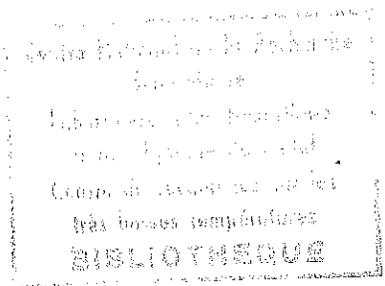


T0232a
1968/3eC

1968.6
(043)5C

THÈSE
présentée
A LA FACULTE DES SCIENCES
DE L'UNIVERSITÉ DE GRENOBLE



pour obtenir

LE TITRE DE DOCTEUR DU TROISIEME CYCLE
DE MAGNETISME ET PHYSIQUE DU SOLIDE

par

Bruno TISSIER

Assistant à la Faculté des Sciences

Contribution à l'étude des propriétés magnétiques des
alliages Cu-Ni et Cu-Ni-Fe à faible concentration en fer

Soutenue le *juillet 1968.* devant la Commission d'examen

MM. B. DREYFUS Président

J.C. BARBIER

R. VERGNE Examinateurs

R. TOURNIER

LISTE DES PROFESSEURS

DOYEN HONORAIRE : M. MORETDOYEN : M. BONNIERPROFESSEURS TITULAIRES :

MM. NEEL Louis	Chaire de Physique Expérimentale
HEILMANN René	Chaire de Chimie
KRAVTCHENKO Julien	Chaire de Mécanique Rationnelle
CHABAUTY Claude	Chaire de Calcul Différentiel et Intégral
BENOIT Jean	Chaire de Radioélectricité
CHENE Marcel	Chaire de Chimie Papetière
FELICI Noël	Chaire d'Electrostatique
KUNTZMANN Jean	Chaire de Mathématiques Appliquées
BARBIER Reynold	Chaire de Géologie Appliquée
SANTON Lucien	Chaire de Mécanique des Fluides
OZENDA Paul	Chaire de Botanique
FALLOT Maurice	Chaire de Physique Industrielle
KOSZUL Jean-Louis	Chaire de Mathématiques
GALVANI G.	Mathématiques
MOUSSA André	Chaire de Chimie Nucléaire
TRAYNARD Philippe	Chaire de Chimie Générale
SOUTIF Michel	Chaire de Physique Générale
CRAYA Antoine	Chaire d'Hydrodynamique
REULOS R.	Théorie des Champs
BESSON Jean	Chaire de Chimie
AYANT Yves	Physique Approfondie
GALLISSOT	Mathématiques
Melle LUTZ Elisabeth	Mathématiques
BLAMBERT Maurice	Chaire de Mathématiques
BOUCHEZ Robert	Physique Nucléaire
LLIBOUTRY Louis	Géophysique
MICHEL Robert	Chaire de Minéralogie et Pétrographie
BONNIER Etienne	Chaire d'Electrochimie et d'Electrométallurgie
DESSAUX Georges	Chaire de Physiologie Animale
PILLET E.	Chaire de Physique Industrielle et Electrotechnique
YOCCOZ Jean	Chaire de Physique Nucléaire Théorique
DEBELMAS Jacques	Chaire de Géologie Générale
GERBER R.	Mathématiques
PAUTHENET R.	Electrotechnique
VAUQUOIS B.	Chaire de calcul électronique

PROFESSEURS TITULAIRES (Suite)

MM.	BARJON R.	Physique Nucléaire
	BARBIER Jean-Claude	Chaire de Physique
	SILBER R.	Mécanique des Fluides
	BUYLE-BODIN Maurice	Chaire d'Electronique
	DREYFUS B.	Thermodynamique
	KLEIN J.	Mathématiques
	VAILLANT F.	Zoologie et Hydrobiologie
	ARNAUD Paul	Chaire de Chimie
	SENGEL P. C.	Chaire de Zoologie
	BARNOUD F.	Chaire de Biosynthèse de la Cellulose
	BRISSONNEAU P.	Physique
	GAGNAIRE	Chaire de Chimie Physique
Mme	KOFLER L.	Botanique
	DEGRANGE Charles	Zoologie
	PEBAY-PEROULA J.C.	Physique
	RASSAT A.	Chaire de Chimie Systématique
	DUCROS P.	Chaire de Cristallographie Physique
	DDU Jacques	Chaire de Mécanique Appliquée I.U.T.
	ANGLES D'AURIAC P.	Mécanique des Fluides
	LACAZE A.	Thermodynamique

PROFESSEURS SANS CHAIRE

MM.	GIDON P.	Géologie et Minéralogie
	GIRAUD P.	Géologie
	PERRET R.	Servomécanisme
Mme	BARBIER M.J.	Electrochimie
Mme	SOUTIF J.	Physique
	COHEN J.	Electrotechnique
	DEPASSEL R.	Mécanique des Fluides
	GASTINEL A.	Mathématiques Appliquées
	GLENAT R.	Chimie
	BARRA J.	Mathématiques Appliquées
	COUMES A.	Electronique
	PERRIAUX J.	Géologie et Minéralogie
	ROBERT A.	Chimie Papetière
	BIAREZ J.P.	Mécanique Physique
	BONNET G.	Electronique
	CAUQUIS G.	Chimie Générale
	BONNETAIN L.	Chimie Minérale
	DEPOMMIER P.	Etude Nucléaire et Génie Atomique
	HACQUES Gérard	Calcul Numérique
	POLOUJADOFF M.	Electrotechnique

PROFESSEURS ASSOCIES

MM.	NAPP-ZINN	Botanique
	RODRIGUES Alexandre	Mathématiques Pures
	STANDING Kenneth	Physique Nucléaire

MAITRES DE CONFERENCES

MM.	LANCIA Roland	Physique Atomique
Mme	KAHANE J.	Physique
	DEPORTES C.	Chimie
Mme	BOUCHE L.	Mathématiques
	SARROT-REYNAUD	Géologie Propédeutique
Mme	BONNIER M.J.	Chimie
	KAHANE A.	Physique Générale
	DOLIQUE J.M.	Electronique
	BRIERE G.	Physique M.P.C.
	DESRE G.	Chimie S.P.C.N.
	LAJZEROWICZ J.	Physique M.P.C.
	VALENTIN P.	Physique M.P.C.
	BERTRANDIAS J.P.	Mathématiques Appliquées T.M.P.
	LAURENT P.	Mathématiques Appliquées T.M.P.
	CAUBET J.P.	Mathématiques Pures
	PAYAN J.J.	Mathématiques
Mme	BERTRANDIAS F.	Mathématiques Pures M.P.C.
	LONGUEUE J.P.	Physique
	NIVAT M.	Mathématiques Appliquées
	SOHM J.C.	Electrochimie
	ZADWORNY F.	Electronique
	DURAND F.	Chimie Physique
	CARLER G.	Biologie Végétale
	AUBERT G.	Physique M.P.C.
	DELPUECH J.J.	Chimie Organique
	PFISTER J.C.	Physique C.P.E.M.
	CHIBON P.	Biologie Animale
	IDELMAN S.	Physiologie Animale
	BOUVARD Maurice	Hydrologie
	RICHARD Lucien	Botanique
	PELMONT Jean	Physiologie Animale
	BLOGH D.	Electrotechnique I.P.
	BOUSSARD J. Claude	Mathématiques Appliquées I.P.
	MOREAU René	Hydraulique I.P.
	BRUGEL L.	Energétique I.U.T.
	SIBILLE R.	Construction Mécanique I.U.T.
	ARMAND Yves	Chimie I.U.T.
	BOLLIET Louis	Informatique I.U.T.
	KUHN Gérard	Energétique I.U.T.
	GERMAIN Jean-Pierre	Construction Mécanique I.U.T.
	CONTE René	Thermodynamique
	JOLY Jean-René	Mathématiques Pures
	PIERY Yvette	Biologie Animale

MAITRES DE CONFERENCES ASSOCIES

MM. SAWCZUK A.
CHEEKE J.
YAMADA O.
NATR Lubomir
NAYLOR Arch
SILBER Léo
NAZAKI Akihiro
RUTLEDGE Joseph
DONOHO Paul
EGGER Kurt

Mécanique des Fluides
Thermodynamique
Physique du Solide
B.M.P.V.
Physique Industrielle
Radioélectricité
Mathématiques Appliquées
Mathématiques Appliquées
Physique Générale
B.M.P.V.

Je tiens à exprimer ma respectueuse reconnaissance
à Monsieur le Professeur L. NEEL qui a bien voulu
m'accueillir dans son laboratoire de recherche.

Je remercie également Monsieur le Professeur
B. DREYFUS qui me fait l'honneur de présider mon
jury.

Messieurs J.C. BARBIER et R. VERGNE m'ont fait
bénéficier de leur expérience de la recherche
et m'ont prodigué conseils et encouragements.
C'est de cette aide de tous les jours que je
suis heureux de les remercier ici.

J'adresse mes plus vifs remerciements à Monsieur
R. TOURNIER, Maître de Recherche au C. N. R. S.,
pour l'aide précieuse qu'il m'a apportée dans la
réalisation d'une partie importante de ce travail.

Je remercie enfin tous les chercheurs et techniciens
du laboratoire pour leur aide amicale et efficace.

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

La théorie des bandes n'est pas complètement satisfaisante pour interpréter la variation du moment magnétique atomique moyen des alliages Cu-Ni désordonnés en fonction de la concentration. En particulier, elle ne rend pas compte de l'écart à la linéarité de cette variation dans la région où le ferromagnétisme apparaît. D'autre part, dans le cas où l'on dilue du fer dans l'alliage Cu-Ni, on obtient une augmentation du moment de la matrice bien supérieure à la contribution due au fer seul : ce fait ne peut être expliqué dans le cadre de la théorie des bandes, qui néglige la description locale des phénomènes et ne tient pas compte des moments localisés dans les métaux et alliages. Nous proposons donc un modèle, basé sur le concept des niveaux liés virtuels, permettant de mieux interpréter ces deux phénomènes, observés expérimentalement.

Nous avons aussi étudié l'effet des traitements thermiques sur les alliages Cu-Ni. Des études avaient déjà été faites, mais jamais directement sur les variations de température de Curie. La difficulté essentielle de ces études était la non-reproductibilité des traitements utilisés. Nous nous sommes attachés à mettre au point une technique de traitements thermiques reproductibles et avons étudié particulièrement l'effet de ces traitements sur la température de Curie des alliages Cu-Ni.

Nous nous proposons d'étudier dans ce travail les variations de température de Curie des alliages cuivre-nickel dans le domaine où ils sont ferromagnétiques. Nous avons obtenu ces variations soit en introduisant du fer dilué dans la matrice de cuivre-nickel, c'est-à-dire en réalisant des alliages Cu-Ni-Fe à faible concentration en fer, soit par des traitements thermiques appropriés.

Nous avons été amenés à réaliser un montage de traitements thermiques et un montage de mesures de la température de Curie. Nos recuits ont été effectués sous hydrogène à des températures pouvant aller jusqu'à 1200°C ; ils étaient suivis de trempes énergiques et reproductibles. Leur durée allait de 15 minutes à plusieurs jours.

Les températures de Curie à mesurer se situaient dans la gamme de 20 à 700°K ; nous les déterminions à partir du tracé des courbes de variation thermique de la perméabilité en champ faible. Nous avons donc réalisé un cryostat et un four permettant de faire varier la température de l'échantillon de façon continue ; nous avons mesuré cette température avec une résistance de platine étalonnée. La mesure de la perméabilité en champ faible a été ramenée à une mesure de mutuelle inductance effectuée en basse fréquence au pont de Harstshorn.

I - TRAITEMENTS THERMIQUES

L'effet des traitements thermiques sur différentes propriétés magnétiques ou électriques des alliages cuivre-nickel a déjà intéressé de nombreux chercheurs : Hedman et Mattuck (1) , Shüle et Kehrler (2) etc...

Nos premières mesures de variation de température de Curie en fonction des traitements thermiques nous ont confirmé ce que ces auteurs avaient déjà constaté, à savoir l'importance de l'efficacité et de la reproductibilité de la trempe. Suivant les méthodes traditionnelles, notre échantillon était scellé sous vide à l'intérieur d'une ampoule de verre ou de quartz suivant la température du recuit à effectuer. Le recuit terminé, la trempe se faisait en plongeant l'ampoule dans l'eau. Nos mesures sur les échantillons ainsi trempés n'étaient pas reproductibles ; en effet la trempe pouvait être plus ou moins effective suivant que le vide était plus ou moins bon ou suivant que les ampoules éclataient ou non au contact de l'eau. De plus, l'échantillon s'oxydait parfois lors du recuit ou de la trempe ; toute mesure était alors sans valeur.

Il nous apparut donc utile de faire un montage permettant d'effectuer des recuits en atmosphère contrôlée, pouvant être suivis de trempe par un fort débit d'hydrogène.

1) Description du montage :

On trouvera un schéma de ce montage sur la figure 1.

a) Le four :

Un thermocouple placé contre l'enroulement chauffant permet de programmer et réguler la température du four ; celui-ci peut suivre tout programme s'étalant sur des temps de 15 minutes à plusieurs jours à des températures allant jusqu'à 1200°C.

Le thermocouple de mesure placé le plus près possible de l'échantillon nous a permis de vérifier qu'une montée linéaire en température était suivie à 1 degré près et qu'en palier la température restait constante à mieux de 0,5 degré.

b) Particularités du montage :

Ces particularités sont dues à la nécessité d'obtenir des trempes très énergiques.

L'échantillon est fixé à l'intérieur d'un tube en acier inoxydable : des dérivations B, C, D, E (fig.1) permettent d'y faire le vide et d'établir un léger courant d'hydrogène. Une des extrémités du tube est reliée par l'intermédiaire d'une vanne électromagnétique à une bouteille contenant 6 m³ d'hydrogène sous 120 kg/cm² de pression, l'autre débouchant directement à l'air libre.

Enfin, le four, entourant le tube, est monté sur un chariot roulant sur des rails parallèles à celui-ci ; ceci permet de déplacer rapidement la zone de chauffage d'une extrémité à l'autre du tube.

2) Utilisation :

A la fin du recuit, on libère le chariot qui, entraîné par son contre-poids, s'éloigne de l'échantillon, et on ouvre la vanne électromagnétique qui laisse alors passer dans le tube 6 m³ d'hydrogène en une vingtaine de secondes environ.

II - MESURE DE LA TEMPERATURE DE CURIE FERROMAGNETIQUE

La température de Curie ferromagnétique est la température à laquelle disparaît l'aimantation spontanée dans un champ nul. Il faut la distinguer de la température de Curie paramagnétique donnée par la loi de Curie-Weiss. Dans le présent travail, c'est uniquement de la température de Curie ferromagnétique, θ_f , dont il est question.

Pour la détermination expérimentale de la température de Curie ferromagnétique, il faudrait opérer dans un champ nul, mais à cause de l'anisotropie des cristaux élémentaires, la direction de l'aimantation spontanée est distribuée au hasard, de sorte que l'aimantation échappe à l'observation. Un champ de quelques oersteds est suffisant pour surmonter l'effet de l'anisotropie cristalline et orienter l'aimantation spontanée. Il faut éviter de se servir de champs forts à cause du paramagnétisme variable très fort au voisinage de la température de Curie, qui viendrait masquer la chute de l'aimantation spontanée.

Dans la pratique, l'échantillon ferromagnétique est placé au centre d'une bobine de mutuelle-inductance, elle-même introduite dans un four (fig. 2) ou un cryostat (fig. 3) suivant l'intervalle de température où se situe la température de Curie à déterminer.

Le coefficient de mutuelle-inductance M dépend de la perméabilité de l'échantillon ; en suivant sa variation thermique au moyen d'un pont de Harstshorn (voir appendice), on détermine la température à laquelle il devient très faible. On convient de prendre comme température de Curie celle pour laquelle la tangente au point d'inflexion de la courbe (M, T) coupe l'axe des températures. (fig. 12).

Nous avons à mesurer des températures comprises entre 20 et 700°K environ ; nous utilisons une résistance de platine étalonée dans cet intervalle. Le courant constant qui la traverse est fourni par une alimentation stabilisée. On détermine au potentiomètre la tension aux bornes de cette résistance.

Il est primordial de maintenir un excellent contact thermique entre la thermosonde et l'échantillon de façon que la température indiquée à chaque instant soit bien celle de l'échantillon ;

nous utilisons une petite pièce en cuivre englobant la thermosonde et l'échantillon. Cette pièce homogénéise la température de l'échantillon et évite les effets d'hystérésis thermiques, provoqués par une avance ou un retard de la température de la thermosonde sur celle de l'échantillon, lorsqu'on chauffe ou refroidit l'ensemble.

