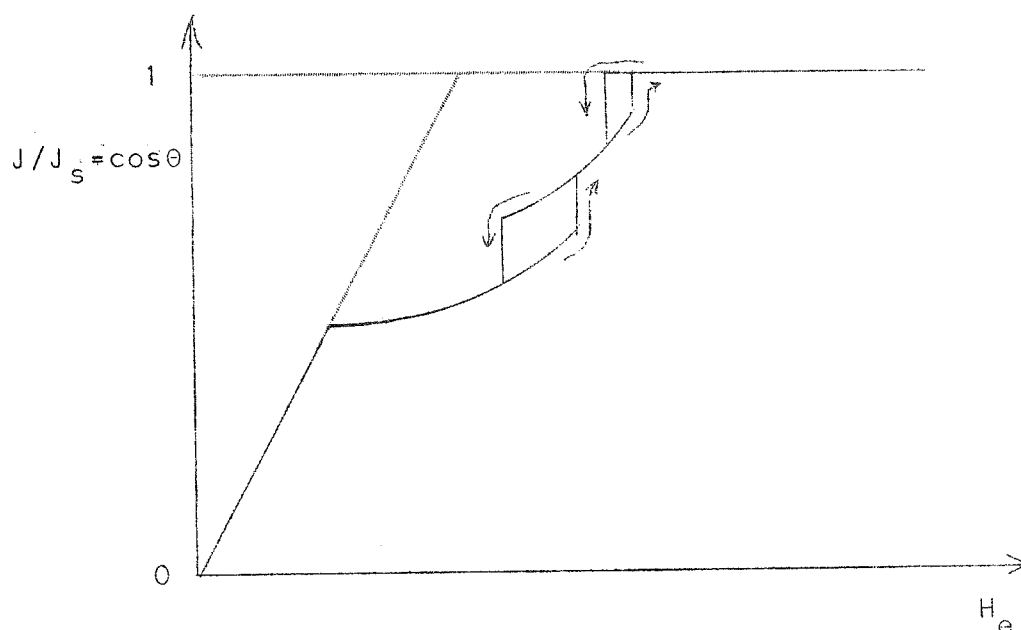


Figure III-4

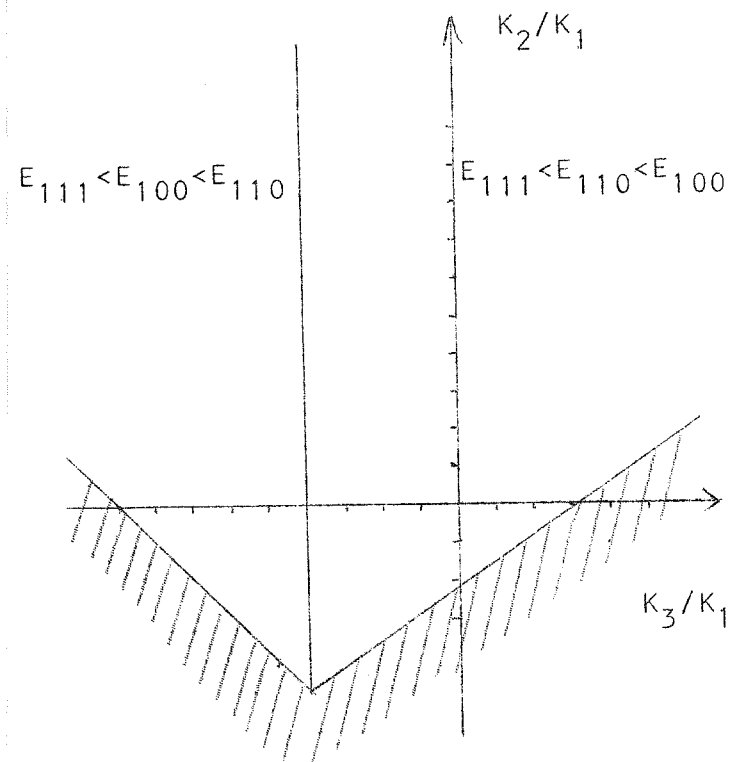
III-4 - LIMITES DE L'ETUDE

Nous allons étudier systématiquement les conditions d'apparition des deux types de transition précédemment décrits lorsque le champ est appliqué successivement suivant les trois directions $|100|$, $|111|$ et $|110|$. Nous limiterons cependant

notre investigation aux faibles valeurs de $\frac{K_2}{K_1}$ et $\frac{K_3}{K_1}$;
c'est-à-dire aux deux portions du plan de la figure III-1 où :

1 - K_1 est négatif et $|111|$ axe facile (figure III-5)

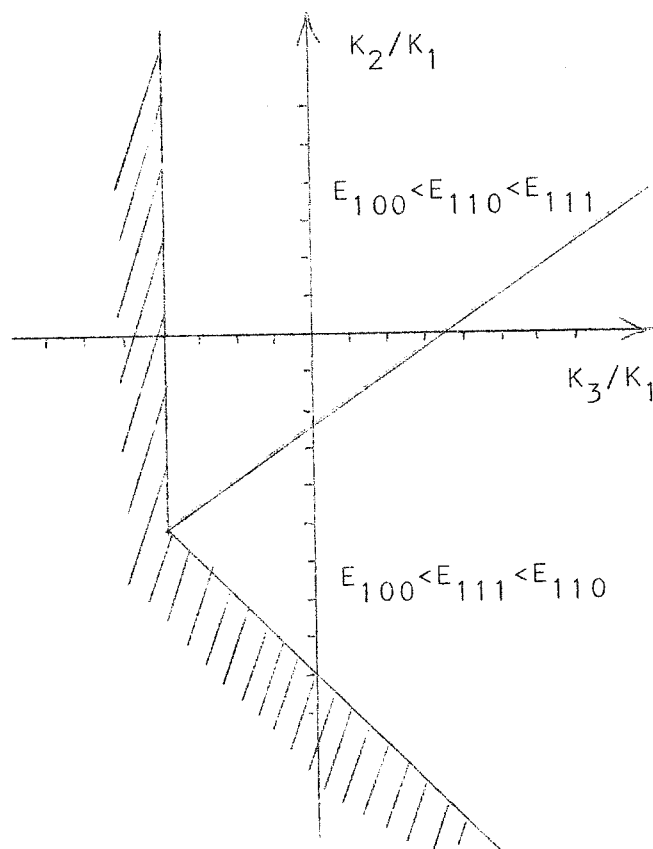
2 - K_1 est positif et $|100|$ axe facile (figure III-6).



$$K_1 < 0$$

$|111|$ facile

Figure III-5



$$K_1 > 0$$

$|100|$ facile

Figure III-6

III-5 - CHAMP APPLIQUE SUIVANT $|100|$

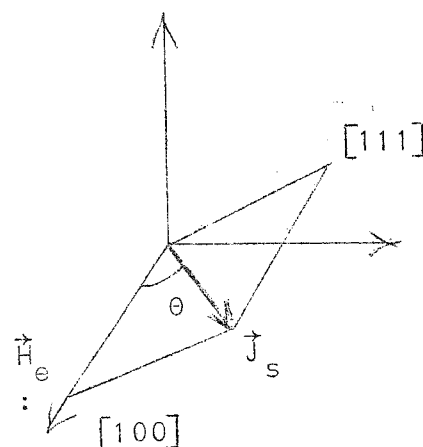
Dans les limites de cette étude (§ III-4), si K_1 est positif, $|100|$ est direction de facile aimantation : il n'y a pas à rechercher de transition. Nous nous plaçons donc dans le cas où K_1 est négatif et $|111|$ direction facile.

III-5-1 - Transition de type I

Si $\vec{J}_s$ se déplace dans le plan $(111, 100)$, ses cosinus directeurs sont :

$$\alpha_1 = \cos \theta$$

$$\alpha_2 = \alpha_3 = \frac{\sin \theta}{\sqrt{2}}$$



L'énergie d'anisotropie (1) prend la forme :

$$E_a = K_1(\sin^2 \theta \cos^2 \theta + \frac{\sin^4 \theta}{4}) + \frac{K_2}{4} \sin^4 \theta \cos^2 \theta + K_3(\frac{\sin^4 \theta \cos^4 \theta}{2} + \frac{\sin^8 \theta}{16}) \quad (14)$$

Ecrivons E_a en fonction de $\cos \theta = c$:

$$E_a = \frac{K_1}{4}(1+2c^2-3c^4) + \frac{K_2}{4}(c^2-2c^4+c^6) + \frac{K_3}{16}(1-4c^2+14c^4-20c^6+9c^8) \quad (15)$$

d'où :

$$\frac{dE_a}{d \cos \theta} = \frac{dE_a}{dc} = K_1(c-3c^3) + \frac{K_2}{2}(c-4c^3+3c^5) + \frac{K_3}{2}(-c+7c^3-15c^5+9c^7) \quad (16)$$

La relation (9) conduit à l'expression du champ interne :

$$H_i = -\frac{K_1}{J_s} c(3c^2-1) - \frac{K_2}{J_s} c(\frac{1-c^2}{2})(3c^2-1) - \frac{K_3}{J_s} c(\frac{1-c^2}{2})(3c^2-1)^2 \quad (17)$$

$|111 \rightarrow 100|$

N.B. : Ce genre de relation est directement utilisable pour la détermination des constantes K_1 , K_2 et K_3 à partir des données expérimentales : H_i et $c = \cos \theta = \frac{J}{J_s}$ au moyen d'une méthode de moindres carrés.

De (16), on tire :

$$\frac{d^2 E_a}{dc^2} = K_1(1-9c^2) + \frac{K_2}{2}(1-12c^2+15c^4) + \frac{K_3}{2}(-1+21c^2-75c^4+63c^6)$$

lorsque $\theta \rightarrow 0$, $c \rightarrow 1$ et : $\frac{d^2 E_a}{dc^2} \xrightarrow{\theta \rightarrow 0} -8K_1 + 2K_2 + 4K_3$.

La condition (10) s'écrit :

$$-8K_1 + 2K_2 + 4K_3 + NJ_s^2 < 0$$

soit, puisque $K_1 < 0$:

$$\boxed{\frac{K_2}{K_1} + \frac{2K_3}{K_1} - 4 + \frac{NJ_s^2}{2K_1} > 0} \quad (18)$$

Cette inégalité détermine dans le plan représenté figure III-5 une région où la condition d'apparition d'une transition de type 1 est remplie (voir figure III-8 et § III-5-4).