Marche des expériences :

Le champ appliqué à l'échantillon lors des mesures est de l'ordre de 1 oersted. La fréquence du courant utilisé doit être la plus faible possible afin de réduire les pertes dues aux courants de Foucault dans les masses métalliques :

- tube en cuivre d'homogénéisation de la température,
- parois en laiton du calorimètre et du vase Dewar.

Dans la pratique, nous avons constaté que ces pertes restaient négligeables jusqu'à des fréquences de 450 hertz, alors que la sensibilité du pont était la meilleure à ces fréquences.

D'autre part, il faut éviter de fonctionner sur des fréquences susceptibles d'être perturbées par des parasites (harmoniques du réseau).

La vitesse de la montée ou de la descente de la température de l'échantillon doit être telle que l'équilibre thermique entre échantillon et thermosonde soit réalisé à chaque instant; en outre, elle doit être assez lente pour nous permettre d'apprécier en chaque point la valeur de M à mieux de 0,5 microhenry et les différences de température à 0,1 degré près. Dans ces conditions, la précision de la détermination de la température de Curie dépend de la forme de la transition, elle est toujours meilleure que la degré.

Aux basses comme aux hautes températures, nous avons tracé les courbes (M,T) en chauffant et en refroidissant, ces courbes se superposent ce qui montre qu'il n'y a pas d'hystérésis thermique et que les conditions de mesure sont satisfaisantes.

Chapitre II. MOMENT MAGNETIQUE INDUIT PAR LE FER DILUE DANS LES ALLIAGES CUIVRE-NICKEL

La condition pour qu'une impureté de transition isolée dans un métal porte un moment magnétique (3) est analogue à la condition de Stoner

$$U \rho_{0\sigma}(E_F) > 1$$

U est l'énergie de répulsion coulombienne entre électrons d de spins opposés situés sur une même impureté ; $\rho_{0\sigma}(E_F)$ est la densité d'états pour une direction de spin, σ , dans le niveau lié virtuel isolé et non découplé.

Les interactions entre impuretés ont pour effet de changer la densité d'états dans le niveau lié virtuel associé à l'impureté. Le niveau lié virtuel peut alors se découpler et faire apparaître ainsi un moment magnétique (4).

Le nickel dilué dans le cuivre n'est pas magnétique ; on peut espérer qu'il portera un moment magnétique si on le rapproche d'une impureté de fer qui est elle-même magnétique. C'est ce que nous avons fait dans des expériences sur les alliages Cu-Ni-Fe.

D'une autre manière, dans les alliages Cu-Ni, une partie des atomes de nickel va être entourée d'un certain nombre d'atomes de nickel en position de premiers voisins. On peut alors penser que pour certains de ces atomes de nickel ainsi entourés, la densité d'états sera renforcée localement et la condition de Stoner vérifiée. Nous verrons que les propriétés magnétiques des alliages cuivre-nickel peuvent s'interpréter de cette façon dans la région de concentration où le ferromagnétisme apparaît (5).

Les échantillons, leur préparation. -

Nous avons préparé deux séries A et B d'alliages Cu-Ni-Fe.

Série A			Série B		
% atomique de			% atomique de		
Cu	Ni	Fe	Cu	Ni	Fe
27	72	1	24	75	1
48	50	1	34	65	1
59	40	1	44	55	1
67	32	1	54	45	1

Les échantillons ont un diamètre de 7 mm environ et une longueur de 20 mm. Ces dimensions sont adaptées aux montages utilisés pour la mesure de la température de Curie et de l'aimantation.

Le taux d'impureté des métaux employés ne dépasse pas 10^{-5} . Pour la série A, les métaux de départ (Light) sont fondus dans un creuset de 7 mm de diamètre, en atmosphère d'hydrogène pur, à 1500°C pendant 4 heures, puis refroidis à l'intérieur du four à la vitesse de refroidissement de celui-ci. Le creuset est ensuite détruit. Les alliages de la série A étant trop inhomogènes, ceux de la série B ont été préparés différemment : les métaux de départ (Johnson Matthey) sont fondus dans un four à haute fréquence, puis coulés dans un creuset refroidi à l'eau. Le lingot brut de coulée a une longueur de 100 mm et un diamètre de 24 mm. De plus, l'aimantation des alliages Cu-Ni variant très vite avec la concentration, on a déterminé la région la plus homogène du lingot brut par des mesures d'aimantation à saturation effectuées de la façon suivante (fig. 4). Le lingot brut est découpé suivant deux plans perpendiculaires passant par son axe. A mi-longueur d'un des quarts de lingot ainsi obtenus, on taille des copeaux de 2 cm de large, de 0,5 mm d'épaisseur et de rayon variant de 12 à 3 mm : on mesure l'aimantation de chacun de ces copeaux et on détermine ainsi une région homogène radialement comprise entre

les cercles de rayons 5 mm et 12 mm à 2 % près. Dans un second quart du lingot brut, on découpe un cylindre de 6 mm de diamètre ; son axe est à 8 mm de l'axe du lingot primitif : il se trouve ainsi dans la région homogène radialement. Ce cylindre est découpé en petits cylindres de même base, mais de hauteur égale à 4 mm : en mesurant l'aimantation à saturation de chacun de ces petits cylindres, on détermine une région homogène longitudinalement à mieux de 1 % près. Par la suite, nous avons découpé tous nos échantillons dans la région ainsi déterminée.

Tous les échantillons ont été soumis à un recuit de 24 heures à 950°C suivi d'une trempe par hydrogène à 120 kg/cm² de pression afin de parfaire leur homogénéité.

Les Mesures

a) Températures de Curie :

Malgré les recuits, les transitions magnétiques restent larges, surtout pour les échantillons A. Les recuits semblent impuissants à éliminer le gradient de concentration introduit par le refroidissement lent de ces échantillons. En particulier, l'échantillon Cu₄₉ Ni₅₀ Fe₁ conserve une transition très étalée, même après un recuit supplémentaire identique au premier ; cette transition se fait en 60° , ce qui correspond à une variation de concentration de 6 % environ le long de l'échantillon.

Dans ces conditions, la définition de la température de Curie est très difficile ; la convention habituelle, valable pour les alliages homogènes à transition brutale, ne l'est plus ici. L'extrapolation de la branche inclinée de la courbe inductance-mutuelle en fonction de la température, M(T), donne une valeur

trop haute, tandis que le milieu de celle-ci est une valeur trop faible (fig. 22, courbes 2 et 4)*. On ne peut prendre non plus la température du point d'inflexion, celui-ci n'étant pas toujours bien marqué. C'est pourquoi nous donnons dans le tableau I la valeur obtenue par extrapolation, θ_1 , et la valeur correspondant au milieu de la branche inclinée, θ_2 . La différence $\Delta\theta = \theta_1 - \theta_2$ nous renseigne sur la confiance qu'on peut attribuer à ces résultats et sur le gradient de concentration dans les échantillons.

Les courbes $M(T)$ pour chaque alliage sont représentées sur les figures 5 à 11. De plus, nous avons reproduit sur une même figure (fig. 12) toutes les transitions, pour voir leur aspect relatif. Enfin sur la fig. 13, nous avons représenté à concentration en nickel identique, les variations des températures de Curie des Cu-Ni-Fe et des Cu-Ni (6).

b) Aimentation à saturation :

Les mesures ont été effectuées par M. Tholence au C.R.T. B.T. Les mesures d'aimantation en fonction du champ ont été faites à diverses températures comprises entre 1,2°K et 77°K. Les champs utilisés allaient jusqu'à 24000 oersteds. La figure 14 donne une idée d'ensemble des résultats obtenus.

Les alliages de plus fortes concentrations en nickel sont saturés à 1,2°K dans des champs supérieurs à 3000 oersteds. (fig.15).

* Les courbes 2 et 4 de la figure 22 représentent les transitions magnétiques d'un alliage $\text{Cu}_{31}\text{Ni}_{69}$ dans des états respectivement peu et très homogène. La valeur de la température de Curie, θ , obtenue par extrapolation de la branche inclinée de la courbe 4, peut être considérée comme bonne ; elle est comprise entre θ_1 , obtenue de la même façon au moyen de la courbe 2 et θ_2 , température correspondant au milieu de la branche inclinée de cette courbe.

La valeur prise pour l'aimantation à saturation est la valeur de l'aimantation dans un champ de 24000 oersteds extrapolée à 0°K. Il est cependant probable que les valeurs obtenues pour les alliages $Cu_{59}Ni_{40}Fe_1$ (fig.16) et $Cu_{67}Ni_{32}Fe_1$ (fig.17), qui ne sont pas saturés dans un champ de 24000 oersteds à 1,2°K, sont encore en dessous de la réalité.

Nous avons représenté sur la figure 18 la variation en fonction de la concentration en nickel du moment magnétique atomique moyen des alliages Cu-Ni et Cu-Ni-Fe.

Dans le tableau I nous comparons les valeurs des aimantations à saturation des alliages Cu-Ni-Fe ($\mu_{Cu-Ni-Fe}$) à celles des alliages Cu-Ni (μ_{Cu-Ni}) de concentration en nickel identique. Les valeurs relatives aux alliages Cu-Ni sont déduites des mesures de Ahern et de ses collaborateurs (6). La différence $\Delta\mu$ donne la contribution à l'aimantation à saturation ramenée à un atome de fer.

TABLEAU I

% atomique Cu-Ni-Fe	: : :			$\mu_{Cu-Ni-Fe}$ en $\mu_B/at.$	μ_{Cu-Ni} en $\mu_B/at.$	$\Delta\mu$ due à un atome de fer en μ_B
	θ_1 °K	θ_2 °K	$\Delta\theta$			
24 75 1	392,2	385	7	0,3752	0,320	5,52
27 72 1	381,9	359	23	0,3411	0,282	5,89
34 65 1	270,0	247	23	0,2545	0,203	5,15
44 55 1	149,4	140	9	0,1624	0,104	5,8
49 50 1	127,6	96,0	31	0,1077	0,080	4,77
54 45 1	49,9	44,5	5	0,0897	0,080	5,97
59 40 1	37,7	20	17	0,0655	0,010	5,55
67 32 1	-	-	-	0,0477	0	4,77

Essai d'interprétation

Dans les alliages Cu-Ni, lorsqu'on augmente la concentration en nickel, certains atomes de nickel qui étaient isolés, vont être entourés de voisins semblables. Les niveaux liés virtuels associés vont se découpler et les atomes de nickel acquérir un moment magnétique. La différence essentielle entre les divers atomes de nickel vient de la nature de leur environnement. Nous considérerons, comme le font Jaccarino et Walker (7), que le moment magnétique d'un atome de nickel peut être nul ou maximum suivant son environnement local dans l'alliage désordonné. La variation apparemment continue du moment magnétique moyen est alors associée à la probabilité qu'a l'atome de posséder l'environnement le rendant magnétique.

Moments magnétiques des alliages Cu-Ni et Cu-Ni-Fe

Considérons un alliage Cu-Ni de concentration en nickel c . Nous supposons que, dans l'alliage désordonné, un atome de nickel ne possède son moment magnétique, μ_{Ni} , que s'il est entouré d'au moins z atomes de nickel premiers voisins. La probabilité de cet événement est

$$P(z) = \sum_{x=z}^Z \binom{Z}{x} c^x (1-c)^{Z-x}$$

$$\text{avec } \binom{Z}{x} = \frac{Z!}{x!(Z-x)!}$$

Z est le nombre de coordination du réseau de l'alliage. Dans le cas du Cu-Ni c.f.c. : $Z = 12$.

Par suite, l'aimantation à saturation par atome, pour l'alliage Cu-Ni, s'écrit :

$$\mu(z) = c P(z) \mu_{Ni} + \mu_{Cu} (1 - c)$$

où le moment magnétique du cuivre $\mu_{Cu} = 0$, donc

$$\mu(z) = c P(z) \mu_{Ni}$$

En prenant $\mu_{Ni} = 0,606 \mu_B$, nous avons calculé $\mu(z)$ pour $z = 8,9$ et 10 en fonction de la concentration atomique c . (Tableau II).

TABLEAU II

c	1	0,9	0,8	0,7	0,65	0,6	0,5	0,45	0,4	0,3
$\mu(z=8)$	0,606	0,544	0,450	0,308	0,230	0,159	0,059	0,030	0,014	0,0017
$\mu(z=9)$	0,606	0,532	0,368	0,208	0,136	0,082	0,022	0,010	0,004	0,000
$\mu(z=10)$	0,606	0,484	0,272	0,108	0,060	0,030	0,006	0,002	0,0006	0,000

La comparaison des courbes $\mu(z) = f(c)$ avec l'expérience désigne sans équivoque la solution $z = 8$ comme la plus satisfaisante (fig.19).

Considérons maintenant, à concentration en nickel identique, les alliages Cu-Ni-Fe. Le fer, introduit en faible concentration, x , dans la matrice Cu-Ni, entraîne une augmentation du moment magnétique à saturation par atome supérieure à la contribution apportée par les atomes de fer seuls (cf. tableau I). Il semble que le fer, magnétique, induit des moments magnétiques sur les atomes de nickel qui l'entourent et qui ne portaient pas de moment dans la matrice de Cu-Ni. La proportion de ces atomes est

$$c(1-P(z))$$

et le nombre de ces atomes entourant un atome de fer est

$$Zc (1-P(z)) .$$

Par suite, le moment magnétique à saturation par atome, pour l'alliage Cu-Ni-Fe, sera

$$\mu' = \mu(z) + x \mu_{Fe} + xZc (1-P(z)) \mu_{Ni}$$

et la contribution à l'aimantation à saturation due au fer, par atome de fer

$$\Delta\mu = \mu_{Fe} + Zc (1-P(z)) \mu_{Ni} ,$$

où μ_{Fe} est le moment magnétique par atome de fer. Pour les Cu-Ni-Fe, $\Delta\mu = \mu_{Fe} + 12 c (1-P(z=8)) \mu_{Ni}$.

Nous prenons comme valeurs de μ_{Fe} et μ_{Ni} celles données par Low et Collins (8) qui concluent de leurs expériences de diffraction neutronique que " la présence d'atomes de fer dans une matrice de nickel n'influence pas la valeur du moment des proches atomes de nickel et que le moment aux sites atomiques du fer est $2,8 \mu_B$ "

Ainsi nous calculons $\Delta\mu$ en fonction de c . (Tableau III).

TABLEAU III

c	0,9	0,8	0,7	0,65	0,6	0,5	0,45	0,4	0,3
$\Delta\mu$ en μ_B	2,8	3,2	4,2	4,7	5,3	5,7	5,7	5,55	5,0

Nous pouvons maintenant construire les courbes calculées de variation de μ' et $\Delta\mu$ en fonction de c et les comparer à l'expérience (fig. 20 et 21).

Températures de Curie :

Lorsqu'on introduit du fer dilué dans une matrice de Cu-Ni, l'augmentation de moment magnétique est la somme du moment propre du fer et du moment induit par le fer sur les atomes de nickel proches voisins. Au contraire, tant que le fer reste dilué, la température de Curie, qui traduit un phénomène d'ordre magnétique, n'est affectée en première approximation que par l'accroissement du nombre d'atomes de nickel magnétiques. Le moment magnétique induit μ_i est

$$\mu_i = Z x c (1-P) \mu_{Ni}$$

Les variations du moment magnétique et de la température de Curie des alliages Cu-Ni et Cu-Ni-Fe en fonction de la concentration en nickel étant linéaires, tout se passe comme si l'introduction de fer produisait un effet correspondant à un accroissement Δc de la concentration en nickel de la matrice Cu-Ni.

$$\Delta c = k \mu_i$$

k étant la constante de proportionnalité entre le moment magnétique et la concentration.

Cet accroissement Δc entraîne un accroissement de la température de Curie,

$$\Delta\theta = k' \Delta c$$

k' étant la constante de proportionnalité, entre la température de Curie et la concentration.

$$\text{Finalement } \Delta\theta = kk' Zx c (1-P) \mu_{Ni}$$

Les résultats du calcul de $\Delta\theta$ figurent dans le Tableau IV.

TABLEAU IV

c	0,9	0,8	0,7	0,65	0,6	0,5	0,45	0,4	0,3
$\Delta\theta$ degrés	0,125	5	17,5	23,8	31,2	36,2	36,2	34,4	27,5

Ce tableau nous permet de tracer la courbe calculée de variation de la température de Curie en fonction de c pour les alliages Cu-Ni-Fe à partir de la courbe donnant la même variation pour les alliages Cu-Ni (fig.13).

DISCUSSION :

A des concentrations en nickel inférieures à 60 % at., l'accord entre le modèle simple employé et l'expérience est remarquable tant pour les alliages Cu-Ni-Fe que pour les alliages Cu-Ni. Les courbes expérimentales et calculées de variation des moments magnétiques atomiques de ces alliages en fonction de la concentration sont alors pratiquement confondues (fig.20) ; il en est de même pour les courbes analogues relatives aux températures de Curie des alliages Cu-Ni-Fe (fig.13). La contribution à l'aimantation à saturation dûe au fer mesurée pour l'échantillon $Cu_{49}Ni_{50}Fe_1$ est nettement inférieure à la valeur attendue (fig.21) ; cet alliage est particulièrement inhomogène, comme le montre l'étalement de la transition magnétique ($\Delta\theta \sim 31^\circ$) (fig.9).

Aux concentrations plus élevées, les courbes expérimentales $\mu_{\text{Cu-Ni}}$ et $\mu_{\text{Cu-Ni-Fe}}$ en fonction de la concentration se situent au-dessous des courbes calculées : le modèle des états liés d virtuels ne doit s'appliquer qu'à des petites quantités de métal de transition en solution solide dans un métal noble. D'autre part, la contribution à l'aimantation due au fer est plus grande que prévue par le modèle (fig.21) ; il faut sans doute, dans cette région, considérer le moment induit par le fer sur des voisins plus éloignés.

CONCLUSION :

L'introduction de fer dilué dans une matrice de cuivre-nickel augmente l'aimantation à saturation d'une quantité supérieure à la contribution due au fer seul et ceci même dans la région ferromagnétique.

Un modèle de bandes rigides ne peut expliquer cet accroissement. L'hypothèse de moments induits par le fer sur les atomes de nickel proches voisins explique bien le phénomène, sauf aux concentrations élevées de nickel : dans ce cas, les impuretés de fer doivent induire des moments sur les atomes de nickel plus éloignés.

Les mesures de température de Curie sont un bon complément aux mesures d'aimantation ; elles donnent, en particulier, des renseignements sur l'homogénéité des alliages et il peut être important de les effectuer avant celles d'aimantation. De plus, les accroissements de température de Curie mesurés s'expliquent bien dans le cadre de l'interprétation donnée pour l'aimantation à saturation. L'hypothèse de moments induits par le fer sur des atomes de nickel au préalable non magnétiques semble bien confirmée.

Chapitre III. EFFET DES TRAITEMENTS THERMIQUES SUR LES ALLIAGES DE CUIVRE-NICKEL

Les diagrammes classiques indiquent que les alliages Cu-Ni forment des solutions solides désordonnées pour toutes les concentrations (8). Il semble cependant que ce ne soit pas toujours le cas et que, dans certaines circonstances, une tendance à la ségrégation ait lieu à des températures inférieures à 600°C. Ce phénomène a souvent été mis en évidence expérimentalement (1),(2),(10),(11),(12),(13) ; il peut être obtenu par irradiation aux neutrons (10),(11), par déformation plastique (1),(2),(12) ou par traitements thermiques (1). Des mesures de résistivité (2),(10),(12), de chaleur spécifique (13), de susceptibilité magnétique (1),(2) ou de coefficient de Hall (2),(12) ont permis de détecter la présence de régions riches en nickel. Les facteurs de diffusion du cuivre et du nickel étant très voisins, une étude aux rayons X est exclue. C'est pourquoi nous avons mesuré la température de Curie qui est très sensible au mode d'arrangement des atomes magnétiques dans l'alliage ; l'alliage faisant l'objet de cette étude (Cu₃₁ Ni₆₉) se situe dans un domaine de concentration où l'effet n'a pas été étudié.

Etude de l'alliage Cu₃₁ Ni₆₉

1) Echantillons :

Il est nécessaire d'étudier des échantillons d'une très grande homogénéité, pour être sûr que les phénomènes observés après traitements thermiques ne sont pas simplement dus à une réhomogénéisation d'ordre macroscopique s'étendant à tout le lingot.

Les alliages sont préparés au four à induction. Les lingots obtenus sont cylindriques, ils ont un diamètre de 24 mm et une hauteur de 100 mm. Comme précédemment, les échantillons sont découpés dans la région du lingot la plus homogène et recuit plusieurs jours à 1000°C. Ce dernier traitement élimine l'effet des contraintes survenues lors de la taille et complète l'homogénéisation de l'échantillon.

2) Traitements thermiques et mesures :

Nous avons découpé deux échantillons identiques dans la région homogène du lingot. Le premier a été traité en ampoules scellées sous vide, la trempe se faisant par projection dans l'eau. Quant au second il a été recuit sous hydrogène et trempé suivant la technique décrite au chapitre I.

a) Echantillon n° 1.

Recuits isothermes

Recuits à 1000°C : Tableau V, figure 22.

Afin de voir l'importance de la trempe, l'échantillon a été recuit 48 heures à 1000°C, puis refroidi lentement en 24 heures. La valeur de la température de Curie obtenue après ce traitement figure dans le tableau V au temps $t = 0$. Il y figure également la largeur $\Delta\theta$ de la transition.

Par la suite, le déroulement des expériences est le suivant :

- un recuit à la température T_r pendant le temps t ,
- une trempe,
- la mesure de la température de Curie T_c ,
- le recuit à la température T_r pendant le temps t' ,
- une trempe ...

TABLEAU V

t en heures	0	1	15	66,3
T _c en °K	331,7	306,1	299,1	295,9
Δθ°	60	30	16	5
courbe n°	1	2	3	4

La courbe donnant la température de Curie en fonction du temps de recuit (fig.23) nous montre que le phénomène est proche de son équilibre.

Recuits à 500°C :

L'état d'équilibre obtenu précédemment est maintenant considéré comme état de référence. A partir de cet état, nous effectuons une série de recuits à 500°C selon le processus décrit précédemment (recuit, trempe, mesure, recuit, ...). Les courbes donnant le coefficient d'inductance-mutuelle, M, en fonction de la température se déplacent en conservant une pente constante. La largeur de la transition Δθ est constante et égale à 4 degrés. Les résultats figurent dans le tableau VI.

TABLEAU VI

t en heures	0	0,5	2	7	16	48
T _c en °K	295,9	298,3	298	298	298	298

Reproductibilité :

Nous voulons vérifier la reproductibilité de l'état de référence et de l'effet obtenu pour une température de recuit $T_r = 500^\circ\text{C}$.

- Un recuit de 70 heures à 1000°C rabaisse la température de Curie à $290,9^\circ\text{K}$, température plus basse que celle obtenue après un recuit semblable : la trempe a sans doute été plus efficace dans cette seconde expérience.

- Nous répétons une série de recuits à 500°C identique à la première. (tableau VII)

TABLEAU VII

t en heures	0	0,5	1	2	18
T_c en $^\circ\text{K}$	290,9	293,6	293,7	293,7	293,7

Les variations de température de Curie ΔT_c en fonction du temps de recuit (fig.24) sont comparables. Par contre, il apparaît nécessaire de définir un état de référence reproductible.

Recuits isochrones :

Pour déterminer la température de recuit pour laquelle la variation de température de Curie est maximale, nous avons effectué une série de recuits isochrones dans une gamme de température comprise entre 300° et 1000°C . Leur durée était de 18 heures.

(Tableau VIII). Le déroulement des expériences était le suivant :

- un recuit à la température T pendant le temps t
- une trempe
- la mesure de la température de Curie
- le recuit à la température T' pendant le temps t
- une trempe ...

TABLEAU VIII

T_r °C	300	340	400	500	600	1000
T_c °K	293,8	295,8	295,8	293,7	292,7	290,9

La courbe $T_c = f(T_r)$ (fig.25) semble indiquer que l'effet présente un maximum pour une température de recuit proche de 360°C.

Conclusions :

Ces premières mesures nous permettent de tirer quelques conclusions :

- la température de Curie est très sensible aux températures et temps de recuits ainsi qu'à l'efficacité de la trempe (1)

- il est nécessaire de déterminer un traitement thermique donnant un état de référence reproductible

- la température de Curie semble présenter un maximum pour une température de recuit proche de 360°C, Cette conclusion sera discutée dans le prochain paragraphe.

b) Echantillon n° 2.

Nous nous attachons ici à déterminer un état de référence, et donc un recuit de référence, puis à évaluer la variation de la température de Curie obtenue, à partir de cet état, par des recuits à 360°C.

Le déroulement des expériences est le même que pour l'échantillon n° 1 (recuit, trempe, mesure, recuit ...); le recuit se fait en atmosphère d'hydrogène ; on trempe l'échantillon suivant la technique exposée au chapitre I.

Détermination de l'état de référence

Cet état doit être reproductible et avoir la température de Curie la plus basse, correspondant à l'état le plus proche du désordre complet. Du point de vue pratique, il doit être obtenu par un traitement facile à effectuer et aboutissant à un état d'équilibre.

La figure 25 suggère que c'est par un recuit à 1000°C que l'état désordonné est le plus vite atteint. L'échantillon est donc traité 212 heures à cette température: la température de Curie mesurée est alors 290,7°K, valeur pratiquement égale à celle obtenue pour l'échantillon 1 après un recuit analogue. La transition se fait en 4 degrés. La température de Curie mesurée est, sans doute, très proche de celle de l'état désordonné ; nous avons alors cherché si un recuit à température plus basse et d'une durée moins grande pouvait donner le même état. Nous avons donc effectué une série de recuits à $T_r = 500^\circ\text{C}$ (Tableau IX)

TABLEAU IX

t en heures	0	0,25	0,5	1	2	3	8	24
T_c en °K	290,7	289,1	288,5	288,9	289,6	290,1	290,1	290,2

La courbe $T_c = f(t)$ (fig.27) montre qu'un recuit de 15 heures à 500°C peut être considéré comme le traitement de référence cherché : en effet, l'équilibre est alors atteint et, en outre, la température de Curie obtenue est légèrement inférieure à celle obtenue après le recuit à 1000°C: ceci est dû à ce que la trempe est plus efficace à partir de 500°C qu'à partir de 1000°C.

Il nous reste à vérifier la reproductibilité de cet état de référence. La courbe $M(T)$ relative à l'état obtenu après 15 heures de recuit à 500°C est représentée sur la figure 26 (courbe 0). Nous faisons un recuit de 48 heures à 360°C qui, d'après la figure 25, doit entraîner une grosse variation de la température de Curie : cette température devient en effet 303°K (courbe 9, fig.26).

Nous effectuons un recuit de 15 heures à 500°C , la température de Curie devient $290,4^{\circ}\text{K}$ (courbe 1, fig.26).

Nous pensons avoir ainsi déterminé un état de référence valable, ainsi que le traitement donnant cet état soit : 15 heures de recuit à 500°C , suivi d'une trempe très brutale par un fort courant d'hydrogène.

Recuits à 360°C : Tableau X ,(fig.26)

Nous procédons toujours de la même façon

TABLEAU X

t en heures	0	0,25	0,5	1	2	4	8	16
T_c en $^{\circ}\text{K}$	290,4	290,9	291,3	294,2	296,8	298,7	300,9	302,2
Courbe n $^{\circ}$	1	2	3	4	5	6	7	8

La courbe $T_c = f(t)$ pour $T_r = 360^{\circ}\text{C}$ (fig.27) montre que la valeur obtenue pour $t = 48$ heures peut être considérée comme la valeur à l'équilibre.

Conclusions :

Les courbes $T_c = f(t)$ pour $T_r = 360^\circ\text{C}$ et $T_r = 500^\circ\text{C}$ (fig.27) vont nous permettre de mieux expliquer la courbe $T_c = f(T_r)$ (fig.25) obtenue par des recuits isochrones d'une durée de 18 heures. En effet cette durée de 18 heures, suffisante à établir l'équilibre lorsque $T_r = 500^\circ\text{C}$, ne l'est pas lorsque $T_r = 360^\circ\text{C}$. Ainsi les valeurs de T_c figurant dans le tableau VIII peuvent être considérées comme les valeurs à l'équilibre lorsque $T_r > 360^\circ\text{C}$, mais pas dans le cas contraire. Le maximum observé est dû à ce que la durée des recuits à des températures inférieures à 360°C est sans doute trop courte et qu'au delà de 360°C le phénomène commence à disparaître. Nous en concluons qu'il existe une température "critique" proche de 360°C .

Essai d'interprétation.

Nos expériences ont mis en évidence l'augmentation de la température de Curie d'un alliage cuivre-nickel, à forte concentration en nickel, consécutive à des traitements thermiques appropriés. Ce phénomène n'avait été remarqué ni par Ahern et ses collaborateurs (6), ni par Meyer et Wolff (14) qui ont mesuré les températures de Curie de ces alliages dans tout le domaine de concentration. Il avait cependant été prévu par Ryan et ses collaborateurs (10), ainsi que par Hedman et Mattuck (1).

Température "critique" de l'effet à 360°C

Ryan et ses collaborateurs (10) ont étudié l'effet de l'irradiation aux neutrons sur les susceptibilités d'alliages cuivre-nickel contenant de 27 à 46,5 % at. de nickel (fig.28). Ils avaient en effet pensé qu'en raison de la variation, très rapide dans ces alliages, de la susceptibilité en fonction de la concentration, les

variations de distribution atomique à l'intérieur de l'alliage entraîneraient des variations très apparentes de sa susceptibilité. Par ailleurs, l'irradiation, comme le recuit, favorise la diffusion dans les solides, à la fois par échauffements locaux et par formation de lacunes en excès. Ces chercheurs ont ainsi observé des accroissements de susceptibilité, d'autant plus grands que la concentration en nickel était plus grande et le flux de neutron plus important. En dernier lieu, les échantillons irradiés ont été soumis à des recuits isochrones, d'une durée de 50 heures, à différentes températures : la valeur de la susceptibilité était mesurée après chaque recuit (fig.28). Les valeurs des susceptibilités après recuits à des températures supérieures à 350°C concordent avec les valeurs avant irradiation.

Pour interpréter les valeurs élevées des susceptibilités observées après irradiation, il faudrait attribuer aux atomes de nickel dispersés, suivant la loi de Langevin, des moments magnétiques bien supérieurs à $0,6 \mu_B$. C'est pourquoi Ryan et ses collaborateurs (10) supposent que les alliages Cu-Ni se comportent superparamagnétiquement : il se formerait des agglomérats riches en nickel, dans lesquels les spins seraient couplés ferromagnétiquement et formeraient un domaine dont le moment résultant pourrait fluctuer en direction sous l'effet de l'agitation thermique. La principale difficulté vient de ce que ces agglomérats ne sont pas des précipités discrets, il peut, au contraire, y avoir une distribution continue de leur taille et de leur concentration dans la solution solide.

Ascoli, Belloni et Queirolo (11) ont fait sur un alliage $\text{Cu}_{64,3} \text{Ni}_{35,7}$ des expériences confirmant les précédentes (fig.29). Ils ont d'abord soumis l'alliage à une série de recuits isochrones effectués entre 250 et 780°C, après chaque recuit d'une durée de 1 heure, ils ont mesuré le coefficient moyen de résistivité $\bar{\alpha}$ (courbe a, fig.29). Cette série fut ensuite répétée (courbe b, fig.29).

L'échantillon fut alors irradié aux neutrons et la série de recuits isochrones, suivis de la mesure de $\bar{\alpha}$, de nouveau répétée (courbe c, (fig.29). Une dernière série de recuits fut enfin effectuée (courbe d, fig.29). Ascoli et ses collaborateurs expliquent l'accroissement de $\bar{\alpha}$ après irradiation par la formation de zones de ségrégation ; le coefficient $\bar{\alpha}$, qui varie rapidement avec la concentration, est en effet très sensible à la formation de telles zones. Le coefficient $\bar{\alpha}$ obtenu après irradiation revient à sa valeur avant irradiation en deux étages : le premier à 360°C est attribué à la redissolution des atomes de nickel ségrévés, le second à 610°C au retour à l'équilibre du nombre de lacunes.

Hedman et Mattuck (1) ont mesuré l'effet de traitements thermiques sur la susceptibilité et la résistivité d'alliages Cu-Ni contenant de 42,8 à 58,3 % at. de nickel. Ils ont trouvé (fig.30) en fonction des températures de recuits isochrones de 50 heures entre 230°C et 600°C des courbes de susceptibilité présentant des maxima entre 300 et 400°C et des courbes de résistivité présentant des minima. Ces maxima et ces minima sont certainement dûs à ce que, en dessous de 360°C, les recuits n'ont pas été assez longs pour que l'équilibre soit atteint. Ils concluent que ces résultats sont en accord avec une hypothèse de formation d'agglomérats riches en nickel aux températures inférieures à 360°C, qui se dissolvent à des températures supérieures. A partir des résultats précédents, Mattuck (15) calcule la probabilité de trouver autour d'un atome de nickel un atome de nickel comme plus proche voisin : il trouve cette probabilité plus grande dans l'alliage recuit que dans l'alliage désordonné, ce qui tend à confirmer l'hypothèse de ségrégation.