III-5-2 - Transition de type II

Si le plan de rotation de $\vec{J}_s$ est repéré par l'angle α (figure III-7) les cosinus directeurs de $\vec{J}_s$ sont :

$$\alpha_1 = \cos \theta$$

$$\alpha_2 = \sin \theta \cos \alpha$$

$$\alpha_3 = \sin \theta \sin \alpha$$

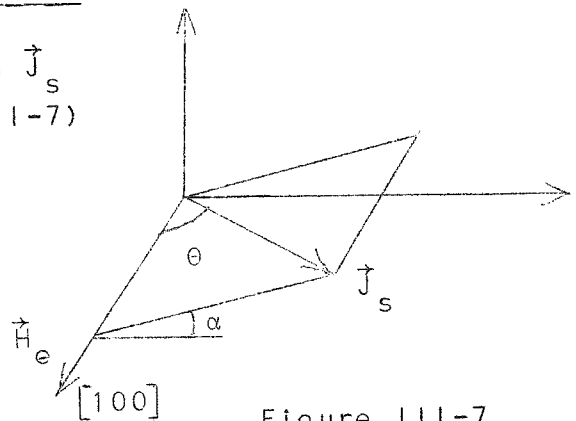


Figure III-7

Adoptons la notation simplifiée : $c = \cos \theta$
 $s = \sin \theta$

$$E_a = K_1(s^2 c^2 + \frac{s^4}{4} \sin^2 2\alpha) + \frac{K_2}{4} s^4 c^2 \sin^2 2\alpha + K_3(\frac{s^4 c^4}{2}(2 - \sin^2 2\alpha) + \frac{s^8}{16} \sin^4 2\alpha) \quad (19)$$

On peut écrire E_a sous la forme (13) ; au voisinage de la saturation, en conservant le premier terme en θ ; on obtient :

$$E_a \xrightarrow{\theta \rightarrow 0} A(K_i, \theta) + \sin^2 2\alpha [K_1 + K_2 - 2K_3] \frac{\theta^4}{4}.$$

Le minimum de E_a sera réalisé dans les conditions suivantes :

$$K_1 + K_2 - 2K_3 < 0 \quad \sin^2 2\alpha \text{ maximum ou } \alpha = \frac{\pi}{4} \quad \text{plan de rotation (111, 100)}$$

$$K_1 + K_2 - 2K_3 > 0 \quad \sin^2 2\alpha \text{ minimum ou } \alpha = 0 \quad \text{plan de rotation (110, 100)}.$$

La condition de changement de plan de rotation s'écrit donc (K_1 étant négatif) :

$$\frac{K_2}{K_1} - \frac{2K_3}{K_1} + 1 < 0 \quad (20)$$

pour laquelle on a : $E_a(110, 100) < E_a(111, 100)$

Cette relation détermine dans le plan représenté figure III-5 une région où la condition d'apparition d'une transition de type II est remplie (voir figure III-8 et § III-5-4).

III-5-3 - Double transition

Une double transition interviendra si la condition (10) est remplie alors que (20) est déjà vérifiée ($\alpha=0$). L'expression de E_a (19) se réduit alors à :

$$E_a = K_1 s^2 c^2 + K_3 s^4 c^4$$

$$\text{D'où : } \frac{d^2 E_a}{dc^2} \xrightarrow{\theta \rightarrow 0} -4K_1 + 8K_3.$$

La condition (10) s'écrit :

$$\frac{d^2 E_a}{dc^2} + NJ_s^2 = -4K_1 + 8K_3 + NJ_s^2 < 0$$

soit, avec $K_1 < 0$:

$$\frac{K_3}{K_1} - \frac{1}{2} + \frac{NJ_s^2}{8K_1} > 0 \quad (21)$$

Cette relation associée à la relation (20) détermine dans le plan $(\frac{K_2}{K_1}, \frac{K_3}{K_1})$, une zone où les conditions d'apparition d'une transition de type II suivie d'une transition de type I sont remplies (voir figure III-8 et § III-5-4).

III-5-4 - Résumé

Le tableau I rappelle les différentes relations qui viennent d'être établies dans le cas où on a :

$$H_e // 100$$

$$K_1 < 0$$

$|111|$ axe facile.

T A B L E A U I

$K_1 < 0$		$H_e // 100 $
$[111]$ axe facile	$E_{111} < E_{100}$	$\frac{K_2}{K_1} + \frac{K_3}{K_1} + 9 > 0$ (6)
	$E_{111} < E_{110}$	$\frac{K_2}{K_1} - \frac{11}{16} \frac{K_3}{K_1} + \frac{9}{4} > 0$ (7)
Transition de type I	$\frac{d^2 E_a}{d \cos^2 \theta} + N J_s^2$ (10)	$\frac{K_2}{K_1} + \frac{2K_3}{K_1} - 4 + \frac{N J_s^2}{2K_1} > 0$ (18)
Transition de type II	$E_a(110, 100) < E_a(111, 100)$ (12)	$\frac{K_2}{K_1} - \frac{2K_3}{K_1} + 1 < 0$ (20)
Double transition	(12) + (10)	$\frac{K_2}{K_1} - \frac{2K_3}{K_1} + 1 < 0$ (20) $\frac{K_3}{K_1} - \frac{1}{2} + \frac{N J_s^2}{8K_1} > 0$ (21)

Ces relations déterminent dans le plan $(K_2/K_1, K_3/K_1)$ (figure III-8) différentes zones où intervient l'un des mécanismes suivants :

- a - mécanisme de rotation normal $|111| \rightarrow |100|$,
- b - transition de type I,
- c - transition de type II avec changement de plan de rotation,
- d - double transition.

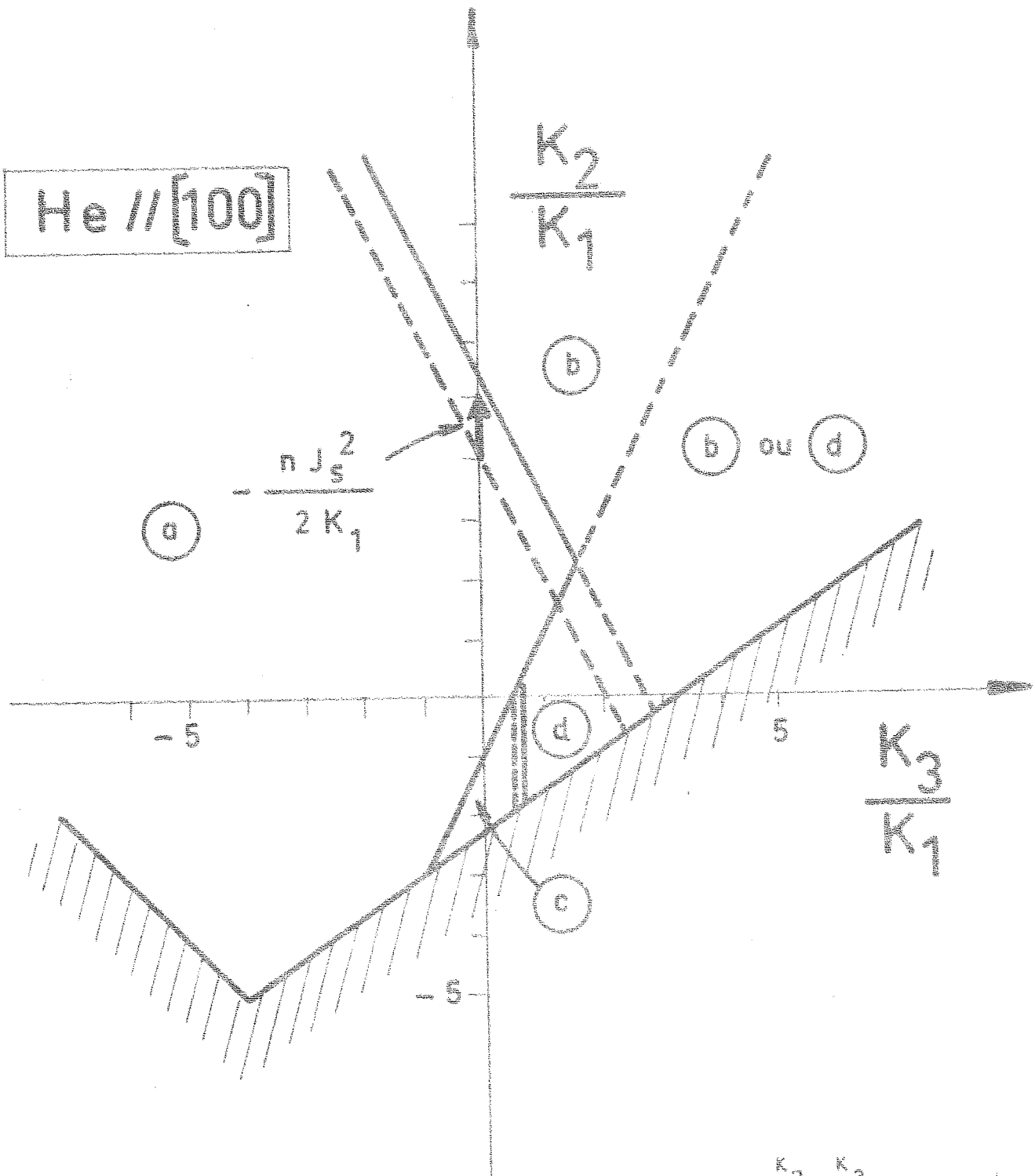


Figure III-6 : représentation dans le plan $(\frac{K_2}{K_1}, \frac{K_3}{K_1})$ des conditions d'existence de transitions du 1er ordre avec $K_1 < 0$ et $H_0 // [100]$

- (a) - mécanisme de rotation normal
- (b) - transition de type I
- (c) - transition de type II
- (d) - double transition.

111-6 - CHAMP APPLIQUE SUIVANT $[111]$

Dans les limites de cette étude (§ 111-4), si K_1 est négatif, $[111]$ est direction de facile aimantation : il n'y a pas à rechercher de transition. Nous nous plaçons donc dans le cas où K_1 est positif et $[100]$ direction facile.