Nos expériences s'inscrivent bien dans le cadre des résultats cités. Considérons en effet la courbe (fig.25) de la variation de la température de Curie en fonction de la température des recuits isochrones de 18 heures effectués entre 300 et 1000°C. Nous avons déjà signalé

que cette courbe signifie que le phénomène, apparu lors de recuits à des températures inférieures à 360°C , disparaît à des températures supérieures. Cette température est la température de Curie du nickel. Il semble donc que les quantités magnétiques ou électriques qui ont varié lors de recuits ou d'irradiations reviennent à leur valeur initiale après des recuits suffisamment longs effectués à une température supérieure à la température de Curie du nickel. Le processus de ségrégation, avancé comme explication par la plupart des auteurs cités, pourrait être gouverné par un phénomène d'ordre magnétique. Aux températures inférieures à 360°C , mais assez élevées pour que les atomes de nickel commencent à migrer à travers les lacunes en excès formées lors du recuit à haute température, ceux-ci pourraient avoir intérêt à se regrouper par suite des interactions magnétiques d'échange. Dans les régions où la concentration en nickel serait ainsi accrue, le nombre d'atomes de nickel isolés serait plus faible que dans la solution solide. Par contre la probabilité pour un atome de nickel d'avoir plusieurs premiers voisins semblables serait plus grande. A la lumière du modèle employé précédemment, dans lequel il fallait qu'un nickel soit entouré d'au moins huit premiers voisins de même nature pour porter son moment magnétique, ces regroupements d'atomes augmenteraient le nombre d'atomes de nickel porteurs de moment et par conséquent l'aimantation à saturation et la température de Curie.

A des températures supérieures à 360°C , l'agitation thermique devenant plus importante, les atomes de nickel commenceraient à se séparer.

Ceci expliqueraient bien la redissolution vers 360°C des agglomérats formés par irradiation ou par recuit.

Forme des transitions magnétiques

Des renseignements précieux peuvent encore être tirés de l'évolution des formes des transitions ferromagnétique au cours des recuits. Nous donnons deux exemples d'alliages dont le comportement a été très bien élucidé grâce à de tels renseignements. Les alliages or-nickel et nickel-beryllium ont été étudiés par Gerlach en 1938. L'or-nickel 50-50 (fig.31) précipite en deux phases ferromagnétiques distinctes de concentrations fixes. La courbe donnant l'aimantation en fonction de la température présente deux cassures indiquant les températures de Curie θ_1 et θ_2 de ces deux phases α_1 et α_2 . De plus, cette courbe montre comment la phase α_2 se forme au détriment de la phase α_1 lors des recuits successifs.

L'alliage $Ni_{2,5}Be$ (fig.32) se comporte un peu différemment ; les recuits aboutissent à la formation de deux phases, l'une α_1 dont la température de Curie croît de 40 à 303°C et l'autre α_2 de température de Curie constante et égale à 303°C ; durant la précipitation, la phase α_2 se sépare immédiatement et se forme en quantité croissante tandis que la phase α_1 d'abord en grande quantité disparaît peu à peu alors que sa concentration change de façon continue de α_1 à α_2 . L'alliage $Ni_{84}Be$ (fig.32,bis) se comporte de la même façon. Nous avons cherché à interpréter nos résultats dans le même esprit.

Nos expériences de recuits à 1000°C sur l'échantillon n°1 (fig.22) donnent un exemple du rôle possible des fluctuations locales en concentration dans les alliages Cu-Ni. Après un refroidissement lent à partir de 1000°C, la transition ferromagnétique est très étalée, elle se fait en 60°C environ (courbe 1, fig.22). Les recuits succédant à ce premier traitement rendent la transition de plus en plus abrupte et abaissent la température de Curie (fig.22 courbes 2,3,4.). par ailleurs, les trempes à partir de différentes températures (cf. traitements à 300, 340, 400, 500, 600°C, fig.25) ont augmenté ou diminué la

température de Curie, mais sans plus changer la pente de la transition. Cette transition se passe sur un intervalle de 4 degrés, ce qui correspond à une définition de la composition de l'alliage à 0,1 % près.

Ces comportements se conçoivent très bien dans l'hypothèse des agglomérats. On peut en effet penser que lors d'un recuit à température constante d'une durée bien définie, se forment des agglomérats de composition et de tailles variées, mais ayant tous la même température de Curie, ou du moins des températures de Curie très voisines. Si le refroidissement est lent, il peut se former des agglomérats relatifs à des températures et des temps intermédiaires de recuit et possédant donc des températures de Curie différentes. Ainsi il y a toute une série de températures de Curie à l'intérieur de l'échantillon, la transition est formée de toute une série de cassures, l'ensemble a une allure continue, mais étalée. Par contre, si le recuit se termine par une trempe énergique, les agglomérats formés lors du recuit sont figés avec tous la même température de Curie, θ_a , et la transition est très abrupte.

Une autre remarque importante est la suivante : les transitions magnétiques après les différents recuits ne comportent qu'une seule cassure, indiquant une seule température de Curie, même si l'on descend très au-dessous de la température de Curie. S'il y a formation d'agglomérats, il faut donc que ces agglomérats se forment à l'intérieur d'une phase paramagnétique à température de Curie nulle. Les courbes $M(T)$ obtenues après recuit à 360°C (fig. 26) s'expliquent bien de la façon suivante : lors de ces recuits l'alliage se décompose immédiatement, comme dans les alliages Ni-Be, en une phase non magnétique à forte teneur en cuivre et une phase ferromagnétique riche en nickel, cette phase étant d'abord finement dispersée ; par la suite, la composition des deux phases restent pratiquement inchangées, mais la taille des agglomérats ferromagnétiques augmente et parallèlement leur température de Curie croît.

Calcul

Nous avons vu qu'un enrichissement en nickel de certaines régions pouvait expliquer en particulier l'augmentation de température de Curie des alliages Cu-Ni lors de recuits appropriés. Dans le chapitre II, nous avons calculé, pour un alliage désordonné de Cu-Ni de concentration, c , les probabilités $P(z)$ de trouver des groupes de Z atomes contenant z atomes de nickel; ces probabilités présentent un maximum pour la concentration z/Z égale à la concentration c de l'alliage considéré. Nous avons alors essayé d'avoir une idée de la taille et de la concentration des groupements les plus probables dans l'état supposé complètement "ségrégré" après recuit. Nous avons effectué un calcul basé sur les hypothèses grossières suivantes :

a) les recuits favorisent l'apparition d'agglomérats ayant la température de Curie θ_a ; la trempe est assez rapide pour figer ces agglomérats. La température de Curie de l'échantillon est alors θ_a .

b) les agglomérats se forment à l'intérieur d'une matrice de Cu-Ni à température de Curie nulle; nous avons supposé une matrice contenant 43 % at. de nickel

c) les agglomérats sont sphériques et les atomes à leur surface ont une contribution aux interactions magnétiques deux fois moindre que les atomes intérieurs.*

* L'énergie d'interaction d'un spin avec le champ de Weisse doit être de l'ordre de grandeur de l'énergie thermique d'un spin au point de Curie. Soit alors un agglomérat de N atomes, N_s à la surface, $N - N_s$ à l'intérieur. Soient θ_a la température de Curie de l'agglomérat θ_b celle de l'alliage massif ayant la concentration de l'agglomérat. Les atomes intérieurs contribuent à l'énergie d'interaction par $(N - N_s) k\theta_b$, les atomes de surface par $N_s \frac{k\theta_b}{2}$ et la somme est $N k\theta_a$ si bien que

$$Nk\theta_a = (N - N_s) k\theta_b + N_s \frac{k\theta_b}{2}$$

Si on considère les agglomérats comme des sphères

$$N = V$$

$$N_s = 3V^{2/3}$$

$$\text{et } \frac{\theta_a}{\theta_b} = 1 - \frac{3}{2} N^{-1/3} \quad (1)$$

Dans la structure c.f.c., la valeur la plus petite de N est 13.

d) parmi les agglomérats répondent aux hypothèses précédentes, se forment ceux qui sont les plus probables dans l'alliage désordonné.

Les hypothèses a) et b) proviennent des discussions précédentes. L'hypothèse c) due à Kneller (18) a été utilisée par Ryan et ses collaborateurs (10) pour établir une relation entre θ_a , température de Curie de l'agglomérat, θ_b température de Curie de l'alliage massif de même composition que l'agglomérat et N le nombre d'atomes de l'agglomérat soit :

$$\frac{\theta_a}{\theta_b} = 1 - 3/2 N^{-1/3} \quad (1)$$

θ_b est donné par les courbes de variation de la température de Curie des Cu-Ni en fonction de la concentration en nickel dues à Ahern, M Martin et Sukmith (6) (fig.13).

D'autre part, dans une solution solide désordonnée d'atomes A en proportion p et d'atomes B en proportion q = 1 - p, la probabilité d'apparition d'un agglomérat de N atomes contenant r atomes A est

$$P_{N,r} = \binom{N}{r} p^r q^{N-r} \quad (11)$$

$$\text{où} \quad \binom{N}{r} = \frac{N!}{r!(N-r)!}$$

Connaissant θ_a , l'équation (1) nous donne θ_b correspondant à un N donné, de θ_b , on déduit la concentration f de l'agglomérat et donc $r = fN$ et enfin $P_{N,r}$. On se donne, N comme variable et on peut calculer $P_{N,r}$ probabilité de présence d'un agglomérat contenant N atomes, ainsi que f , sa concentration. Les valeurs de $P_{N,r}$ en fonction de N ont été calculés à partir des résultats obtenus par Hedman et Mattuck (1) sur des alliages désordonnés par des recuits de 20 heures à 1000°C, puis recuits 50 heures à 280°C et trempés, et à partir des résultats relatifs à l'échantillon $\text{Cu}_{31}\text{Ni}_{69}$ après 50 heures de recuit et trempe. Les courbes donnant $P_{N,r}$ en fonction de N (fig.33) passent par un maximum. Dans le tableau XI, figurent c concentration en nickel de l'alliage, θ_a sa température de Curie mesurée après recuit, N le nombre d'atomes des agglomérats les plus probables, f leur concentration en nickel et enfin p la fraction de nickel contenue dans les agglomérats ;

TABLEAU XI

c% at(Ni)	45,6	47	48,8	58,3	69
$\theta_B^{\circ} K$	40	52	61	175	303
N	13	13	13	24,5	54
f% at. Ni	53,5	56	58,5	79,5	88,5
P %	29	36,6	45	57,3	73

Nous constatons que les agglomérats les plus probables de concentration f sont plus riches en nickel que dans l'alliage désordonné.

D'autre part, si l'on considère que les nickels contenus dans ces agglomérats portent le moment magnétique moyen $f\mu_{Ni}$, on peut calculer le moment magnétique par atome de Cu-Ni dans l'état "ségrégré" pour chaque concentration par

$$\mu = P c f \mu_{Ni} \quad \text{avec} \quad \mu_{Ni} = 0,606 \mu_B$$

les résultats figurent dans le tableau XII et sont représentés sur la fig.34.

TABLEAU XII

c % at	45,6	47	48,8	58,3	69
μ en μ_B /atome	0,042	0,057	0,078	0,16	0,270

Nous n'avons pas de données concernant l'aimantation à saturation sur les alliages de Mattuok, quant à notre propre alliage $Cu_{31}Ni_{69}$, son aimantation à saturation mesurée après recuit de 24 heures à $360^{\circ}C$ a augmenté de 2,1 %. L'aimantation calculée pour cet alliage aurait augmenté de 6,3 %, mais nous avons largement surestimé la valeur de cette aimantation en supposant que tous les atomes de nickel se trouvaient dans les agglomérats les plus probables.

D'un autre côté, Van Elst et ses Collaborateurs (17) ont mesuré l'aimantation à saturation d'alliages Cu-Ni préparés comme suit: les composants purs étaient mélangés dans un creuset et coulés dans des moules de cuivre. Les barres de 15 mm de diamètre ainsi obtenues, étaient martellées à froid jusqu'à un diamètre de 5 mm et homogénéisées par un recuit de 3 heures à $900^{\circ}C$. Leurs résultats sont donnés dans le tableau XIII et représentés sur la fig.34.

TABLEAU XIII

% at. Ni	60	50	40	30
μ_{β}/atome	0,17	0,07	0,16	0,13

Ces alliages, homogénéisés pendant peu de temps et non trempés sont sans doute dans un état ségrégré, c'est ainsi que Van Elst explique les grandes valeurs d'aimantation mesurés pour les alliages $Cu_{60}Ni_{40}$ et $Cu_{70}Ni_{30}$ et ceci doit être vrai pour les deux autres alliages. Il ne fait pas de doute que l'aimantation d'alliages non trempés et se trouvant donc dans un état ségrégré, est supérieure à celle d'alliages désordonnés. Notre simple calcul rend compte d'un accroissement de l'aimantation à saturation.

CONCLUSION :

Le système des alliages Cu-Ni est encore souvent donné comme exemple de solution solide , il est clairement établi que ce n'est pas le cas. Le phénomène entraînant les variations des propriétés magnétiques ou électriques lors des traitements thermiques ou des irradiations aux neutrons semble disparaître après des recuits suffisamment longs effectués à des températures supérieures à la température de Curie du nickel. La température de Curie croît lors de recuit à cette température et revient à sa valeur initiale après des recuits à des températures supérieures. L'aimantation croît elle aussi, mais de façon moins importante. L'enrichissement en nickel de certaines régions, pouvant être dû à la tendance des atomes de nickel à se regrouper par suite des interactions magnétiques, peut rendre compte qualitativement de ces variations.

C O N C L U S I O N

Le modèle proposé, basé sur le concept de niveaux liés virtuels, permet d'interpréter la variation du moment magnétique atomique moyen des alliages Cu-Ni désordonnés en fonction de la concentration de façon très satisfaisante, surtout dans la région où le ferromagnétisme apparaît. Nos expériences ont montré que lorsqu'on dilue du fer dans une matrice de Cu-Ni, l'aimantation à saturation et la température de Curie augmentaient de quantité supérieures à la contribution d'0e au fer seul. L'hypothèse de moments induits par le fer sur les atomes de nickel proches voisins rend compte quantitativement des résultats expérimentaux.

Pour étudier l'effet des traitements thermiques sur les alliages Cu-Ni, nous avons déterminé un état de référence reproductible. Nous avons montré que la température de Curie croît lors de recuits à des températures inférieures ou égales à une température proche de la température de Curie du nickel et décroît lors de recuits à des températures supérieures. Nous avons vérifié que l'aimantation à saturation croît elle aussi. Les expériences sont en accord avec celles de nombreux auteurs. Le regroupement des atomes de nickel lors de recuits à basses températures ferait varier l'aimantation et la température de Curie dans le sens observé expérimentalement. Cette tendance à se regrouper pourrait être d'origine magnétique.

BIBLIOGRAPHIE

1. Hadman et Mattuck, J. Phys. Chem. Solids, 23, 1962, 955
2. Shüle et Kehrner, Z. Metallk. 52, 1961, 168
3. Blandin et Friedel, J. Physique Rad., 20, 1959, 160
4. Caroli et Blandin, J. Phys. Chem. Solids, 27, 1966, 503
5. Lederer et Blandin, Phil. Mag., 14, 1966, 363
6. Ahern, Martin, Sucksmith, Proc. of Roy. Soc., 248, 1958, 145
7. Jaccarino et Walker, Phys. Rev. Letters, 15 1965, 258
8. Low et Collins J. Appl. 34, 1195 (1963)
9. Hansen, (1958) Contribution of binary alloys. Mac Graw Hill, New-York.
10. Ryan, Pugh, Smoluchowski, Phys. Rev. 116, 1959 1106
11. Ascoli, Belloni, Quesirolo, Phys. Letters, 9 , 1964, 4 , 305
12. Köster, Shüle, Z. Metallk, 48 1957, 592
13. Schröder, J. of Appl. Phys., 32, 1961 880
14. Meyer et Wolff - Comptes Rendus, 246, 1958, 576
15. Mattuck, J. Phys. Chem. Solids, 23, 1962, 1637
16. Kneller, Z. Physik, 152, 1958, 574
17. Van Elst, Lubach, Van den Berg, Physica, 28, 1962, 1297

A P P E N D I C E

Considérons une bobine de mutuelle constituée de deux enroulements bobinés l'un sur l'autre (primaire et secondaire). Si l'on introduit à l'intérieur de cette bobine un échantillon de perméabilité μ , le coefficient d'inductance-mutuelle va varier d'une quantité dépendant de l'échantillon (μ), de son volume et des caractéristiques des deux enroulements. On mesure cette variation au moyen d'un pont de Hartshorn qui permet de comparer une mutuelle-inductance inconnue à une mutuelle-inductance connue et variable.