111-6-1 - Transition de type I [001]

Si $\vec{J}_s$ se déplace dans le plan $(001, 111)$, ses cosinus directeurs sont (figure 111-9)

$$\alpha_1 = \alpha_2 = \sin(\theta_0 - \theta)/\sqrt{2} \quad (22)$$

$$\alpha_3 = \cos(\theta_0 - \theta)$$

L'angle θ_0 est déterminé par les relations

$$\begin{cases} \cos \theta_0 = \frac{1}{\sqrt{3}} \\ \sin \theta_0 = \frac{\sqrt{2}}{\sqrt{3}} \end{cases} \quad \begin{cases} \cos 2\theta_0 = -\frac{1}{3} \\ \sin 2\theta_0 = \frac{2\sqrt{2}}{3} \end{cases} \quad (23)$$

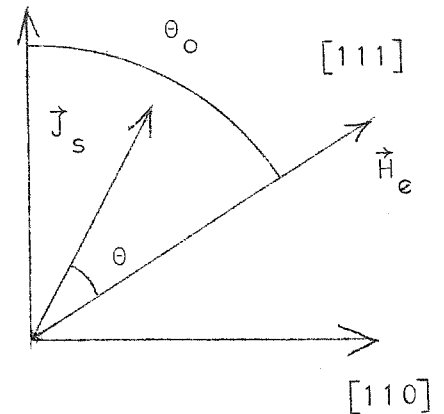


Figure 111.9

L'énergie d'anisotropie (1) prend la forme :

$$\begin{aligned} E_a = & K_1 \left(\frac{\sin^4(\theta_0 - \theta)}{4} + \sin^2(\theta_0 - \theta) \cos^2(\theta_0 - \theta) \right. \\ & + \frac{K_2}{4} \sin^4(\theta_0 - \theta) \cos^2(\theta_0 - \theta) \\ & \left. + K_3 \left[\frac{\sin^8(\theta_0 - \theta)}{16} + \frac{\sin^4(\theta_0 - \theta) \cos^4(\theta_0 - \theta)}{2} \right] \right) \quad (24) \end{aligned}$$

Ecrivons E_a en fonction de $\cos(\theta_0 - \theta) = c$

$$E_a = \frac{K_1}{4} (1 + 2c^2 - 3c^4) + \frac{K_2}{4} (c^2 - 2c^4 + c^6) + \frac{K_3}{16} (1 - 4c^2 + 14c^4 - 20c^6 + 9c^8) \quad (25)$$

d'où :

$$\frac{dE_a}{d \cos(\theta_0 - \theta)} = \frac{dE_a}{dc} = K_1 (c - 3c^3) + \frac{K_2}{2} (c - 4c^3 + 3c^5) + \frac{K_3}{2} (-c + 7c^3 - 15c^5 + 9c^7) \quad (26)$$

On remarque que les expressions (24), (25), et (26) sont identiques à (14), (15) et (16) si on remplace $(\theta_o - \theta)$ par θ . (26) devient :

$$\frac{dE_a}{d \cos(\theta_o - \theta)} = -K_1 c(3c^2 - 1) - K_2 c\left(\frac{1-c^2}{2}\right)(3c^2 - 1) - K_3 c\left(\frac{1-c^2}{2}\right)(3c^2 - 1)^2 \quad (27)$$

Par suite :

$$\begin{aligned} \frac{dE_a}{d \cos \theta} &= \frac{dE_a}{d \cos(\theta_o - \theta)} \times \left(- \frac{\sin(\theta_o - \theta)}{\sin \theta} \right) \\ &= \sin(\theta_o - \theta) \cos(\theta_o - \theta) \left(\frac{3 \cos^2(\theta_o - \theta) - 1}{\sin \theta} \right) \left[K_1 + K_2 \frac{\sin^2(\theta_o - \theta)}{2} \right. \\ &\quad \left. + K_3 \frac{\sin^2(\theta_o - \theta)}{2} (3 \cos^2(\theta_o - \theta) - 1) \right] \quad (28) \end{aligned}$$

Cette expression est indéterminée au voisinage de la saturation ($\theta \rightarrow 0$) en raison du facteur $\frac{3 \cos^2(\theta_o - \theta) - 1}{\sin \theta}$.

Or on peut montrer que $3 \cos^2(\theta_o - \theta) - 1 = 3 \sin \theta \sin(2\theta_o - \theta)$

La relation 9 s'écrit alors :

$$\begin{aligned} \frac{dE_a}{d \cos \theta} = J_s H_i_{100 \rightarrow 111} &= \frac{3}{2} \sin(2\theta_o - 2\theta) \sin(2\theta_o - \theta) \left[K_1 + \frac{K_2}{2} \sin^2(\theta_o - \theta) \right. \\ &\quad \left. + \frac{3K_3}{2} \sin \theta \sin^2(\theta_o - \theta) \sin(2\theta_o - \theta) \right] \quad (29) \end{aligned}$$

N.B. : A partir de cette relation, les constantes d'anisotropie K_1, K_2, K_3 peuvent être déterminées au moyen d'une méthode de moindres carrés, en utilisant les données expérimentales H_i et $\theta = \arcsin J/J_s$ ($\theta_o = \arcsin 1/\sqrt{3}$).

Pour déterminer $\frac{d^2 E_a}{d \cos^2 \theta}$ dans la relation (10), on peut considérer que (29) s'écrit sous la forme :

$$\frac{dE_a}{d \cos \theta} = A \times B,$$

$$d'où : \frac{d^2 E_a}{d \cos^2 \theta} = \frac{d}{d\theta} \left(\frac{dE_a}{d \cos \theta} \right) \frac{d\theta}{d \cos \theta}$$

$$\frac{d^2 E_a}{d \cos^2 \theta} = \left(\frac{dA}{d\theta} \cdot B + A \cdot \frac{dB}{d\theta} \right) \left(-\frac{1}{\sin \theta} \right) \quad (30)$$

Calculons la limite des expressions A , $\frac{dA}{d\theta}$, B , $\frac{dB}{d\theta}$, lorsque $\theta \rightarrow 0$, tenant compte des relations (23) :

$$\begin{cases} A = \frac{3}{2} \sin(2\theta_0 - 2\theta) \sin(2\theta_0 - \theta) \\ A \xrightarrow{\theta \rightarrow 0} \frac{3}{2} (\sin 2\theta_0)^2 = \frac{4}{3} \end{cases} \quad (31)$$

$$\begin{cases} \frac{dA}{d\theta} = -3 \cos(2\theta_0 - 2\theta) \sin(2\theta_0 - \theta) - \frac{3}{2} \sin(2\theta_0 - 2\theta) \cos(2\theta_0 - \theta) \\ \frac{dA}{d\theta} \xrightarrow{\theta \rightarrow 0} -\frac{9}{2} \cos 2\theta_0 \sin 2\theta_0 = \sqrt{2} \end{cases} \quad (32)$$

$$\begin{cases} B = K_1 + \frac{K_2}{2} \sin^2(\theta_0 - \theta) + \frac{3K_3}{2} \sin \theta \sin^2(\theta_0 - \theta) \sin(2\theta_0 - \theta) \\ B \xrightarrow{\theta \rightarrow 0} K_1 + \frac{K_2}{2} \sin^2 \theta_0 = K_1 + \frac{K_2}{3} \end{cases} \quad (33)$$

$$\begin{cases} \frac{dB}{d\theta} = -K_2 \cos(\theta_0 - \theta) \sin(\theta_0 - \theta) + \frac{3K_3}{2} \cos \theta \sin^2(\theta_0 - \theta) \sin(2\theta_0 - \theta) \\ \quad + \frac{3K_3}{2} \sin \theta \frac{d}{d\theta} [\sin^2(\theta_0 - \theta) \sin(2\theta_0 - \theta)] \\ \frac{dB}{d\theta} \xrightarrow{\theta \rightarrow 0} -K_2 \cos \theta_0 \sin \theta_0 + \frac{3K_3}{2} \sin^2 \theta_0 \sin 2\theta_0 = -K_2 \frac{\sqrt{2}}{3} + K_3 \frac{2\sqrt{2}}{3} \end{cases} \quad (34)$$

Portons les valeurs (31), (32), (33), (34) dans (30) :

$$\frac{d^2 E_a}{d \cos^2 \theta} \xrightarrow{\theta \rightarrow 0} \frac{\sqrt{2} \left(K_1 + \frac{K_2}{3} \right) + \frac{4}{3} \left(-K_2 \frac{\sqrt{2}}{3} + K_3 \frac{2\sqrt{2}}{3} \right)}{-\sin \theta \rightarrow 0}$$

$$\frac{d^2 E_a}{d \cos^2 \theta} \xrightarrow{\theta \rightarrow 0} \frac{\sqrt{2}}{9} \frac{-9K_1 + K_2 - 8K_3}{\sin \theta \rightarrow 0} \rightarrow \pm \infty$$

D'après (10) une transition de type I interviendra si

$$\frac{d^2 E_a}{d \cos^2 \theta} + N J_s^2 < 0 \quad \theta \rightarrow 0$$

$$\text{c'est-à-dire : } -9K_1 + K_2 - 8K_3 < 0$$

ou

$$\frac{K_2}{K_1} - \frac{8K_3}{K_1} - 9 < 0$$

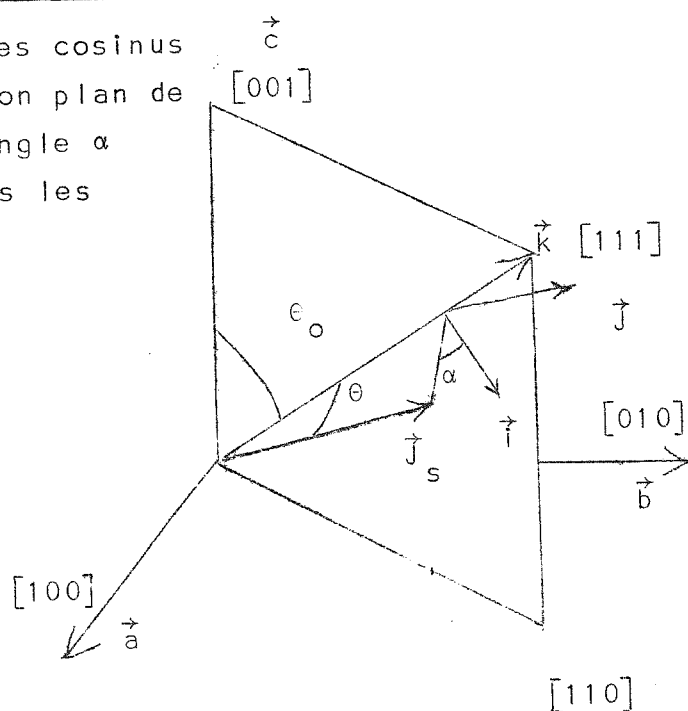
(35)

Cette inégalité détermine dans le plan représenté figure III-6 une région où la condition d'apparition d'une transition de type I est remplie (voir figure III-12 et § III-6-4).