A) Bobine de mutuelle.

1) Caractéristiques du primaire

a) Résistance faible : Ceci permet de diminuer les courants de fuite dus à la conductance conductance des capacités parasites. En effet Hartshorn* a montré que pratiquement le schéma réel représentant deux enroulements était celui de la figure a ci-contre. Il en découle que dans le cas où les impédances capacitatives sont du même ordre de grandeur que les impédances résistives, les mesures n'ont plus aucun sens.

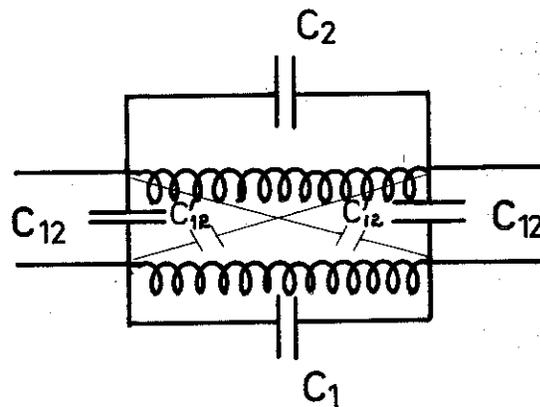


Figure a.

* Hartshorn, Proc. Phys. Soc. London, 1926, 38, 302

b) champ constant le long de l'axe (fig.35) ceci permet d'obtenir, étant donné l'allure du champ du bobinage secondaire, une mutuelle à vide (c'est-à-dire à haute température, lorsque la contribution due à l'échantillon est négligeable) voisine de zéro.

2) Caractéristiques de l'enroulement secondaire

La variation du champ créé par un courant dans le secondaire et représentée sur la figure n° 35.

Ceci permet :

- d'avoir une mutuelle à vide voisine de zéro
- de ne pas capter les tensions parasites dues à une variation d'un champ extérieur uniforme
- d'avoir un champ constant au niveau de l'échantillon. Les nombres de spires des enroulements primaires et secondaires doivent être tels que les variations du coefficient d'inductance-mutuelles restent entre les valeurs extrêmes de la mutuelle étalon (-11000 μ H à 11000 μ H pour une mutuelle Tinsley).

Pour la réalisation des bobinages, le mandrin est fait dans une matière isolante afin de diminuer les pertes par courants de Foucault : quartz aux hautes températures, plexiglass aux basses températures.

B) Pont de Hartshorn.

a) Principe : Les deux primaires de la mutuelle à mesurer et de la mutuelle étalon sont alimentés en série, tandis que les secondaires sont reliés à un indicateur de courant (fig. b). Si l'une des inductances est réglable, l'autre est donnée par la relation

$$M_1 = - M_2$$

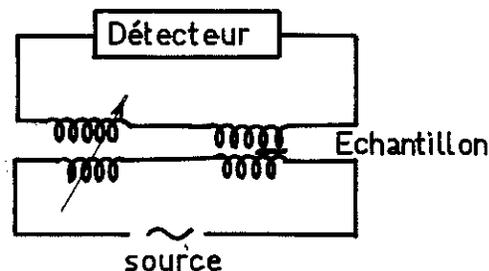


Figure b.

lorsque la tension lue sur le détecteur est nulle, c'est-à-dire lorsque le courant secondaire est nul.

En général, cette méthode ne permet pas de réaliser un bon équilibre du pont. Cela provient

- des pertes d'énergie dues aux courants de Foucault dans les masses métalliques
- des courants de fuite entre primaire et secondaire dus à la conductance des capacités résiduelles des enroulements, ainsi que des capacités mutuelles entre les conducteurs (cf. fig.a).

La force électromotrice induite \bar{e}' dans le secondaire par le courant primaire i n'est donc pas en quadrature avec ce courant et au lieu de

$$\bar{e}' = j \omega M i$$

il y a lieu d'écrire

$$e' = -j\omega M i - \sigma i$$

b) Réalisation : Afin de réduire les pertes, il convient d'opérer à la fréquence la plus basse possible. Afin de corriger le déphasage introduit par les pertes, on admet dans le secondaire, par l'intermédiaire d'une résistance r une tension en phase avec le courant primaire (fig.c). On aboutit ainsi au montage de Hartshorn. Lorsque le courant dans le circuit du détecteur est nul, l'équation de Kirshoff s'écrit :

$$(\sigma_1 + j\omega M_1) i + ri + (\sigma_2 + j\omega M_2) i = 0$$

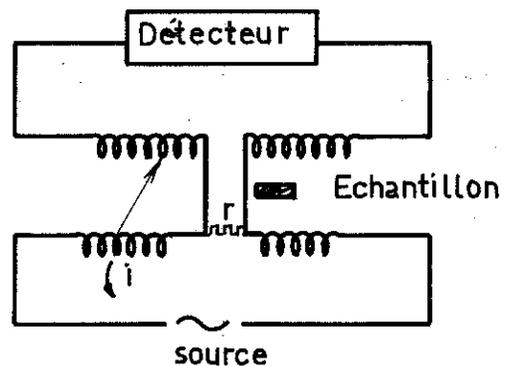


Figure c.

Pour une disposition convenable des enroulements, il résulte

$$M_2 = M_1$$

$$\sigma_2 = \sigma_1 * r$$

Comme les pertes diélectriques dans la mutuelle étalonnée sont faibles,

$$\sigma_2 = * r$$

Pour avoir une bonne sensibilité, il faut pouvoir faire varier M et r de quantités aussi petites que possible. Le montage définitif est représenté sur la figure n°36.

Vu

Grenoble, le

Le Président de la thèse

Vu

Grenoble, le

Le Doyen de la Faculté des Sciences

Vu, et permis d'imprimer,

Le Recteur de l'Académie de Grenoble

T02326
1968/3e C

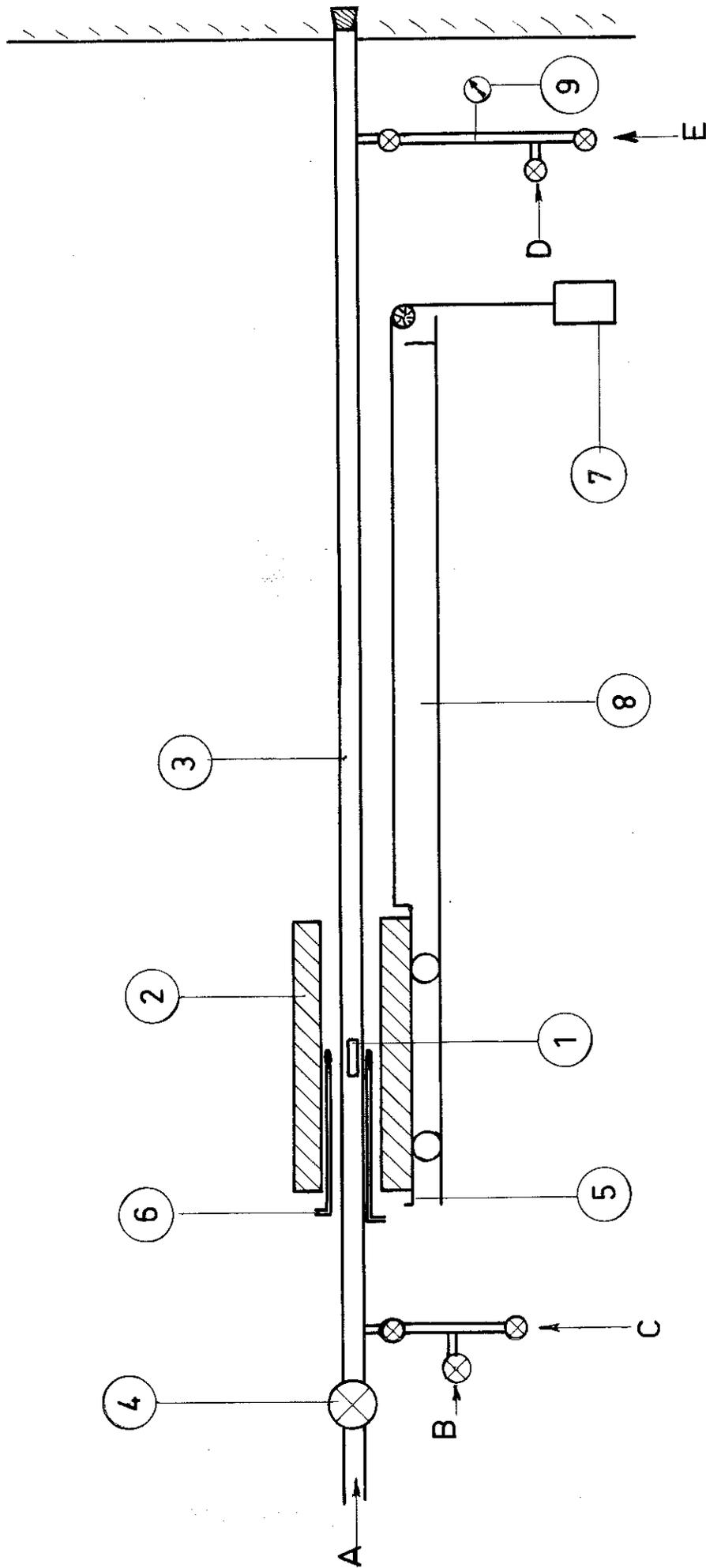
1968.5
(043)3e C

Centre National de la Recherche
Scientifique
Laboratoire d'Electrometallurgie
et de Physique du Metall
Centre de recherches sur les
tres hautes temperatures
DIPLOME

CONTRIBUTION A L'ETUDE
DES PROPRIETES MAGNETIQUES DES ALLIAGES
Cu-Ni et Cu-Ni-Fe A FAIBLE CONCENTRATION EN FER

Shémas et figures

Figure 1 - Vue d'ensemble du montage de traitements thermiques



- 1 - Echantillon. 2 - Four. 3 - Tube inox. 4 - Vanne électromagnétique. 5 - Chariot portant le four. 6 - Thermocouples. 7 - Contre-poids pouvant entraîner le chariot. 8 - Rails. 9 - Manomètre.
- A - Entrée de H₂ sous 120 kg/cm² de pression. B - H₂ pur pour bulle à bulle. C - Entrée d'Azote. D - Sortie bulle à bulle. E - Vers pompe à vide.

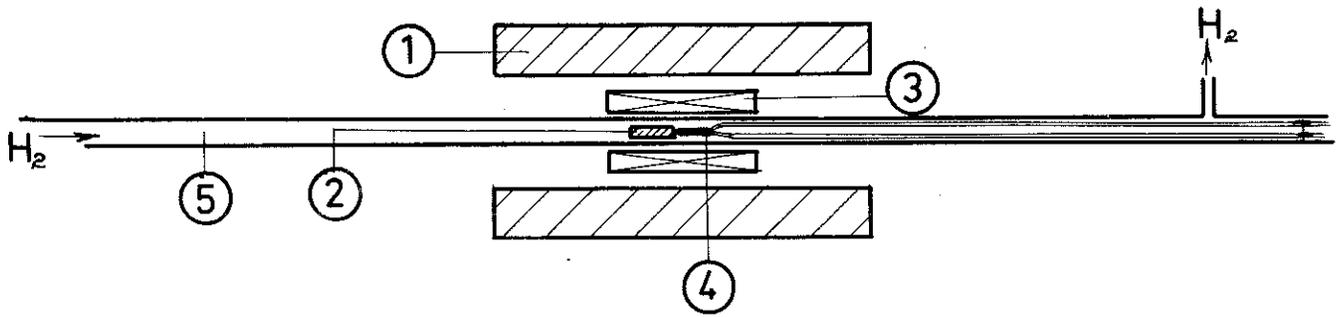


Figure 2. ① Four ② Echantillon ③ Bobine d'inductance mutuelle -
④ Thermosonde ⑤ Tube de quartz -

Figure 3.

- 1 Echantillon
- 2 Thermosonde
- 3 Bobine
- 4 Calorimetre
- 5 Vers pompe à vide
- 6 Bain d'azote liquide
- 7 Bain d'azote ou d'hydrogène liquide

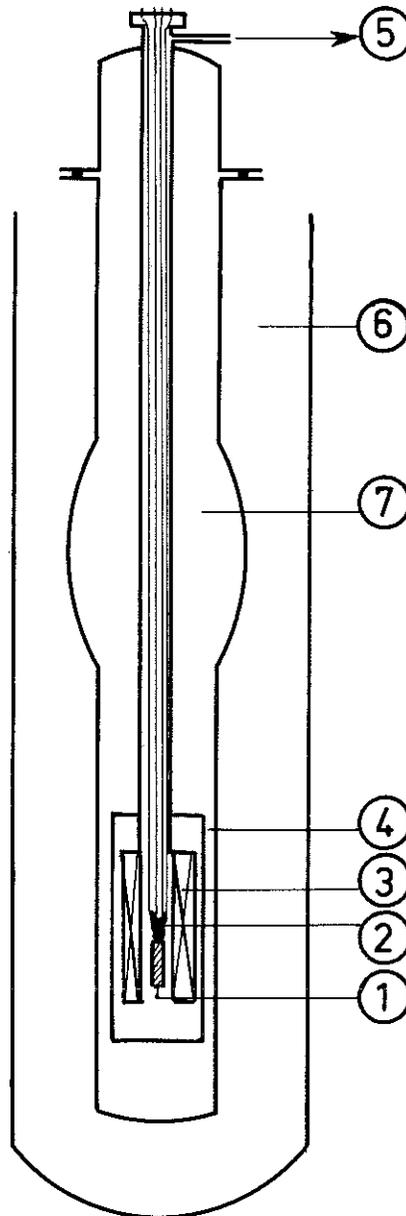
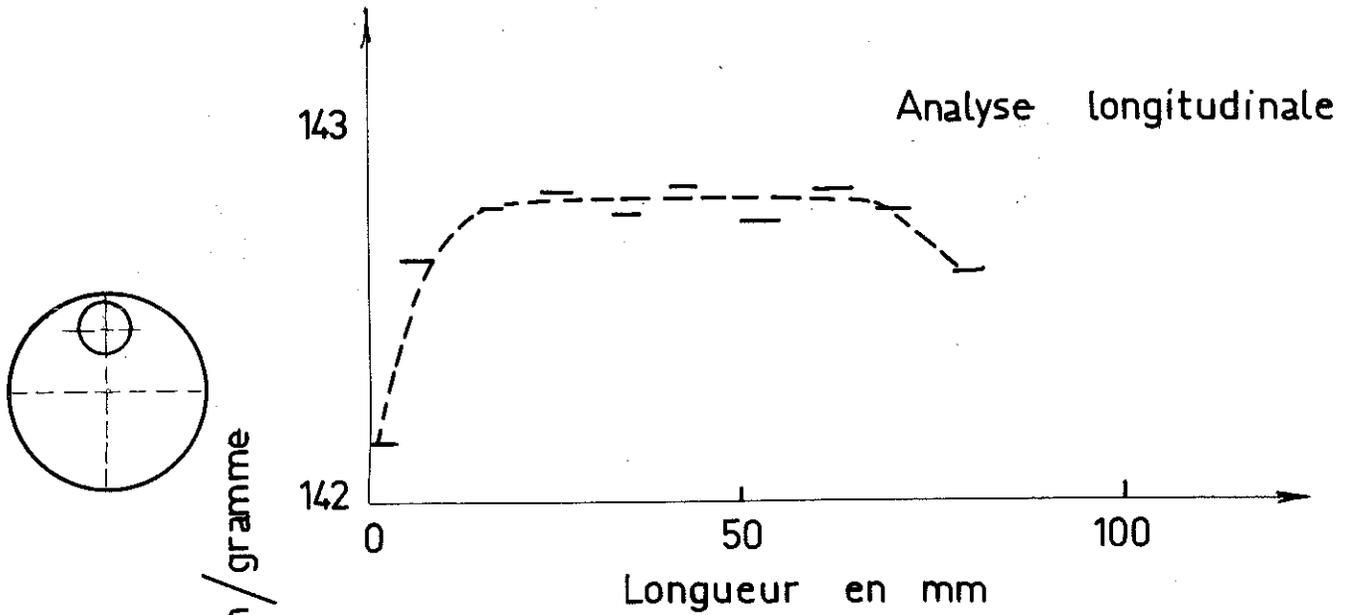
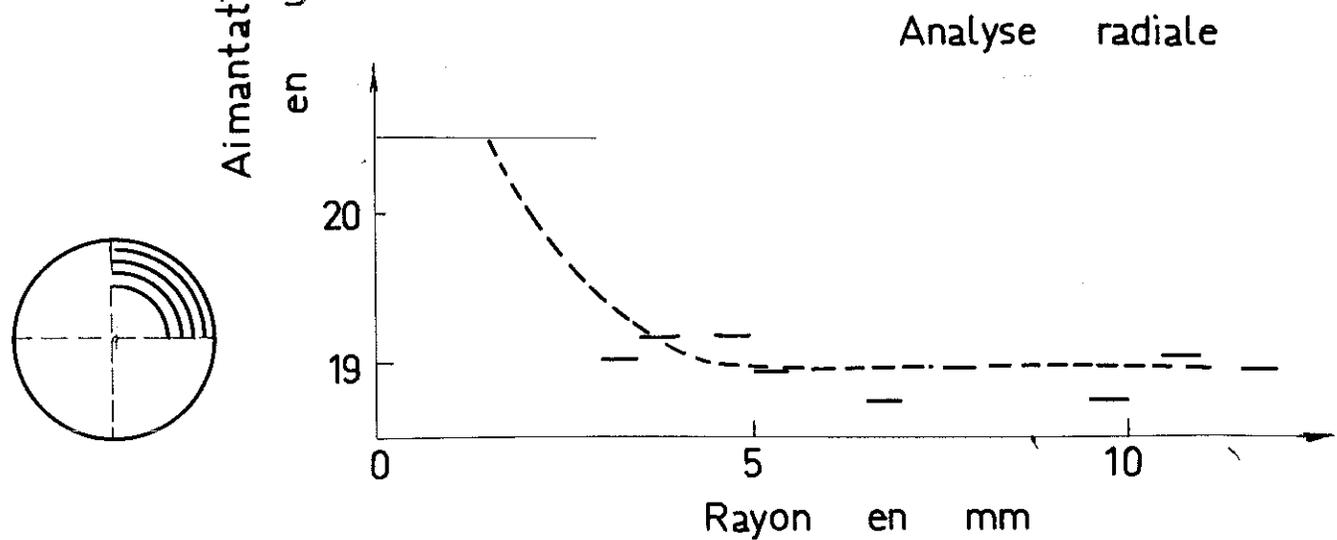