III-6-2 - Transition de type II

Pour déterminer les cosinus directeurs de $\vec{J}_s$, lorsque son plan de rotation est repéré par l'angle α (figure III-10), considérons les deux repères :

$$\begin{bmatrix} \vec{a} // [100] \\ \vec{b} // [010] \\ \vec{c} // [001] \end{bmatrix} \quad \begin{bmatrix} \vec{i} // [11\bar{1}] \\ \vec{j} // [\bar{1}10] \\ \vec{k} // [111] \end{bmatrix}$$



Le changement de base s'écrit :

$$\begin{bmatrix} \vec{i} \\ \vec{j} \\ \vec{k} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{1}{\sqrt{6}} & \frac{1}{\sqrt{6}} & -\frac{\sqrt{2}}{\sqrt{3}} \\ -\frac{1}{\sqrt{2}} & \frac{1}{\sqrt{2}} & 0 \\ \frac{1}{\sqrt{3}} & \frac{1}{\sqrt{3}} & \frac{1}{\sqrt{3}} \end{bmatrix} \times \begin{bmatrix} \vec{a} \\ \vec{b} \\ \vec{c} \end{bmatrix}$$

Figure III.10

Dans le repère $(\vec{i}, \vec{j}, \vec{k})$; on a :

$$\vec{J}_s = \begin{vmatrix} \sin \theta \cos \alpha & \vec{i} \\ \sin \theta \sin \alpha & \vec{j} \\ \cos \theta & \vec{k} \end{vmatrix}$$

Dans le repère $(\vec{a}, \vec{b}, \vec{c})$, les cosinus directeurs de $\vec{J}_s$ seront :

$$\vec{J}_s \begin{cases} \alpha_1 = \frac{\sin\theta \cos\alpha}{\sqrt{6}} - \frac{\sin\theta \sin\alpha}{\sqrt{2}} + \frac{\cos\theta}{\sqrt{3}} = -\frac{\sqrt{2}}{\sqrt{3}} \sin\theta \cos(\alpha + \frac{4\pi}{3}) + \frac{\cos\theta}{\sqrt{3}} \\ \alpha_2 = \frac{\sin\theta \cos\alpha}{\sqrt{6}} + \frac{\sin\theta \sin\alpha}{\sqrt{2}} + \frac{\cos\theta}{\sqrt{3}} = -\frac{\sqrt{2}}{\sqrt{3}} \sin\theta \cos(\alpha + \frac{2\pi}{3}) + \frac{\cos\theta}{\sqrt{3}} \\ \alpha_3 = -\frac{\sqrt{2}}{\sqrt{3}} \sin\theta \cos\alpha + \frac{\cos\theta}{\sqrt{3}} \end{cases}$$

Nous écrirons l'énergie d'anisotropie sous la forme (2) :

$$E_a = K_1 s + (K_2 - 2K_3)p + K_3 s^2 \quad (2)$$

$$\text{avec } s = \sum \alpha_i^2 \alpha_j^2 \quad (3) \quad \text{et } p = \alpha_1^2 \alpha_2^2 \alpha_3^2 \quad (4)$$

Il est utile, pour cela, de déterminer les quantités suivantes :

$$- \alpha_1 + \alpha_2 + \alpha_3 = \frac{3 \cos\theta}{\sqrt{3}} = \sqrt{3} \cos\theta \quad (36)$$

$$- (\alpha_1 + \alpha_2 + \alpha_3)^2 = 1 + 2(\alpha_1 \alpha_2 + \alpha_2 \alpha_3 + \alpha_3 \alpha_1)$$

soit, tenant compte de (36) :

$$\alpha_1 \alpha_2 + \alpha_2 \alpha_3 + \alpha_3 \alpha_1 = \frac{3 \cos^2 \theta - 1}{2} \quad (37)$$

$$\begin{aligned} - (\alpha_1 \alpha_2 + \alpha_2 \alpha_3 + \alpha_3 \alpha_1)^2 &= \alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_3^2 \alpha_1^2 + 2\alpha_1^2 \alpha_2 \alpha_3 + 2\alpha_1 \alpha_2^2 \alpha_3 + 2\alpha_1 \alpha_2 \alpha_3^2 \\ &= \sum \alpha_i^2 \alpha_j^2 + 2\alpha_1 \alpha_2 \alpha_3 (\alpha_1 + \alpha_2 + \alpha_3) \end{aligned}$$

A partir de (36) et (37), l'expression s s'écrit :

$$s = \sum \alpha_i^2 \alpha_j^2 = \left(\frac{3 \cos^2 \theta - 1}{2} \right)^2 - 2\sqrt{3} \cos\theta \alpha_1 \alpha_2 \alpha_3$$

D'où l'énergie d'anisotropie :

$$E_a = K_1 \left[\left(\frac{3 \cos^2 \theta - 1}{2} \right)^2 - 2\sqrt{3} \cos \theta \alpha_1 \alpha_2 \alpha_3 \right] \\ + \left[K_2 - 2K_3 \right] \alpha_1^2 \alpha_2^2 \alpha_3^2 \\ + K_3 \left[\left(\frac{3 \cos^2 \theta - 1}{2} \right)^2 - 2\sqrt{3} \cos \theta \alpha_1 \alpha_2 \alpha_3 \right]^2$$

Pour déterminer le minimum de l'énergie près de la saturation, on peut mettre E_a sous la forme :

$$E_a \xrightarrow{\theta \rightarrow 0} A(K_i, \theta) + B(K_i, \theta, \alpha)$$

avec :

$$B(K_i, \theta, \alpha) = \alpha_1 \alpha_2 \alpha_3 \left[(K_2 + 10K_3) \alpha_1 \alpha_2 \alpha_3 - 2\sqrt{3} K_1 - 4\sqrt{3} K_3 \right] \quad (38)$$

Le produit $\alpha_1 \alpha_2 \alpha_3$ est fonction de l'orientation du plan de rotation de $\vec{J}_s$. On montre que $\frac{d(\alpha_1 \alpha_2 \alpha_3)}{d\alpha} = \frac{\sqrt{2}}{\sqrt{3}} \sin^5 \theta \sin 3\alpha$.

$\alpha_1 \alpha_2 \alpha_3$ présente donc deux extrema pour $\alpha = 0 \pmod{\frac{2\pi}{3}}$
et pour $\alpha = \frac{\pi}{3} \pmod{\frac{2\pi}{3}}$,

ils sont tels que $(\alpha_1 \alpha_2 \alpha_3)_{\alpha=0} < (\alpha_1 \alpha_2 \alpha_3)_{\alpha=\pi/3}$.

- Pour $\alpha_1 \alpha_2 \alpha_3 < \frac{2\sqrt{3} K_1 + 4\sqrt{3} K_3}{K_2 + 10K_3}$, $B(K_i, \theta, \alpha)$ est négatif alors

$|B(K_i, \theta, \alpha)|$ doit être maximum ; cette condition entraîne $\alpha = \frac{\pi}{3}$.

Pour $\alpha = \frac{\pi}{3}$, le plan de rotation (100, 111) contient la direction facile : le mécanisme de rotation est normal dans ces conditions.

- Pour $\alpha_1 \alpha_2 \alpha_3 > \frac{2\sqrt{3} K_1 + 4\sqrt{3} K_3}{K_2 + 10K_3}$, $B(K_i, \theta, \alpha)$ est positif et doit être minimum ; cette condition entraîne $\alpha = 0$. Pour $\alpha = 0$, le plan de rotation (110, 111), ne contient pas la direction facile, ce qui signifie qu'il y a alors changement de plan de rotation (transition de type II).

Comme $\alpha_1 \alpha_2 \alpha_3 \xrightarrow{\theta \rightarrow 0} \left(\frac{1}{\sqrt{3}}\right)^3$, la condition d'existence d'une telle transition s'écrit :

$$\left(\frac{1}{\sqrt{3}}\right)^3 > \frac{2\sqrt{3} K_1 + 4\sqrt{3} K_3}{K_2 + 10K_3}$$

soit :

$$\frac{K_2}{K_1} - \frac{26K_3}{K_1} - 18 > 0 \quad (39)$$

pour laquelle on a

$$E_{a(110,111)} < E_{a(100,111)}$$

Cette inégalité détermine dans le plan représenté figure III-6 une région où apparaît une transition de type II (voir figure III-12 et § III-6-4).

III-6-3 - Double transition

Une double transition interviendra si la condition (10) est remplie, alors que (39) est déjà vérifiée.

Si (39) est vérifiée, le plan de rotation ($\alpha=0$) contient l'axe $[110]$; il est clair, d'après les figures III-9 et III-11, que seul l'angle $\theta_0 - \theta$ est modifié en $\theta_0 + \theta$. Le raisonnement et les calculs effectués en § III-6-1 restent valables à condition de considérer que θ peut prendre une valeur négative.

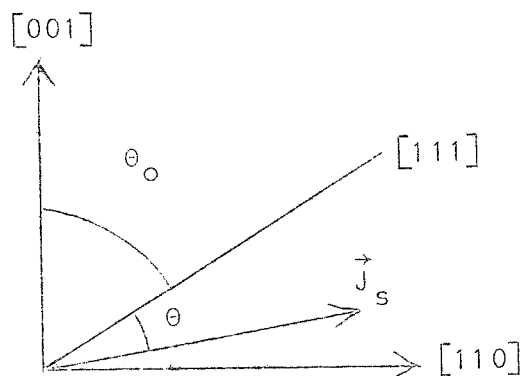


Figure III-11

C'est pourquoi, la condition (10) : $\frac{d^2 E_a}{d \cos^2 \theta} + N J_s^2 < 0$ $\theta \rightarrow 0$

s'exprime par la même relation qu'en (35) :

$$\frac{K_2}{K_1} - \frac{8K_3}{K_1} - 9 < 0 \quad (40)$$

Cette relation détermine dans la zone du plan $\left(\frac{K_2}{K_1}, \frac{K_3}{K_1}\right)$ où (39) est vérifié, une région où apparaît successivement une transition du type II suivie d'une transition du type I (voir figure III-12 et § III-6-4).

III-6-4 - Résumé

Le tableau II rappelle les différentes relations qui viennent d'être établies dans le cas où on a :

$$H_e // [111]$$

$$K_1 > 0$$

100 axe facile.

Ces relations déterminent dans le plan $(\frac{K_2}{K_1}, \frac{K_3}{K_1})$ (figure III-12) quatre zones où interviennent les mécanismes suivants :

- a - mécanisme de rotation normal $[100] \rightarrow [111]$
- b - transition de type I
- c - transition de type II avec changement de plan de rotation
- d - double transition.