Figure 4 - Analyse d'un alliage Cu-Ni



Analyse d'un cylindre de 6 mm de diamètre, taillé dans le lingot brut à une distance de l'axe de 8 mm.



Analyse d'un quart de lingot dans la région homogène longitudinalement.

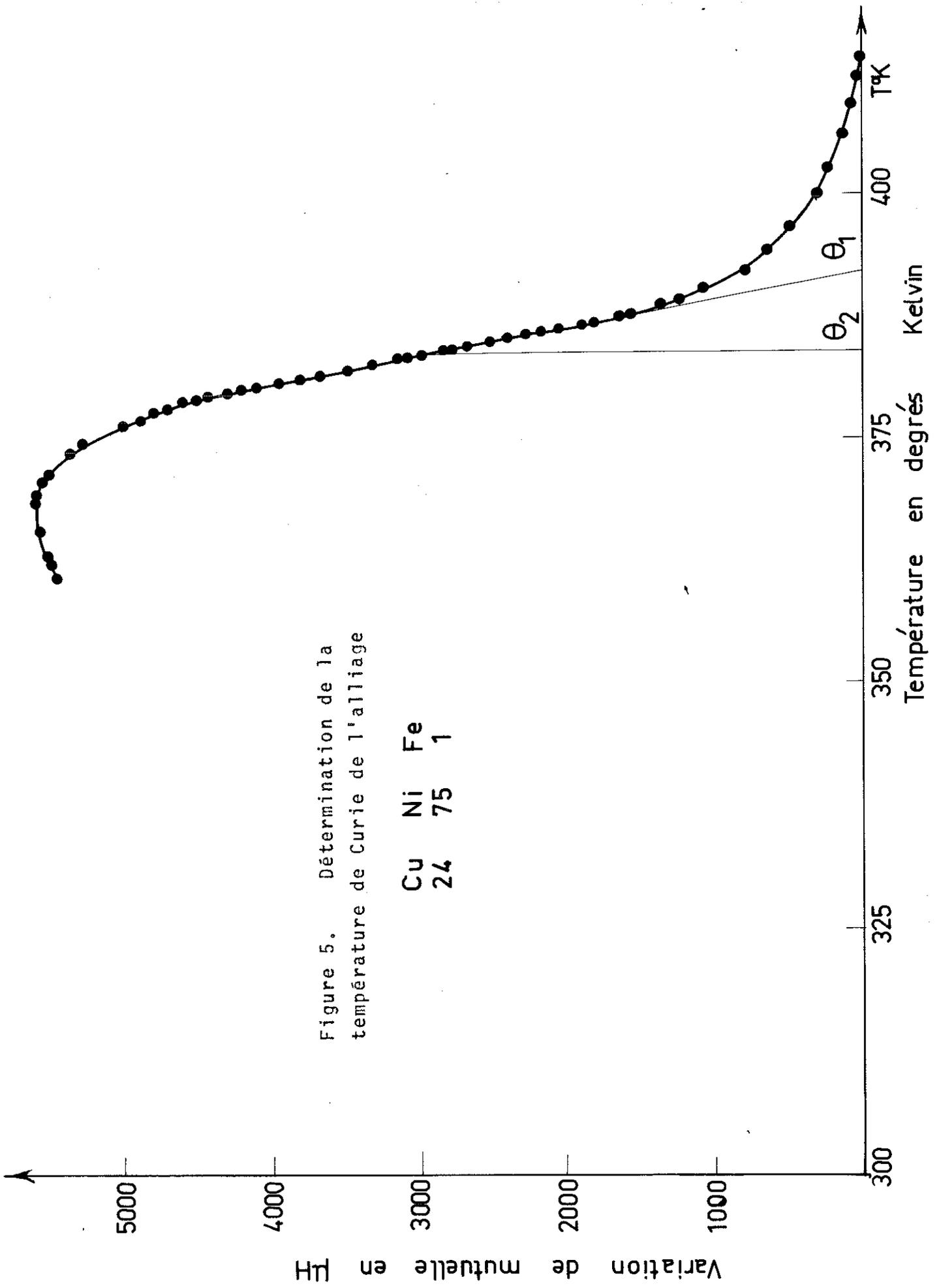


Figure 5. Détermination de la température de Curie de l'alliage

Cu	Ni	Fe
24	75	1

Figure 6. Détermination de la température de Curie de l'alliage

Cu	Ni	Fe
27	72	1

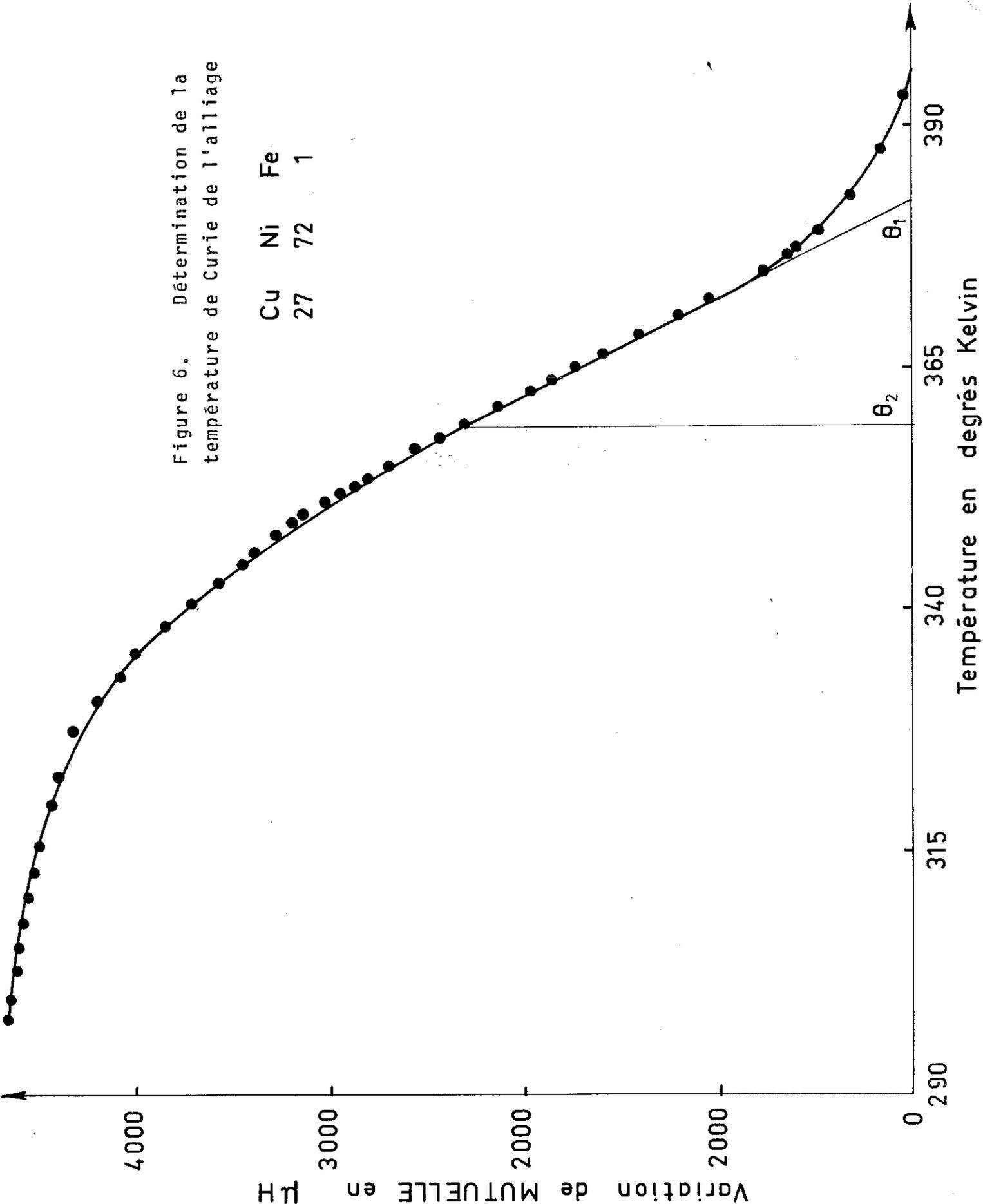


Figure 7. Détermination de la température de Curie de l'alliage

Cu 34 Ni 65 Fe 1

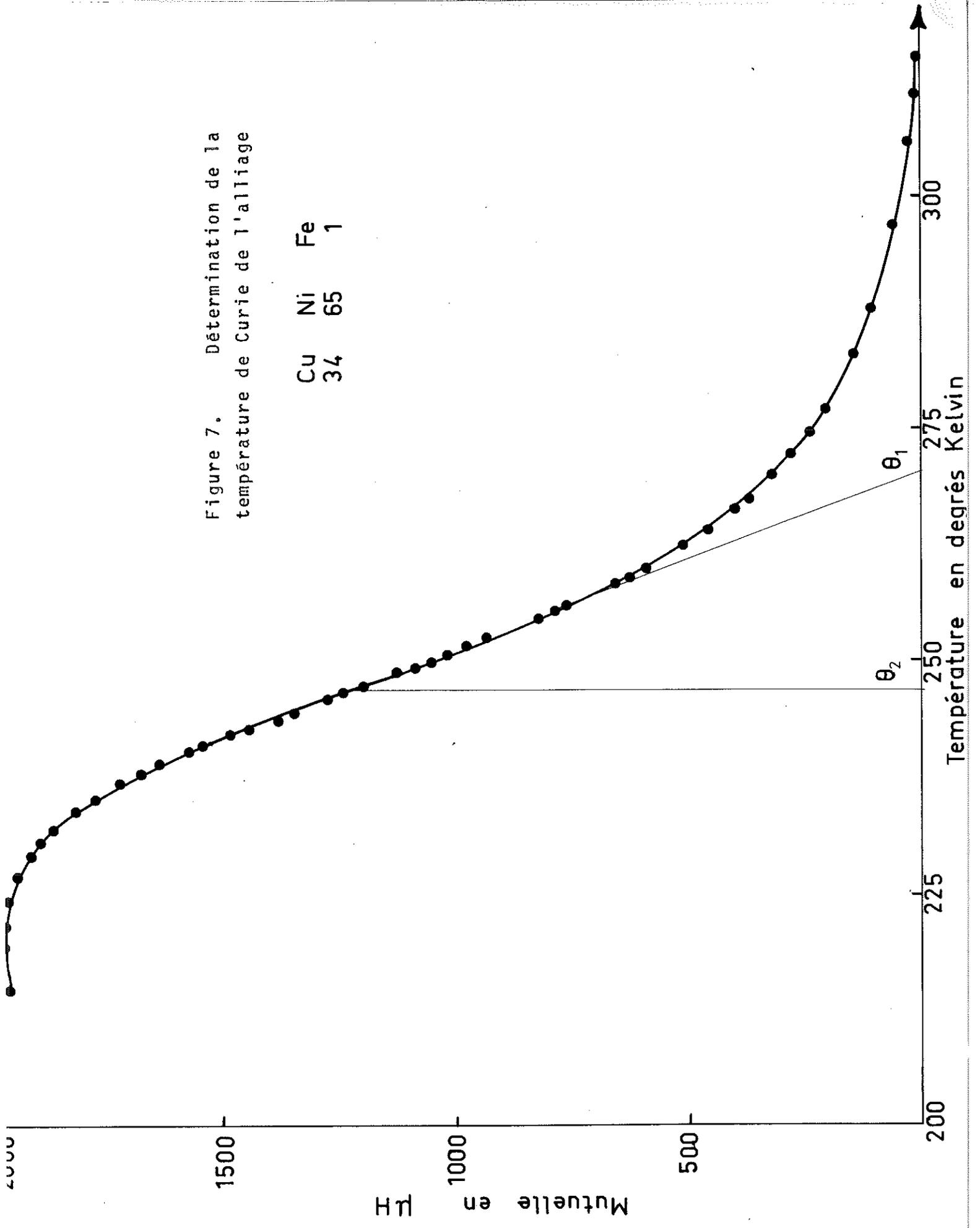


Figure 8. Détermination de la température de Curie de l'alliage

Cu Ni Fe
44 55 1

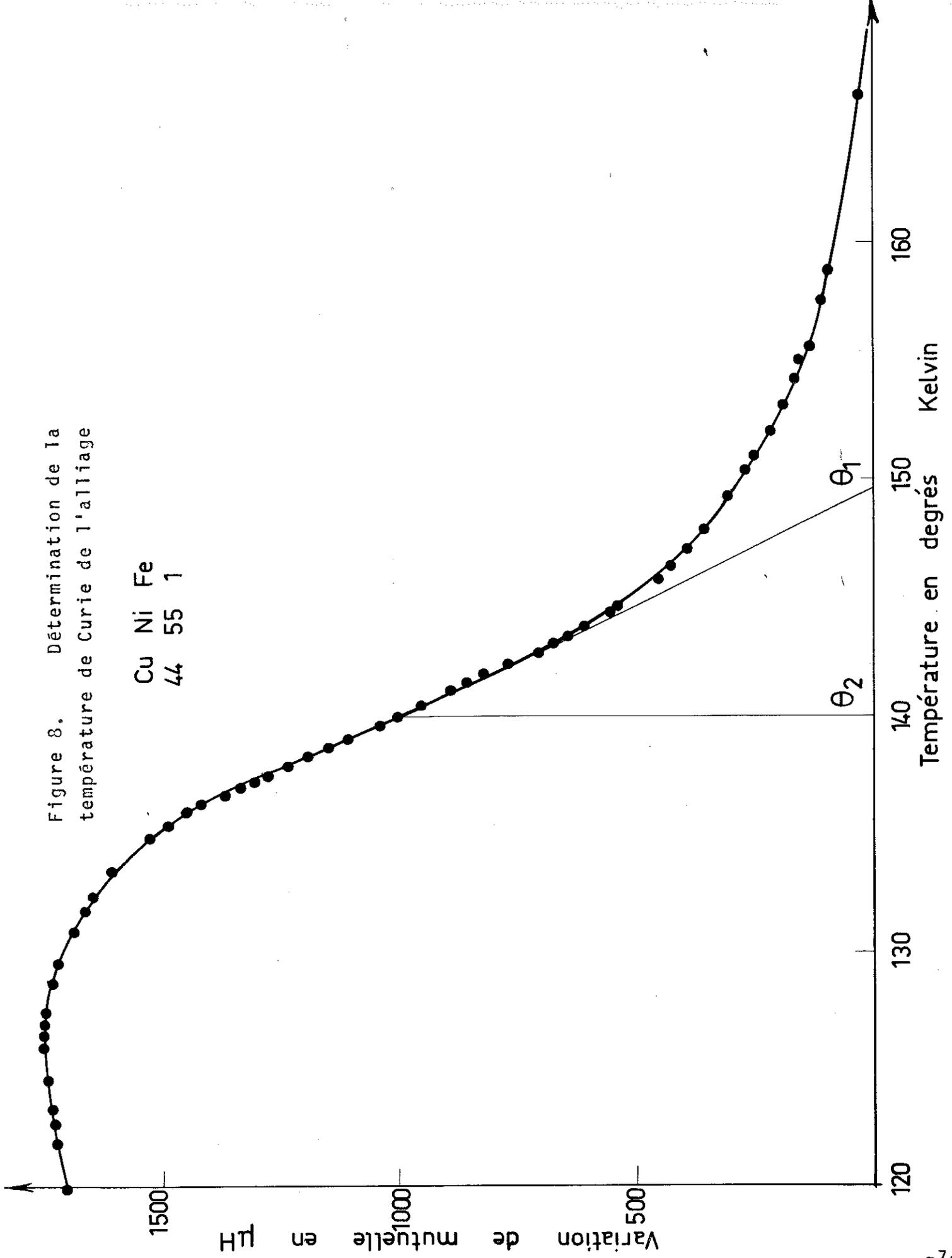


Figure 9. Détermination de la température de Curie de l'alliage

Cu Ni Fe
49 50 1

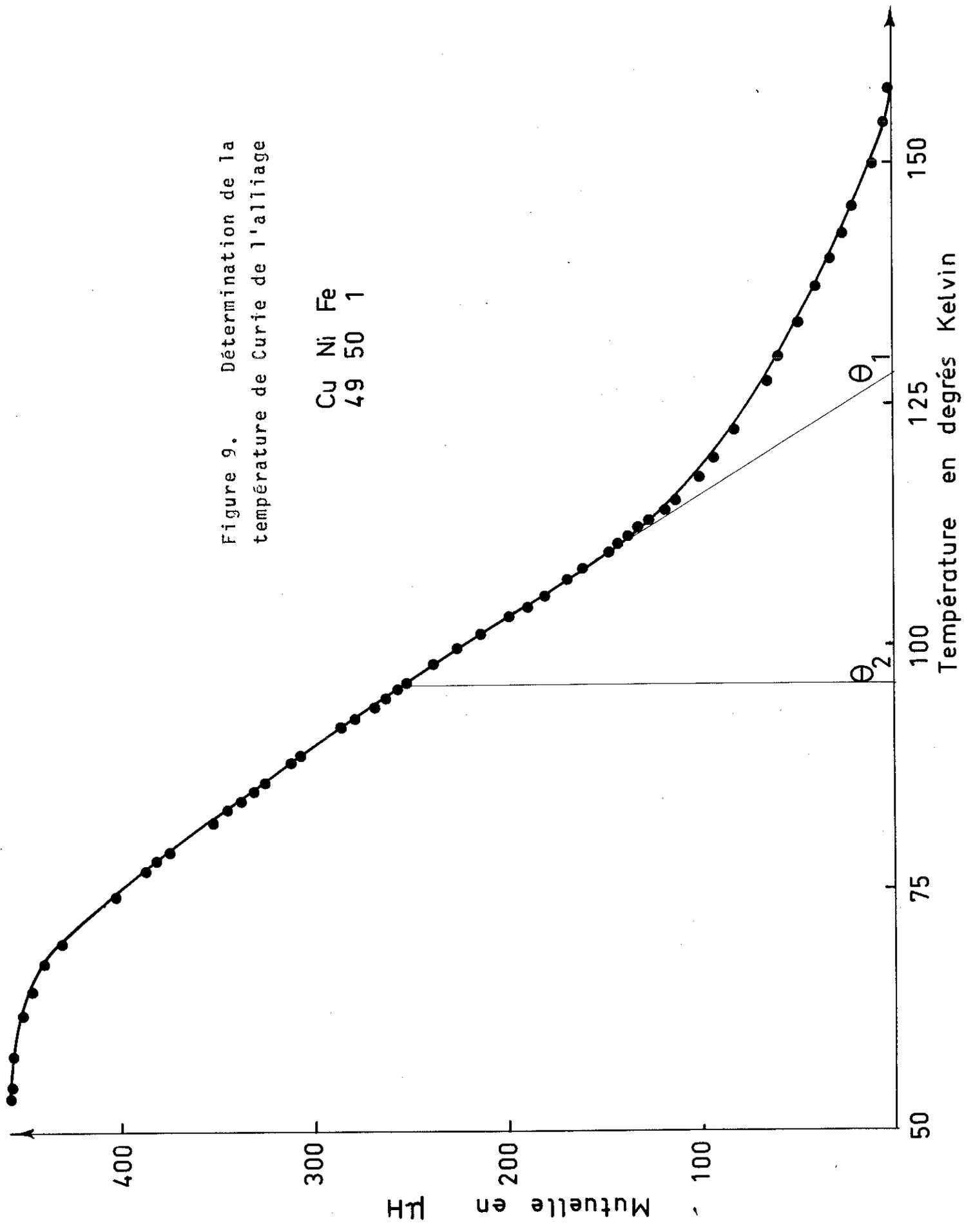


Figure 10. Détermination de la température de Curie de l'alliage Cu Ni Fe 54 45 1

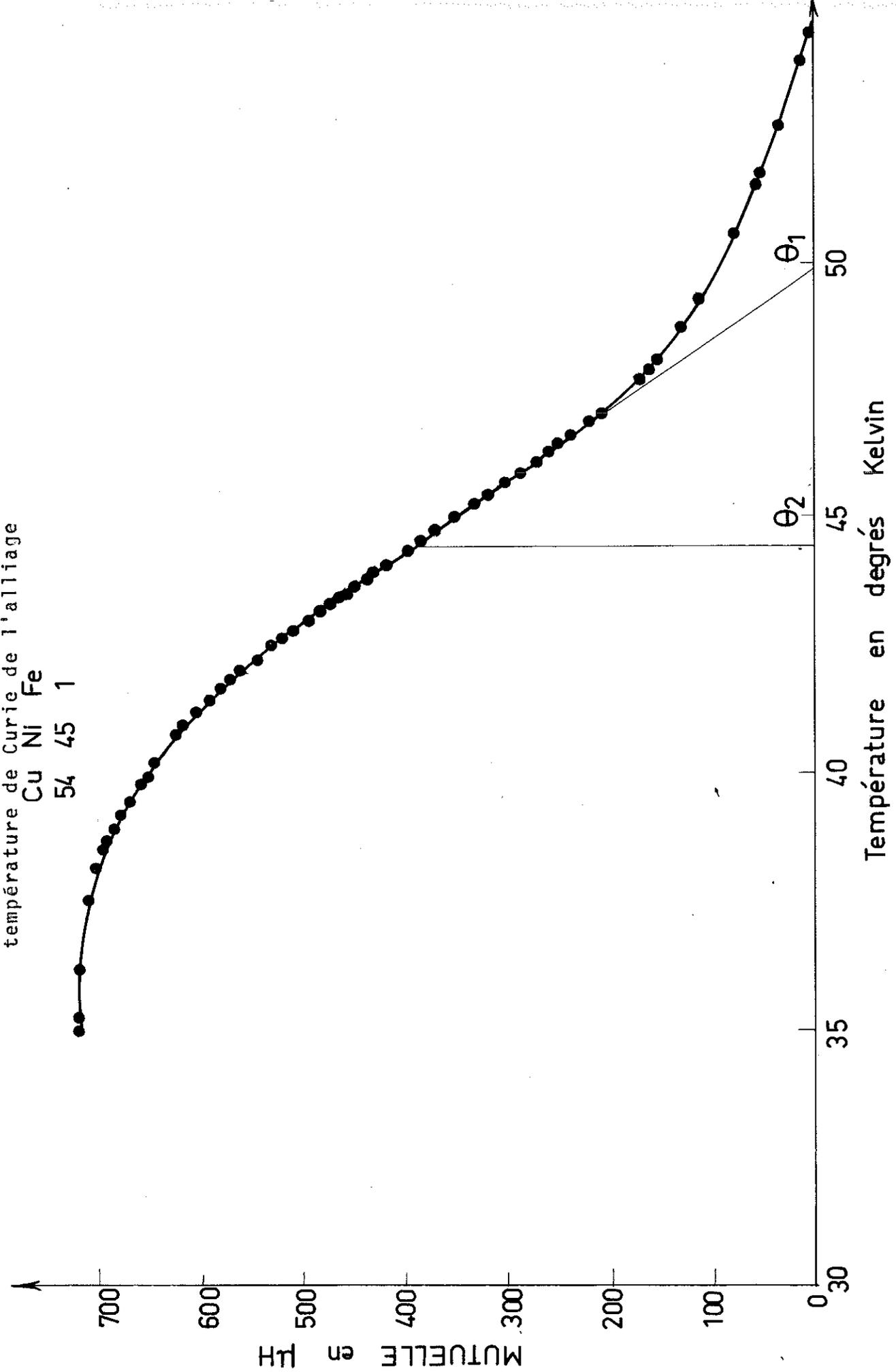


Figure 11. Détermination de la température de Curie de l'alliage

Cu Ni Fe
59 40 1

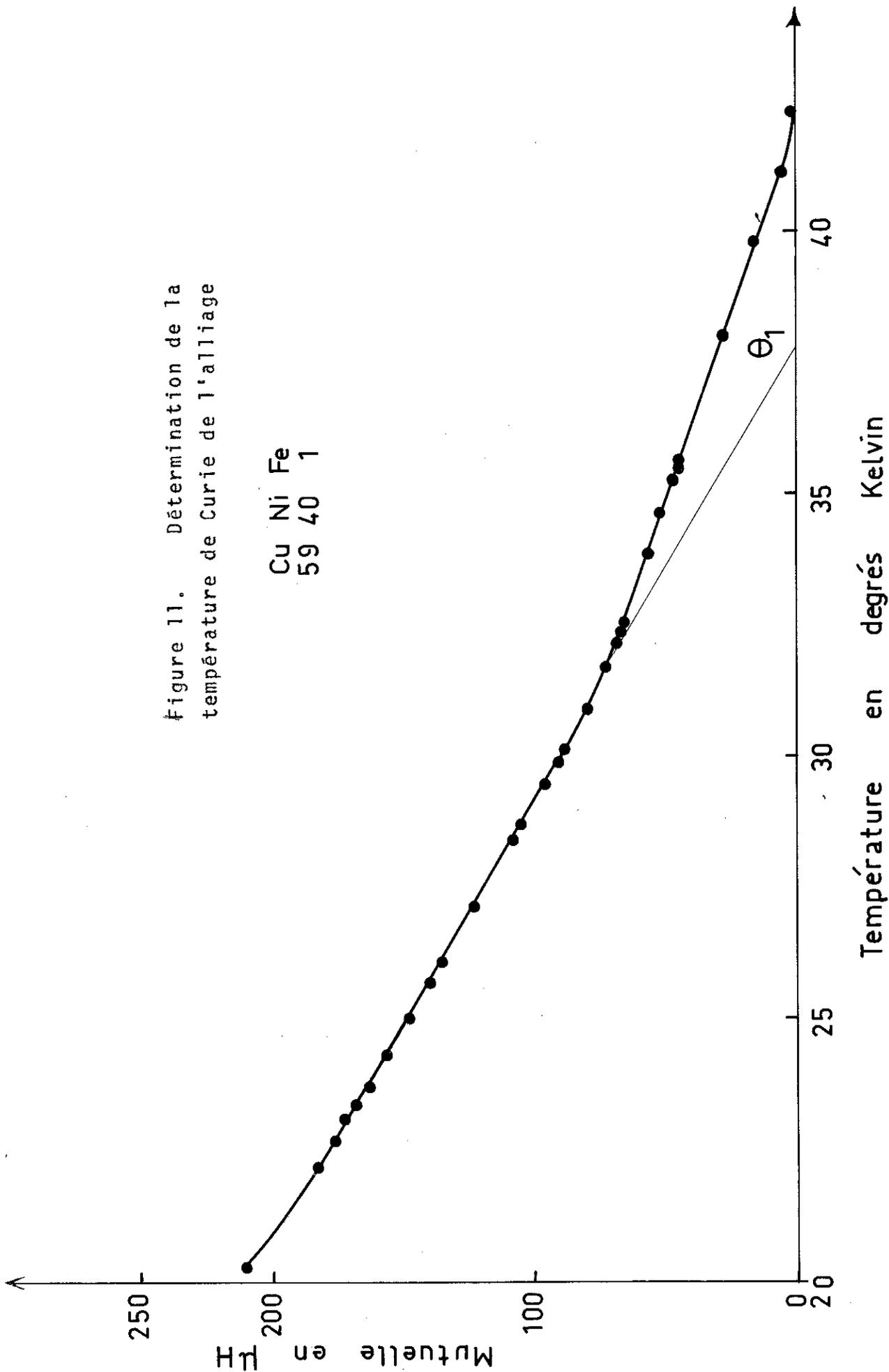
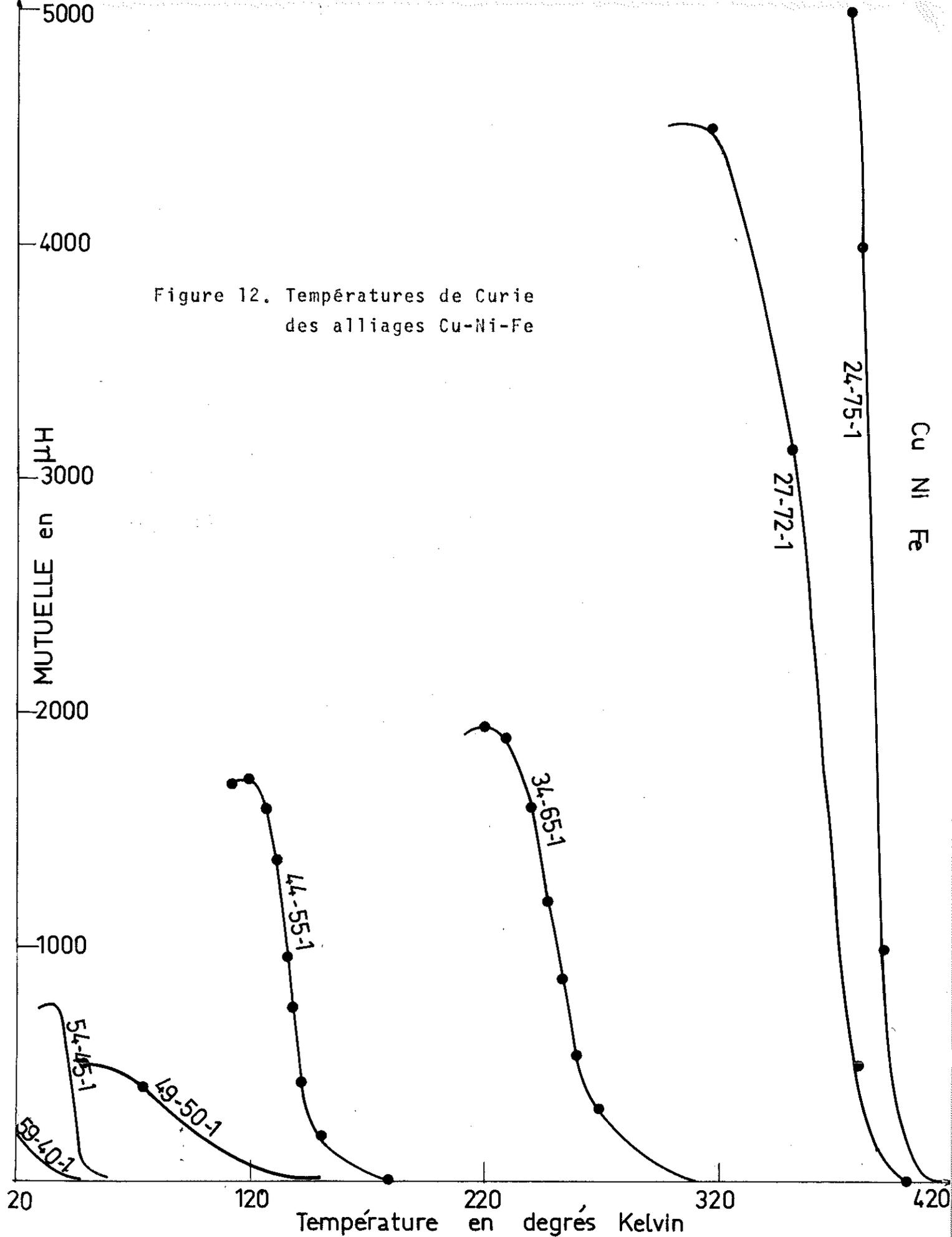