TABLEAU II

$K_1 > 0$		$H_e // [111]$
[100] axe facile	$E_{100} < E_{111}$	$\frac{K_2}{K_1} + \frac{K_3}{K_1} + 9 < 0$ (6)
	$E_{100} < E_{110}$	$\frac{K_3}{K_1} + 4 > 0$ (5)
Transition de type I	$\frac{d^2 E_a}{d \cos^2 \theta} + N J_s^2 < 0$ (10)	$\frac{K_2}{K_1} - \frac{8K_3}{K_1} - 9 < 0$ (35)
Transition de type II	$E_{a(110,111)} < E_{a(100,111)}$ (12)	$\frac{K_2}{K_1} - \frac{26K_3}{K_1} - 18 > 0$ (39)
Double transition	(12) + (10)	$\frac{K_2}{K_1} - \frac{26K_3}{K_1} - 18 > 0$ (39) $\frac{K_2}{K_1} - \frac{8K_3}{K_1} - 9 < 0$ (40)

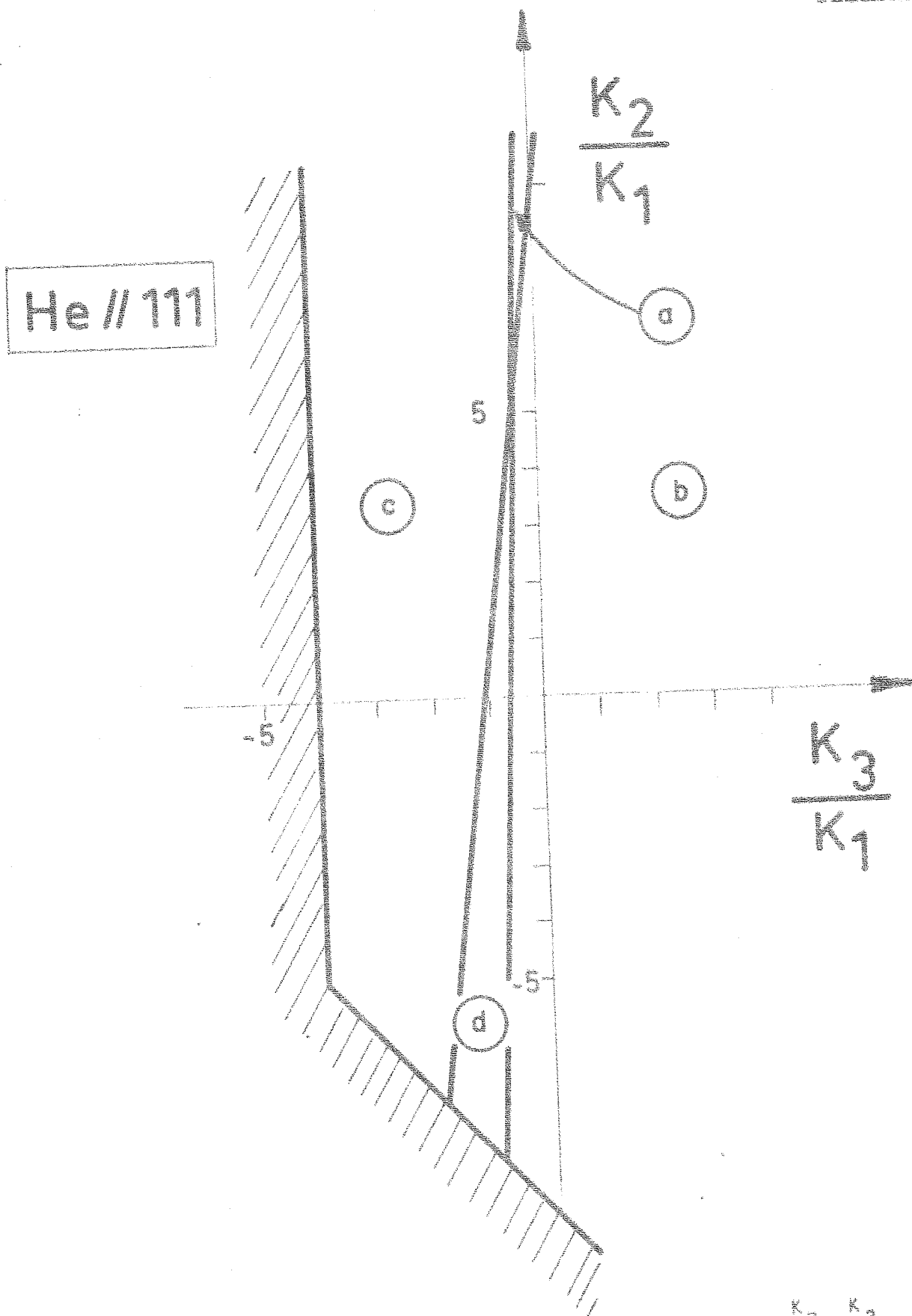


Figure III-12 : Représentation dans le plan $(\frac{K_2}{K_1}, \frac{K_3}{K_1})$ des conditions d'existence de transitions du 1er ordre avec $K_1 > 0$ et $H_0 // [111]$

- (a) - mécanisme de rotation normal
- (b) - transition de type I
- (c) - transition de type II
- (d) - double transition

111-7 - CHAMP APPLIQUE SUIVANT $[110]$

111-7-1 - Transition de type I

$$a - K_1 < 0$$

Dans les limites de cette étude (§ 111-4), avec $K_1 < 0$, $[111]$ est direction facile. Si $\vec{J}_s$ se déplace dans le plan $(111, 110)$ ses cosinus directeurs sont :

$$\begin{cases} \alpha_1 = \alpha_2 = \frac{\cos \theta}{\sqrt{2}} \\ \alpha_3 = \sin \theta \end{cases}$$

L'énergie d'anisotropie s'écrit :

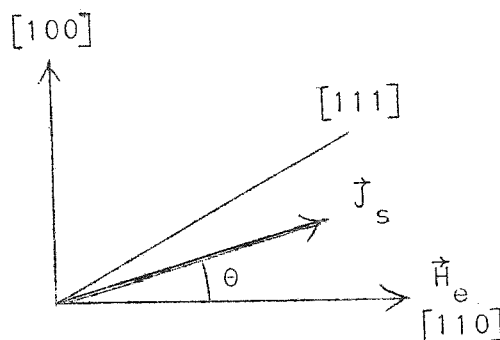


Figure 111-13

$$E_a = K_1 \left(\frac{\cos^4 \theta}{4} + \sin^2 \theta \cos^2 \theta \right) + \frac{K_2}{4} \sin^2 \theta \cos^4 \theta + K_3 \left(\frac{\cos^8 \theta}{16} + \frac{\sin^4 \theta \cos^4 \theta}{2} \right) \quad (41)$$

ou, en fonction de $\cos \theta = c$:

$$E_a = \frac{K_1}{4} (4c^2 - 3c^4) + \frac{K_2}{4} (c^4 - c^6) + \frac{K_3}{16} (8c^4 - 15c^6 + 9c^8) \quad (42)$$

d'où :

$$\frac{dE_a}{d \cos \theta} = \frac{dE_a}{dc} = K_1 (2c - 3c^3) + \frac{K_2}{2} (2c^3 - 3c^5) + \frac{K_3}{2} (4c^3 - 12c^5 + 9c^7) \quad (43)$$

D'après la relation (9), le champ interne est donné par :

$$H_{i_{111 \rightarrow 110}} = \frac{1}{J_s} \frac{dE_a}{dc} = - \frac{K_1}{J_s} c (3c^2 - 2) - \frac{K_2}{J_s} \frac{c^3}{2} (3c^2 - 2) - \frac{K_3}{J_s} \frac{c^3}{2} (3c^2 - 2)^2 \quad (44)$$

N.B. : Cette relation permet de déterminer les constantes K_1 , K_2 , K_3 , à partir des données expérimentales H_i et $c = \cos \theta = \frac{J}{J_s}$, au moyen d'une méthode de moindres carrés.

De (43) on tire :

$$\frac{d^2 E_a}{dc^2} = K_1 (2 - 9c^2) + \frac{K_2}{2} (6c^2 - 15c^4) + \frac{K_3}{2} (12c^2 - 60c^4 + 63c^6)$$

Lorsque $\theta \rightarrow 0$, $c \rightarrow 1$ et $\frac{d^2 E_a}{dc^2} \xrightarrow{\theta \rightarrow 0} -7K_1 - \frac{9}{2} K_2 + \frac{15}{2} K_3$

La condition (10) s'écrit :

$$-7K_1 - \frac{9}{2} K_2 + \frac{15}{2} K_3 + NJ_s^2 < 0,$$

soit, puisque $K_1 < 0$:

$$\boxed{\frac{9K_2}{K_1} - \frac{15K_3}{K_1} + 14 - \frac{2NJ_s^2}{K_1} < 0} \quad (45)$$

Cette inégalité détermine dans le plan représenté figure III-5 une région où la condition d'apparition d'une transition de type I est remplie (voir figure III-16 et § III-7-4).

b - $K_1 > 0$

Dans les limites de cette étude (§ III-4), avec $K_1 > 0$, [100] est direction facile. Si $\vec{J}_s$ se déplace dans le plan (100, 110), ses cosinus directeurs sont :

$$\alpha_1 = \cos\left(\frac{\pi}{4} - \theta\right) = \frac{\cos\theta + \sin\theta}{2}$$

$$\alpha_2 = \sin\left(\frac{\pi}{4} - \theta\right) = \frac{\cos\theta - \sin\theta}{2}$$

$$\alpha_3 = 0$$

L'énergie d'anisotropie (1) s'écrit :

$$E_a = K_1 \alpha_1^2 \alpha_2^2 + K_3 \alpha_1^4 \alpha_2^4$$

soit :

$$E_a = \frac{K_1}{4} (2 \cos^2 \theta - 1)^2 + \frac{K_3}{16} (2 \cos^2 \theta - 1)^4 \quad (46)$$

et

$$\frac{dE_a}{d \cos \theta} = 2K_1 \cos \theta (2 \cos^2 \theta - 1) + K_3 \cos \theta (2 \cos^2 \theta - 1)^3 \quad (47)$$

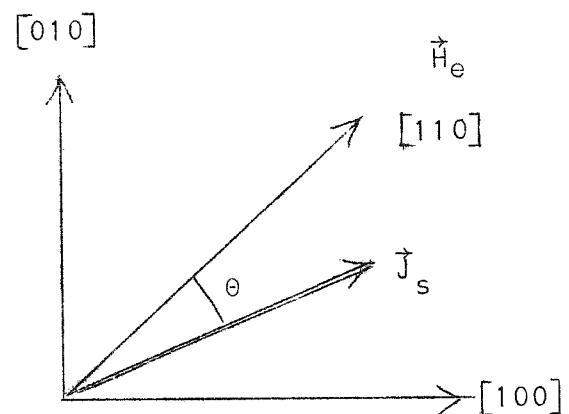


Figure III-14

Le champ interne est donné par (9) :

$$H_{i_{100 \rightarrow 110}} = \frac{1}{J_s} \frac{dE_a}{d \cos \theta} = \frac{2K_1}{J_s} \cos \theta (2 \cos^2 \theta - 1) + \frac{K_3}{J_s} \cos \theta (2 \cos^2 \theta - 1)^3$$

(48)

N.B. : Cette relation permet de déterminer les constantes K_1 et K_3 à partir des données expérimentales H_i et $\cos \theta = J/J_s$, au moyen d'une méthode de moindres carrés.

De (48), on tire :

$$\frac{d^2 E_a}{d \cos^2 \theta} = 2K_1 (6 \cos^2 \theta - 1) + K_3 (2 \cos^2 \theta - 1)^2 (14 \cos^2 \theta - 1)$$

Lorsque $\theta \rightarrow 0$, alors

$$\frac{d^2 E_a}{d \cos^2 \theta} \xrightarrow{\theta \rightarrow 0} 10K_1 + 13K_3$$

La condition (10) s'écrit :

$$10K_1 + 13K_3 + NJ_s^2 < 0$$

soit :

$$\frac{K_3}{K_1} + \frac{10}{13} + \frac{NJ_s^2}{13K_1} < 0$$

(49)

Cette inégalité détermine dans le plan représenté figure III-6 une région où la condition d'apparition d'une transition de type I est remplie (voir figure III-17, et § III-7-4).

III-7-2 - Transition de type II

Afin de déterminer les cosinus directeurs de $\vec{J}_s$ lorsque son plan de rotation est déterminé par l'angle α (figure III-15), considérons les deux repères :

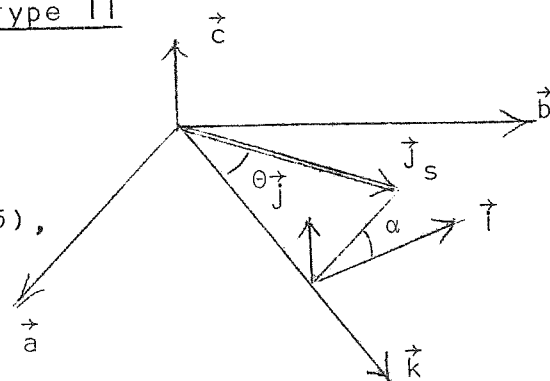


Figure III-15

$$\begin{cases} \vec{a} // [100] \\ \vec{b} // [010] \\ \vec{c} // [001] \end{cases} \quad \begin{cases} \vec{i} // [\bar{1}10] \\ \vec{j} // [001] \\ \vec{k} // [110] \end{cases}$$

Le changement de base s'écrit :

$$\begin{pmatrix} \vec{i} \\ \vec{j} \\ \vec{k} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} -\frac{1}{\sqrt{2}} & \frac{1}{\sqrt{2}} & 0 \\ 0 & 0 & 1 \\ \frac{1}{\sqrt{2}} & \frac{1}{\sqrt{2}} & 0 \end{pmatrix} \times \begin{pmatrix} \vec{a} \\ \vec{b} \\ \vec{c} \end{pmatrix}$$

Dans le repère $(\vec{i} \vec{j} \vec{k})$, on a :

$$\vec{j}_s \begin{cases} \sin \theta \cos \alpha \\ \sin \theta \sin \alpha \\ \cos \theta \end{cases}$$

Dans le repère $(\vec{a} \vec{b} \vec{c})$, les cosinus directeurs de $\vec{j}_s$ sont

$$\begin{cases} \alpha_1 = -\frac{\sin \theta \cos \alpha}{\sqrt{2}} + \frac{\cos \theta}{\sqrt{2}} \\ \alpha_2 = \frac{\sin \theta \cos \alpha}{\sqrt{2}} + \frac{\cos \theta}{\sqrt{2}} \\ \alpha_3 = \sin \theta \sin \alpha \end{cases}$$

Ecrivons l'énergie d'anisotropie sous la forme (2) :

$$E_a = K_1 s + (K_2 - 2K_3)p + K_3 s^2 \quad (50)$$

et développons s et p au voisinage de $\theta = 0$ en ne conservant que les termes en θ^2 .

$$s = \alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_3^2 \alpha_1^2$$

$$\alpha_1^2 \alpha_2^2 = \frac{1}{4} (\cos^2 \theta - \sin^2 \theta \cos^2 \alpha)^2 \rightarrow \frac{1}{4} - \theta^2 + \frac{\theta^2}{2} \sin^2 \alpha$$

$$\alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_3^2 \alpha_1^2 = \alpha_3^2 (\alpha_2^2 + \alpha_1^2)$$

$$= \sin^2 \theta \sin^2 \alpha (\cos^2 \theta + \sin^2 \theta \cos^2 \alpha) \rightarrow \theta^2 \sin^2 \alpha$$

d'où :

$$s \rightarrow \frac{1}{4} + \theta^2 \left(\frac{3}{2} \sin^2 \alpha - 1 \right) \quad (51)$$

et

$$s^2 \rightarrow \frac{1}{16} + \frac{\theta^2}{2} \left(\frac{3}{2} \sin^2 \alpha - 1 \right) \quad (52)$$

de même :

$$\alpha_1 \alpha_2 \alpha_3 = (\cos^2 \theta - \sin^2 \theta \cos^2 \alpha) \frac{\sin \theta \sin \alpha}{2} \rightarrow \frac{\theta \sin \alpha}{2}$$

d'où :

$$p = (\alpha_1 \alpha_2 \alpha_3)^2 \rightarrow \frac{\theta^2 \sin^2 \alpha}{4} \quad (53)$$

L'énergie (50) s'écrit, à partir de (51), (52), (53) :

$$\begin{aligned} E_a \rightarrow & K_1 \left[\frac{1}{4} + \theta^2 \left(\frac{3}{2} \sin^2 \alpha - 1 \right) \right] \\ & + (K_2 - 2K_3) \theta^2 \frac{\sin^2 \alpha}{4} \\ & + K_3 \left[\frac{1}{16} + \frac{\theta^2}{2} \left(\frac{3}{2} \sin^2 \alpha - 1 \right) \right] \end{aligned}$$

soit :

$$E_a \rightarrow \frac{K_1}{4} + \frac{K_3}{16} - (K_1 + \frac{K_3}{2}) \theta^2 + \sin^2 \alpha \left[6K_1 + K_2 + K_3 \right] \frac{\theta^2}{4}$$

Le minimum de E_a sera réalisé

$$\text{pour } \alpha = 0 \quad \text{si} \quad 6K_1 + K_2 + K_3 > 0$$

$$\text{pour } \alpha = \frac{\pi}{2} \quad \text{si} \quad 6K_1 + K_2 + K_3 < 0$$

en fonction du signe de K_1 , on a :

$K_1 < 0$

Relation	α	Plan de rotation	mécanisme
$\frac{K_2}{K_1} + \frac{K_3}{K_1} + 6 > 0$	$\alpha = \frac{\pi}{2}$	(111, 110)	normal
$\frac{K_2}{K_1} + \frac{K_3}{K_1} + 6 < 0$ (54)	$\alpha = 0$	(100, 110)	transition type II

$$K_1 > 0$$

Relation	α	Plan de rotation	Mécanisme
$\frac{K_2}{K_1} + \frac{K_3}{K_1} + 6 > 0$	$\alpha = 0$	(100, 110)	normal
$\frac{K_2}{K_1} + \frac{K_3}{K_1} + 6 < 0$ (55)	$\alpha = \frac{\pi}{2}$	(111, 110)	transition type II

Les relations (54) et (55) déterminent dans le plan $(\frac{K_2}{K_1}, \frac{K_3}{K_1})$ une région où apparaît une transition de type II, (voir figures III-16 et III-17 et § III-7-4).

III-7-3 - Double transition

D'après (54) et (55), les transitions du type II n'apparaissent que pour des valeurs élevées de $\frac{K_2}{K_1}$ et $\frac{K_3}{K_1}$; considérant ces valeurs comme improbables, nous ne nous intéresserons pas à l'éventualité d'apparition d'une double transition.

III-7-4 - Résumé

Les tableaux III et IV rappellent les différentes relations qui viennent d'être établies dans le cas où H_e est orienté suivant $|110|$.

Ces relations déterminent dans le plan $(\frac{K_2}{K_1}, \frac{K_3}{K_1})$ (figure III-16 pour $K_1 < 0$, figure III-17 pour $K_1 > 0$), différentes zones où on a :

- a - mécanisme de rotation normal $\left[\begin{array}{l} \text{dans le plan (111,110) si } K_1 < 0 \\ \text{dans le plan (100,110) si } K_1 > 0 \end{array} \right.$
- b - transition de type I
- c - transition de type II.

TABLEAU III

$K_1 < 0$ $H_e // [110]$		
111 axe facile	$E_{111} < E_{100}$	$\frac{K_2}{K_1} + \frac{K_3}{K_1} + 9 > 0$ (6)
	$E_{111} < E_{110}$	$\frac{K_2}{K_1} - \frac{11}{16} \frac{K_3}{K_1} + \frac{9}{4} > 0$ (7)
transition de type I	$\frac{d^2 E_a}{d \cos^2 \theta} + NJ_s^2 < 0$ (10)	$\frac{9K_2}{K_1} - \frac{15K_3}{K_1} + 14 - \frac{2NJ_s^2}{K_1} < 0$ (45)
transition de type II	$E_{a(100,110)} < E_{a(111,110)}$ (12)	$\frac{K_2}{K_1} + \frac{K_3}{K_1} + 6 < 0$ (54)

TABLEAU IV

$K_1 > 0$ $H_e // [110]$		
100 axe facile	$E_{100} < E_{111}$	$\frac{K_2}{K_1} + \frac{K_3}{K_1} + 9 > 0$ (6)
	$E_{100} < E_{110}$	$\frac{K_3}{K_1} + 4 > 0$ (5)
transition de type I	$\frac{d^2 E_a}{d \cos^2 \theta} + NJ_s^2 < 0$ (10)	$\frac{K_3}{K_1} + \frac{10}{13} + \frac{NJ_s^2}{13K_1} < 0$ (49)
transition de type II	$E_{a(111,110)} < E_{a(100,110)}$ (12)	$\frac{K_2}{K_1} + \frac{K_3}{K_1} + 6 < 0$ (55)

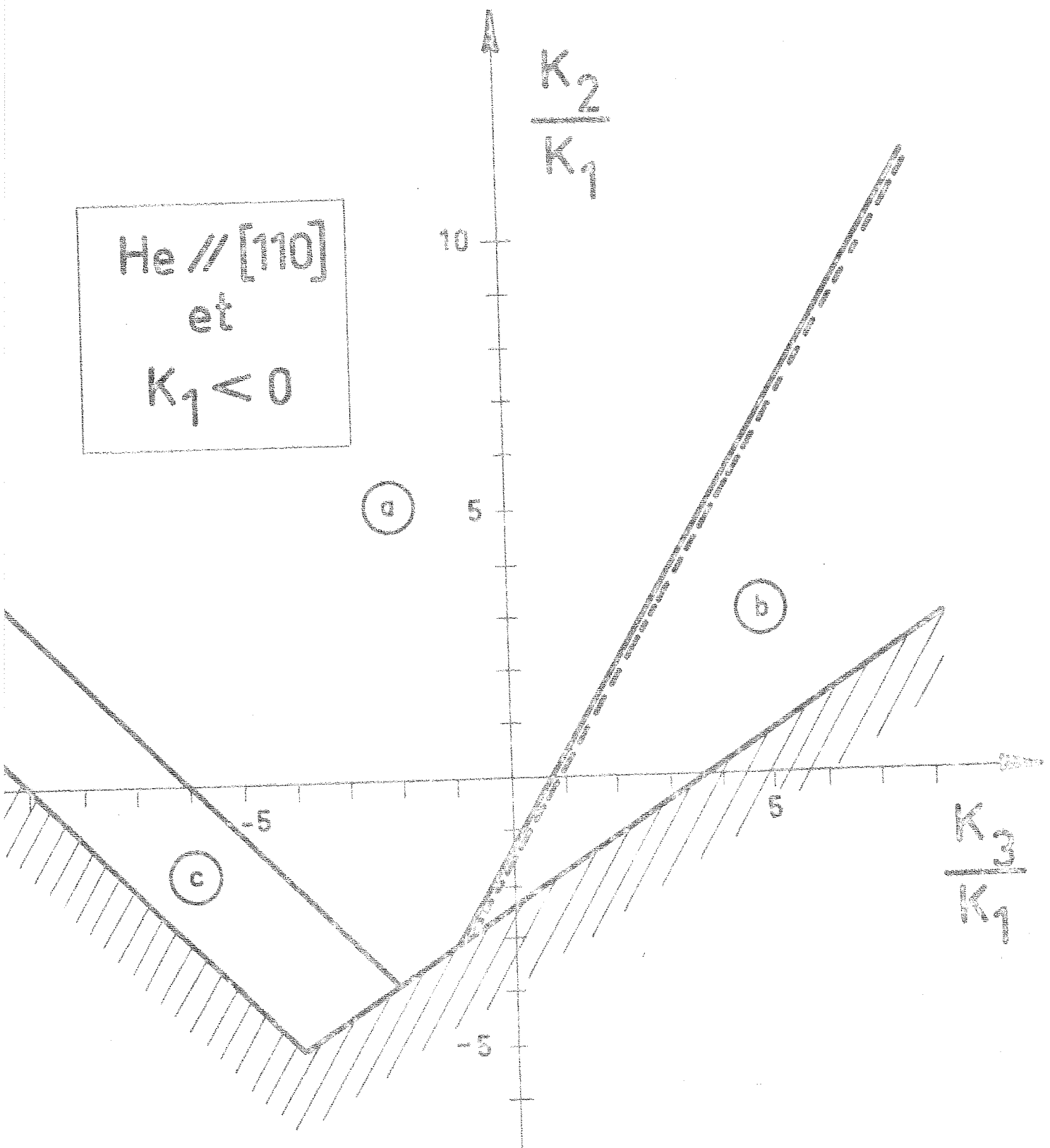


Figure III-16 : Représentation dans le plan $(\frac{K_2}{K_1}, \frac{K_3}{K_1})$ des conditions d'existence de transitions du 1er ordre avec

$$K_1 < 0 \text{ et } H_e // [110]$$

- (a) - mécanisme de rotation normal
- (b) - transition de type I
- (c) - transition de type II

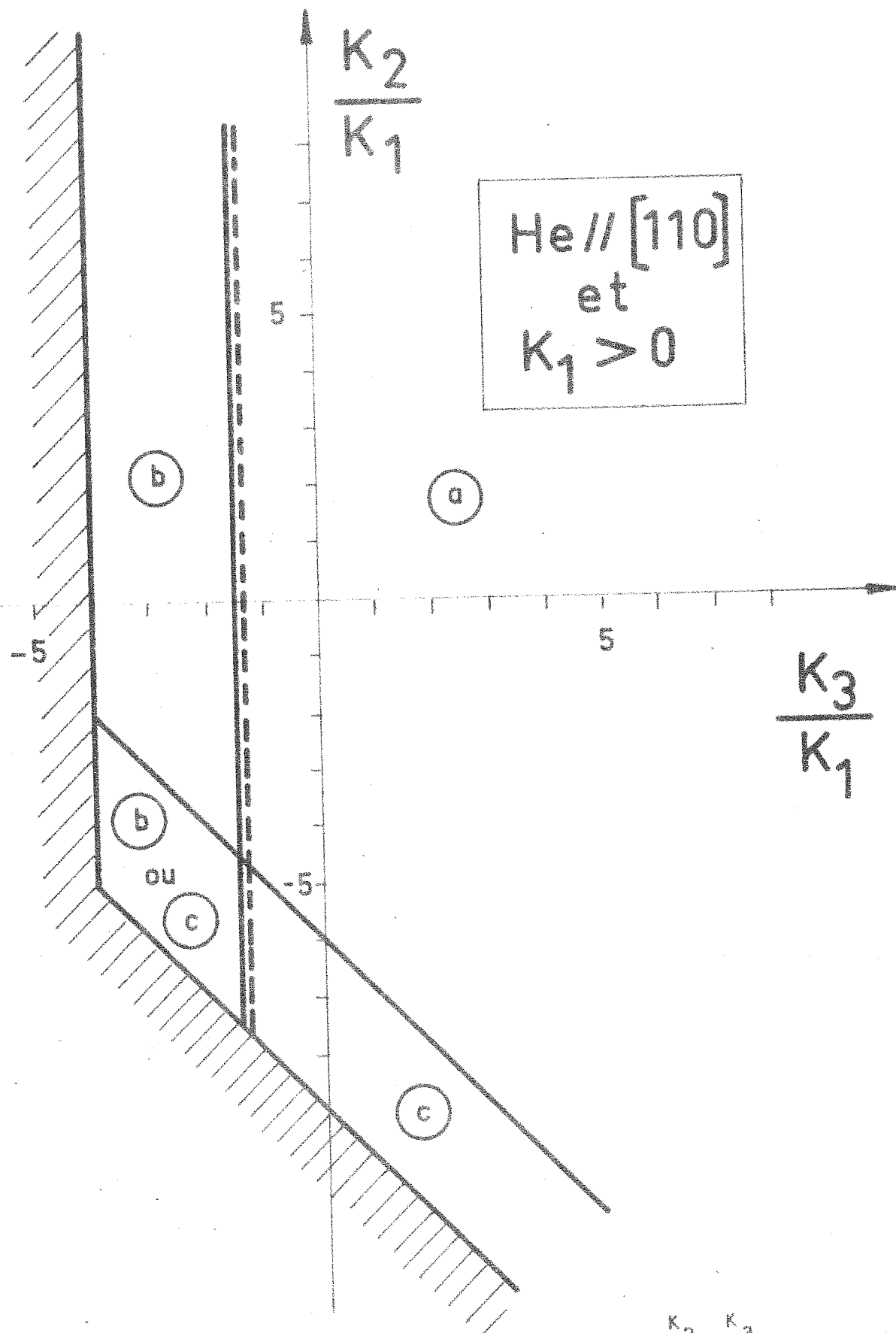


Figure III-17 : Représentation dans le plan $(\frac{K_2}{K_1}, \frac{K_3}{K_1})$ des conditions d'existence de transitions du 1er ordre avec $K_1 > 0$ et $H_e // [110]$

- (a) - mécanisme de rotation normal
- (b) - transition de type I
- (c) - transition de type II

TABLE DES MATIERES

	Pages
1 - <u>INTRODUCTION</u>	1
2 - <u>L'APPAREILLAGE</u>	3
2.1 - Le principe de la mesure de l'aimantation	3
2.1.1 - Les différentes méthodes de mesure par induction	3
2.1.2 - La méthode choisie	4
2.1.3 - La relation entre la variation de flux et le moment	5
2.2 - Le fluxmètre	6
2.3 - Le champ magnétique	9
2.3.1 - Les caractéristiques de la bobine supraconductrice	10
2.3.2 - La carte de champ	11
2.3.3 - L'étalonnage du champ	12
2.4 - L'influence de l'environnement supraconducteur sur la mesure des moments magnétiques par les méthodes d'induction	14
2.4.1 - Manifestation du phénomène	14
2.4.2 - Rappel sur les expériences de reptation de flux (flux-creep)	15
2.4.3 - L'analyse phénoménologique de la reptation du flux coïncidant avec la mesure du moment - Hypothèses	18
2.4.4 - La vérification des hypothèses	25
2.4.5 - Les conséquences	28
2.4.6 - Conclusion	31
2.5 - La bobine de mesure et l'extracteur	32
2.6 - L'automatisation	34
2.6.1 - le schéma général de l'installation	34
2.6.2 - Le programmeur	35
2.6.3 - L'organigramme	35

	Pages
3 - <u>LES METAUX 3d : FER, NICKEL, COBALT</u>	36
3.1 - Les échantillons	36
3.2 - Le champ démagnétisant et la densité des monocristaux	36
3.3 - L'anisotropie magnétocristalline	37
3.4 - L'approche à la saturation et la susceptibilité superposée	38
3.5 - L'aimantation à saturation et l'anisotropie de l'aimantation	45
4 - <u>LA SUSCEPTIBILITE DES METAUX 3d</u>	47
4.1 - Susceptibilité d'un métal paramagnétique à 0 K	47
4.1.1 - 1er terme	49
4.1.2 - 2e terme	51
4.1.3 - 3e terme	52
4.2 - Susceptibilité d'un métal ferromagnétique à 0 K	57
4.2.1 - Le diamagnétisme des couches complètes	57
4.2.2 - La susceptibilité de Pauli et le diamagnétisme de Landau	57
4.2.3 - La susceptibilité orbitale des électrons 3d	58
4.2.4 - La susceptibilité de Pauli des électrons 3d	59
4.3 - Les résultats expérimentaux	62
4.3.1 - Les mesures antérieures	62
4.3.2 - Le diamagnétisme des couches complètes et la susceptibilité des électrons 4s	63
4.3.3 - La susceptibilité du fer	64
4.3.4 - La susceptibilité du nickel	65
4.3.5 - La susceptibilité du cobalt	66

5 - <u>LE FERRITE GRENAT D'YTTRIUM</u>	68
5.1 - L'échantillon	68
5.2 - Les composantes de la susceptibilité	68
5.3 - Résultats et discussion	70
5.4 - Conclusion	71
6 - <u>LES METAUX DE TERRES RARES : Gd, Tb, Dy</u>	72
6.1 - Introduction	72
6.2 - L'interaction directe entre électrons	73
6.3 - Le modèle proposé	74
6.3.1 - Schéma de bandes	74
6.3.2 - Comportement en fonction de la température et du champ magnétique	75
6.4 - Analyse des résultats expérimentaux	76
6.5 - Discussion et conclusion	79
7 - <u>CONCLUSION</u>	82

REFERENCES

<u>ANNEXE I</u> : LES DIFFERENTES METHODES DE CONVERSION ANALOGIQUE-NUMERIQUE POUR LA MESURE DE TENSIONS	I-1
<u>ANNEXE II</u> : LE CALCUL DES BOBINES DE MESURE	II-1
<u>ANNEXE III</u> : TRANSITIONS DU 1er ORDRE DANS LES CRISTAUX CUBIQUES INDUITES PAR UN CHAMP MAGNETIQUE ORIENTE SUIVANT UNE DIRECTION DE DIFFICILE AIMANTATION	III-1

T A B L E A U

associé à la figure 2.22

- ① remise à zéro du compteur (nombre de séquences de mesures, c'est-à-dire nombre d'extractions)
- ② commutation de la voie "0" ("Reset") et commande d'extraction de l'échantillon
- ③ le n° de voie BCD du commutateur est décodé en décimal et excite par l'intermédiaire d'une matrice à diodes (10 x 20) un certain nombre de relais relatifs à la programmation du voltmètre (fonction, échelle, résolution, temps d'intégration, conversion digitale analogique)
- ④ si la voie "0" est commutée (mesure de l'aimantation), si la conversion D/A a été programmée (matrice à diodes) et si la séquence de mesure d'ordre n_0 (présélectionnée) est en cours,
alors le commutateur d'entrée du convertisseur D/A sélectionne 3 chiffres (parmi les 6) de la mesure, le convertisseur envoie la tension analogique correspondante à l'enregistreur, et la plume de celui-ci est commandée avec un certain retard (après équilibre)
- ⑤ ⑥ la voie suivante est commutée (jusqu'à la dernière voie P)
- ⑤ si $p = P$, fin d'une séquence de mesure (correspondant à une extraction),
- ⑦ le programme est arrêté pendant le temps présélectionné t_1 , qui détermine l'intervalle de temps séparant deux séquences de mesures (c'est-à-dire deux extractions),
- ⑧ ⑨ si le nombre d'extractions prédéterminé N , n'est pas atteint on ajoute +1 au compteur et on engage une nouvelle séquence de mesures,
- ⑧ si $n = N$, fin des mesures correspondant à un palier de champ.

Figure 2.21

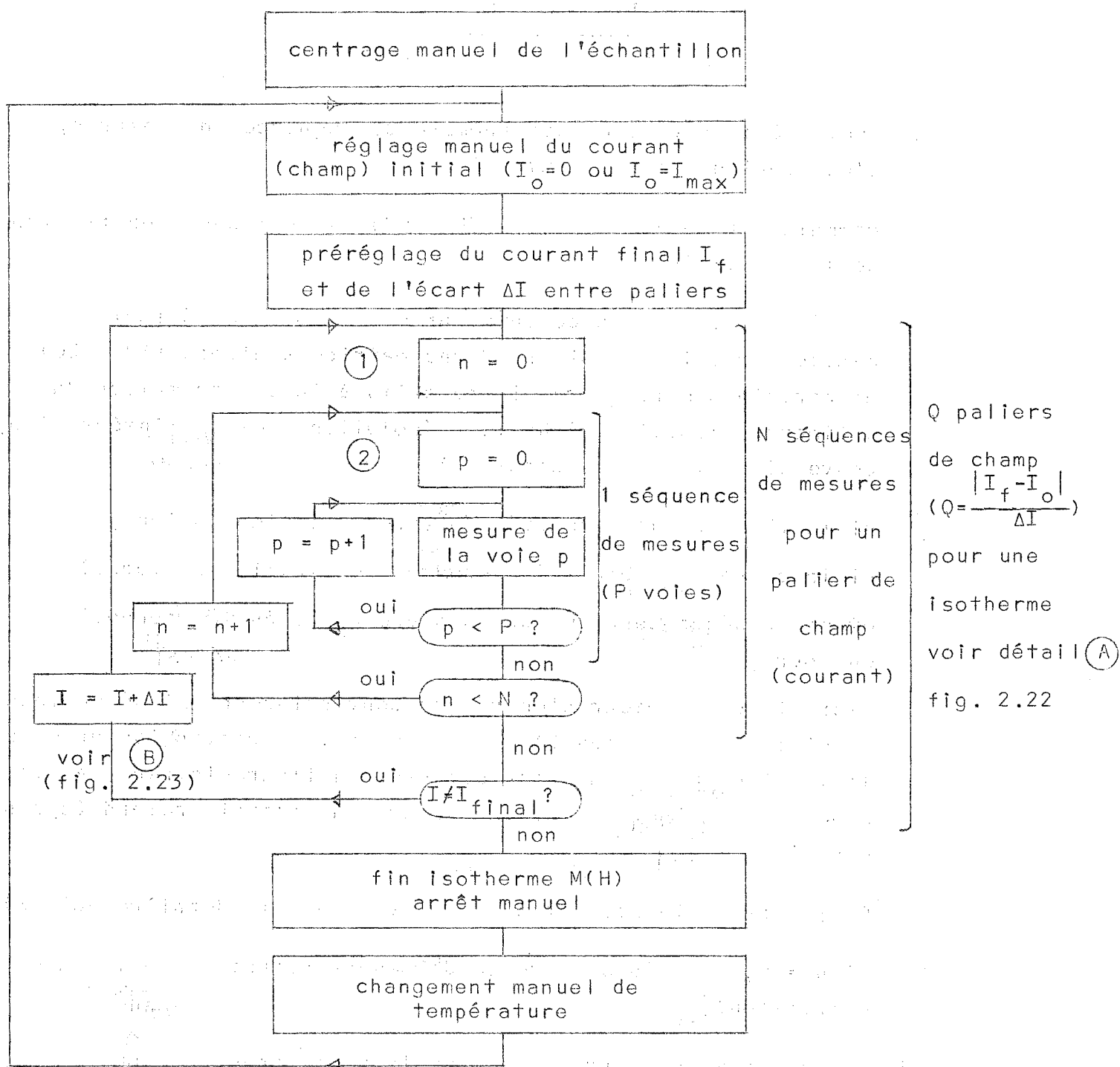


Figure 2.21 : Automatisation : organigramme général

Figure 2.22

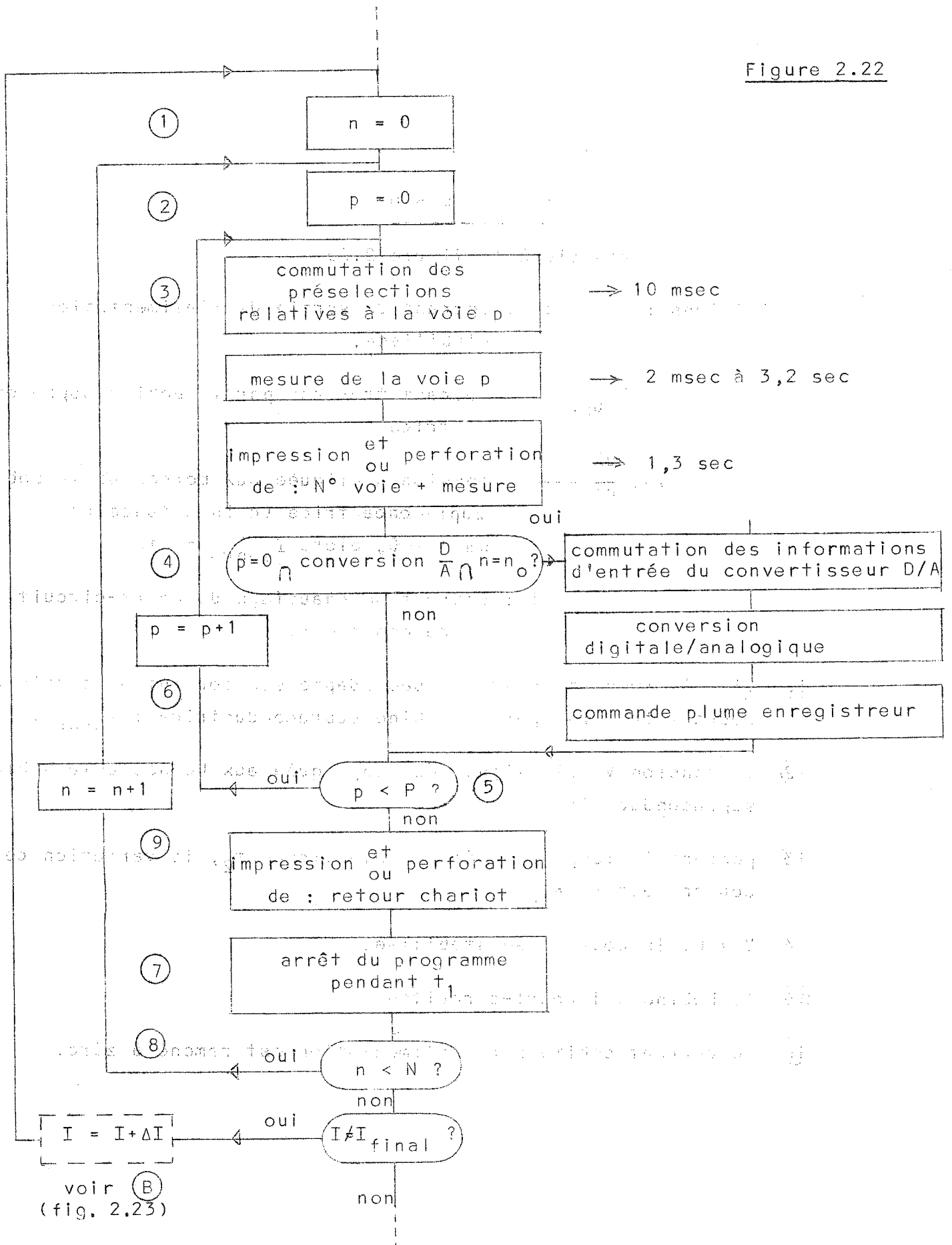


figure 2.22 : Automatisation : organigramme -

détail (A) : palier de champ

les chiffres cerclés renvoient au tableau associé (page de gauche).

T A B L E A U

associé à la figure 2.23

Définitions :	I	: courant de sortie de l'alimentation stabilisée,
	I_{supra}	: courant traversé par la bobine supraconductrice,
	$V = L \frac{dI_{\text{supra}}}{dt}$	: tension appliquée aux bornes de la bobine supraconductrice (d'inductance L) si $V = 0$, alors $I_{\text{supra}} = \text{Cte}$
	i	: courant de chauffage du court-circuit supraconducteur.

- ⑩ ⑪ l'alimentation stabilisée adapte son courant de sortie au courant traversé par la bobine supraconductrice : I_{supra} .
- ⑫ la tension V préaffichée est appliquée aux bornes de la bobine supraconductrice,
- ⑬ pendant le temps d'arrêt présélectionné t_2 , la variation de courant est $\Delta I = \frac{V}{L} t_2$,
- ⑭ $V = 0$, le courant se stabilise,
- ⑮ la bobine est court-circuitée
- ⑯ le courant débité par l'alimentation est ramené à zéro.