Figure 12. Températures de Curie des alliages Cu-Ni-Fe



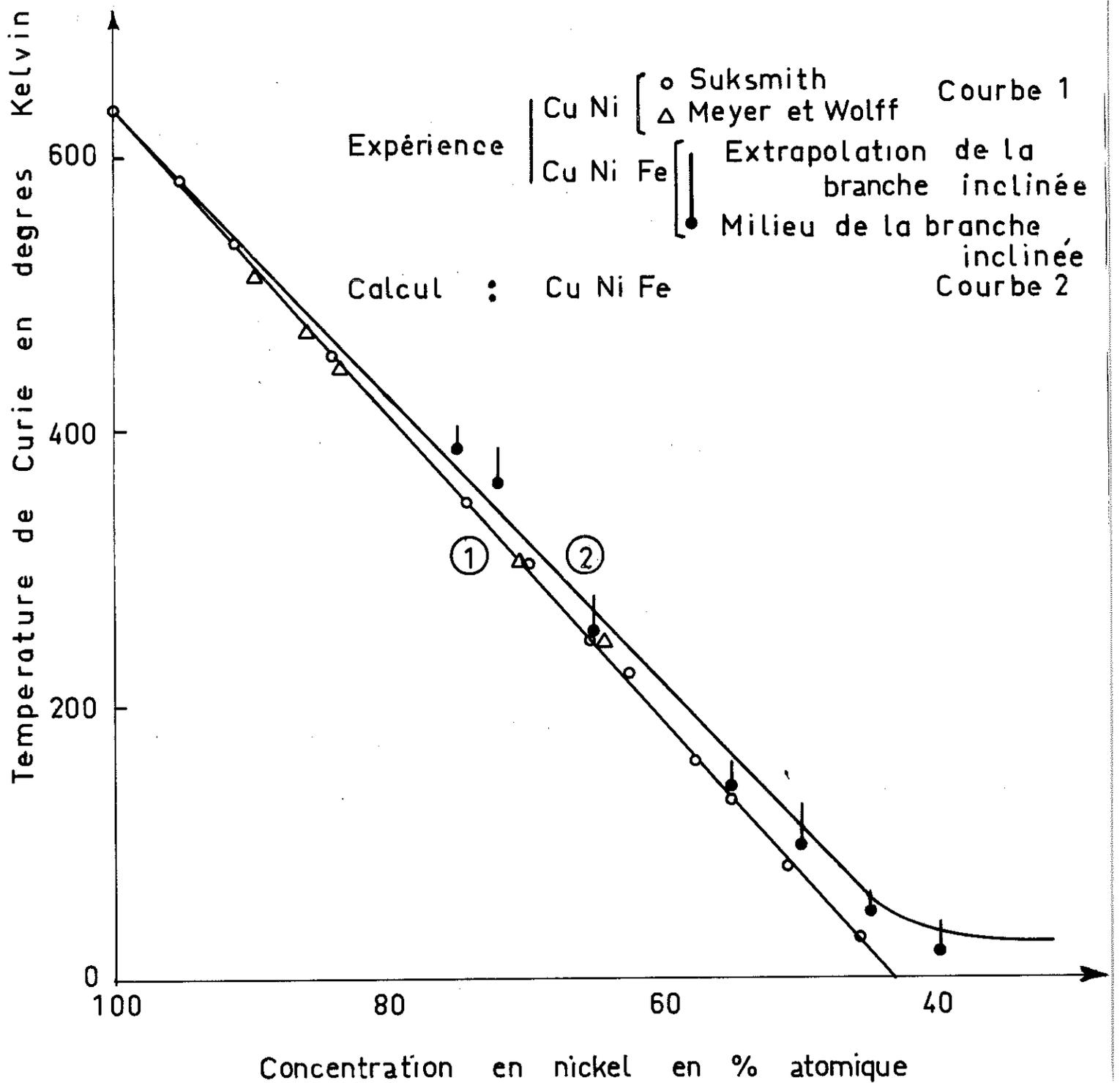


Figure 13. Variation de la température de Curie des alliages Cu-Ni et Cu-Ni-Fe en fonction de la concentration en nickel

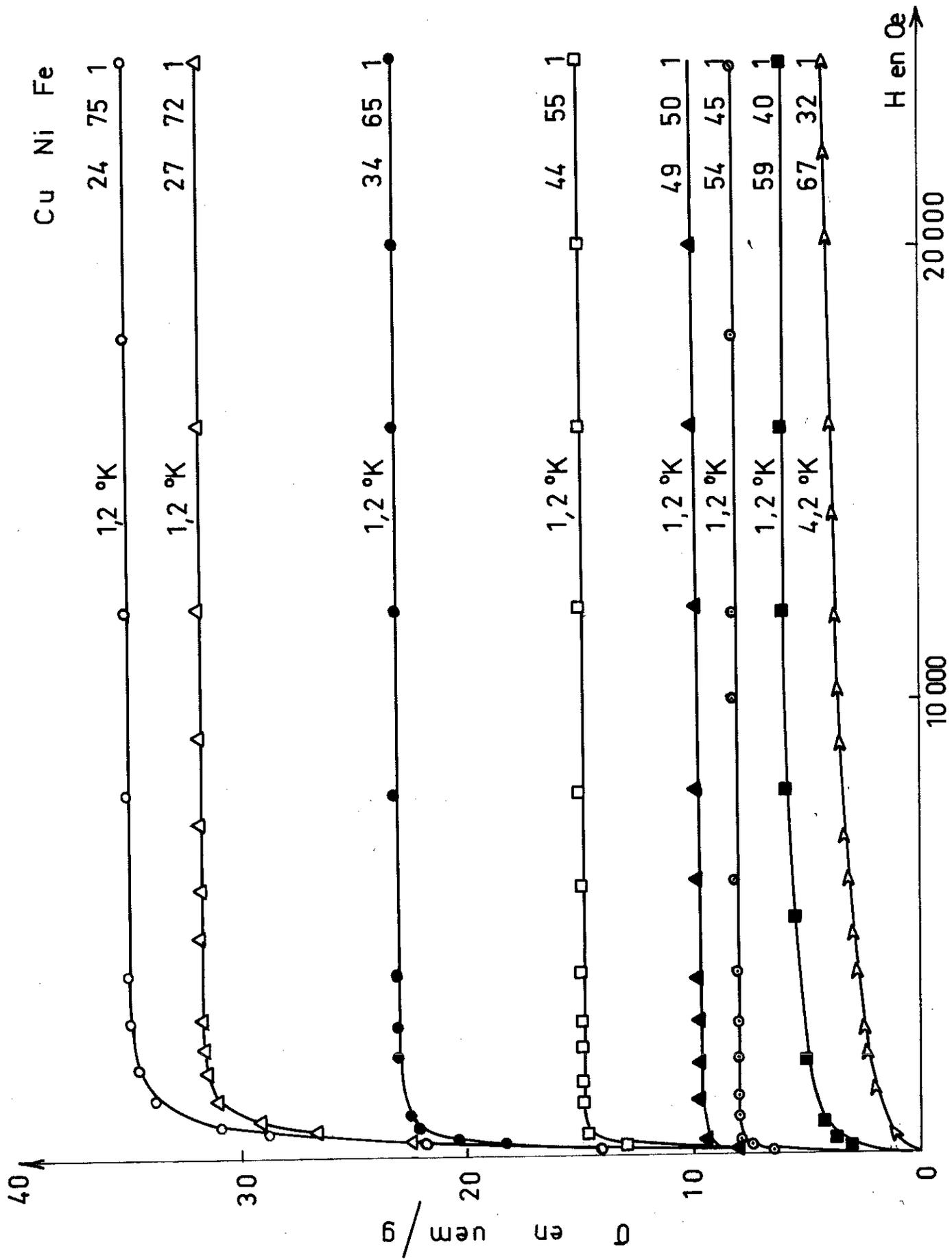


Figure 14. Courbes d'aimantation des alliages Cu-Ni-Fe

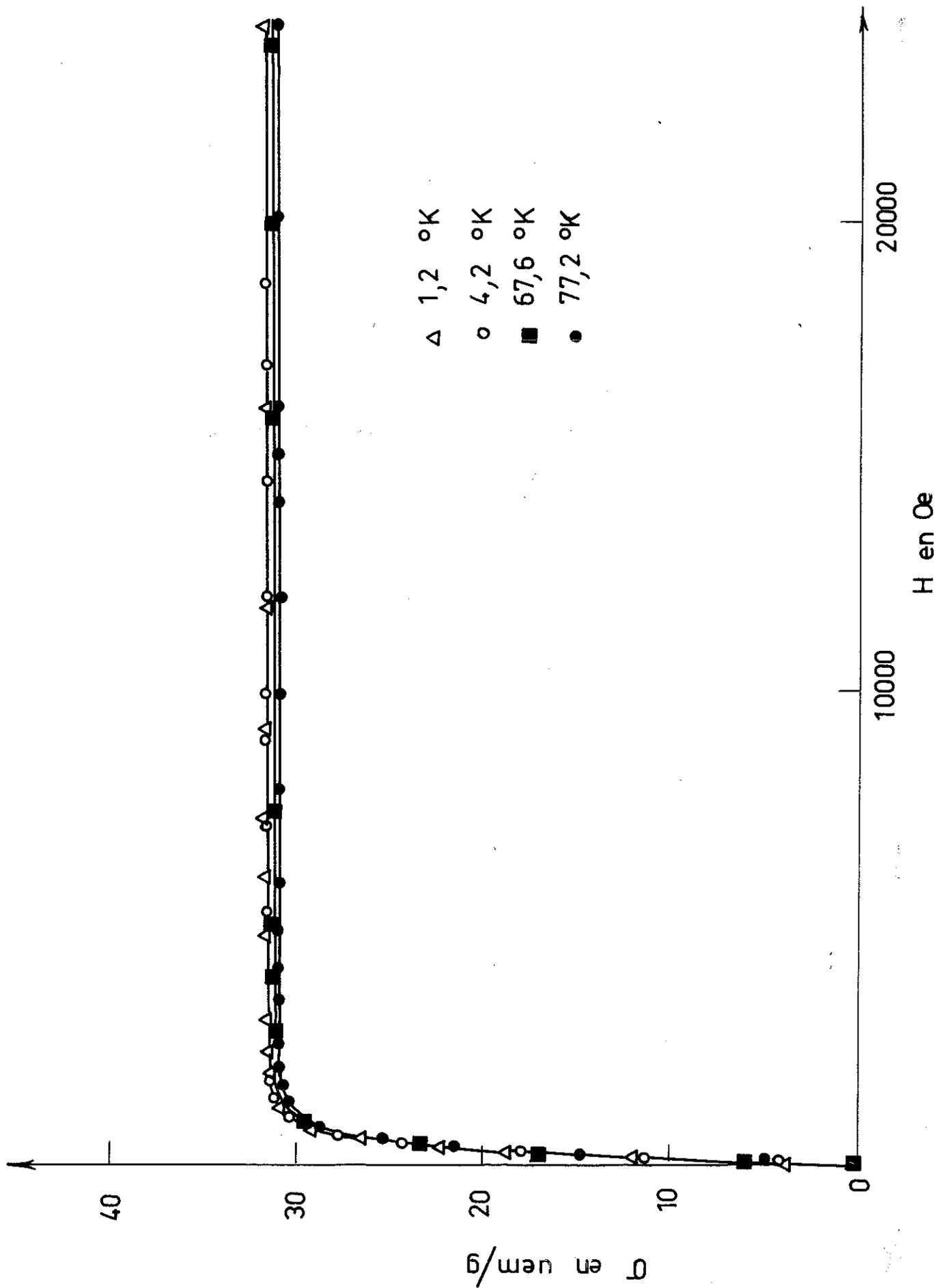


Figure 15. Courbes d'aimantation de l'alliage $\text{Cu}_{27}\text{Ni}_{72}\text{Fe}_1$

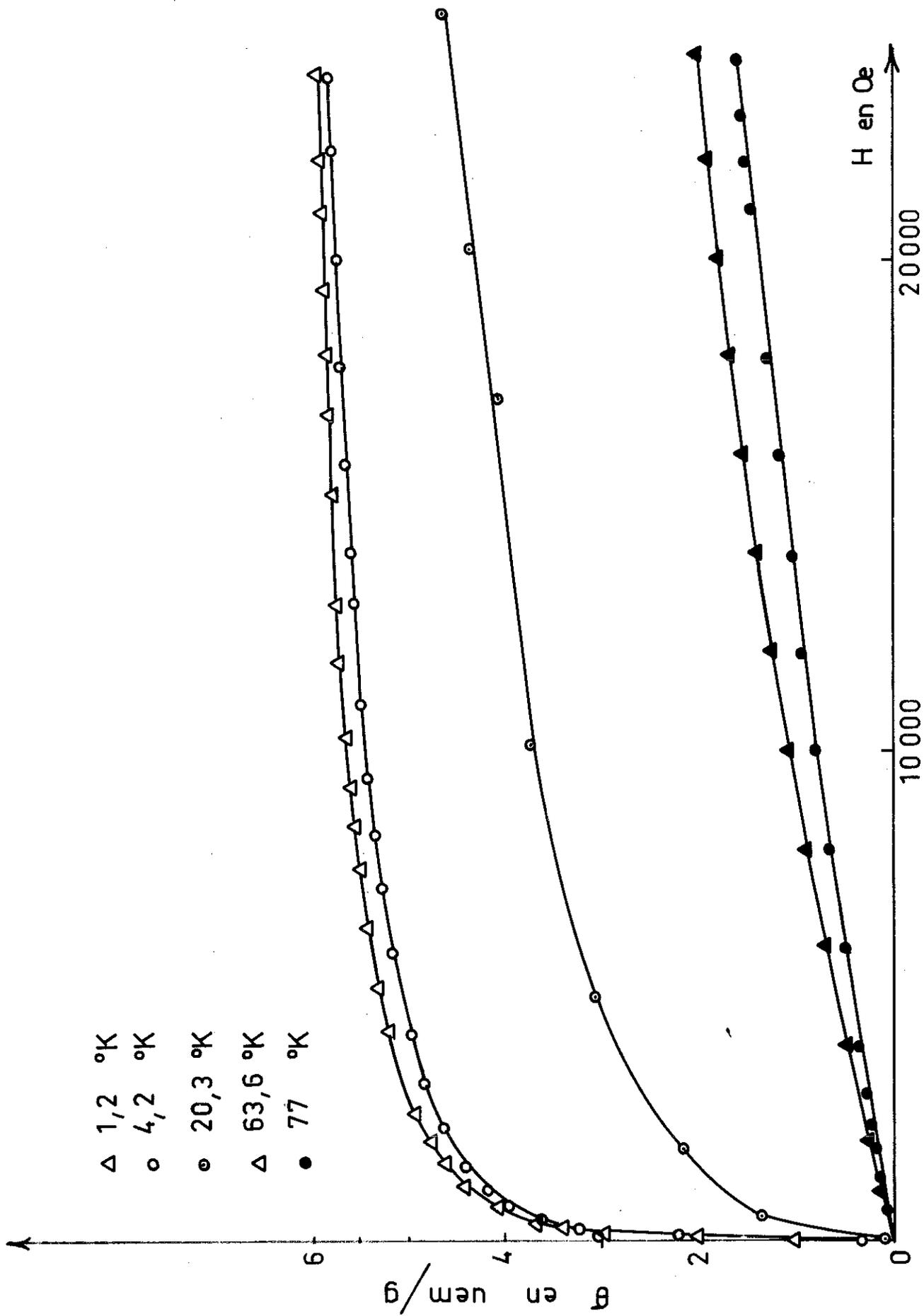


Figure 16. Courbes d'aimantation de l'alliage $\text{Cu}_{59}\text{Ni}_{40}\text{Fe}_1$

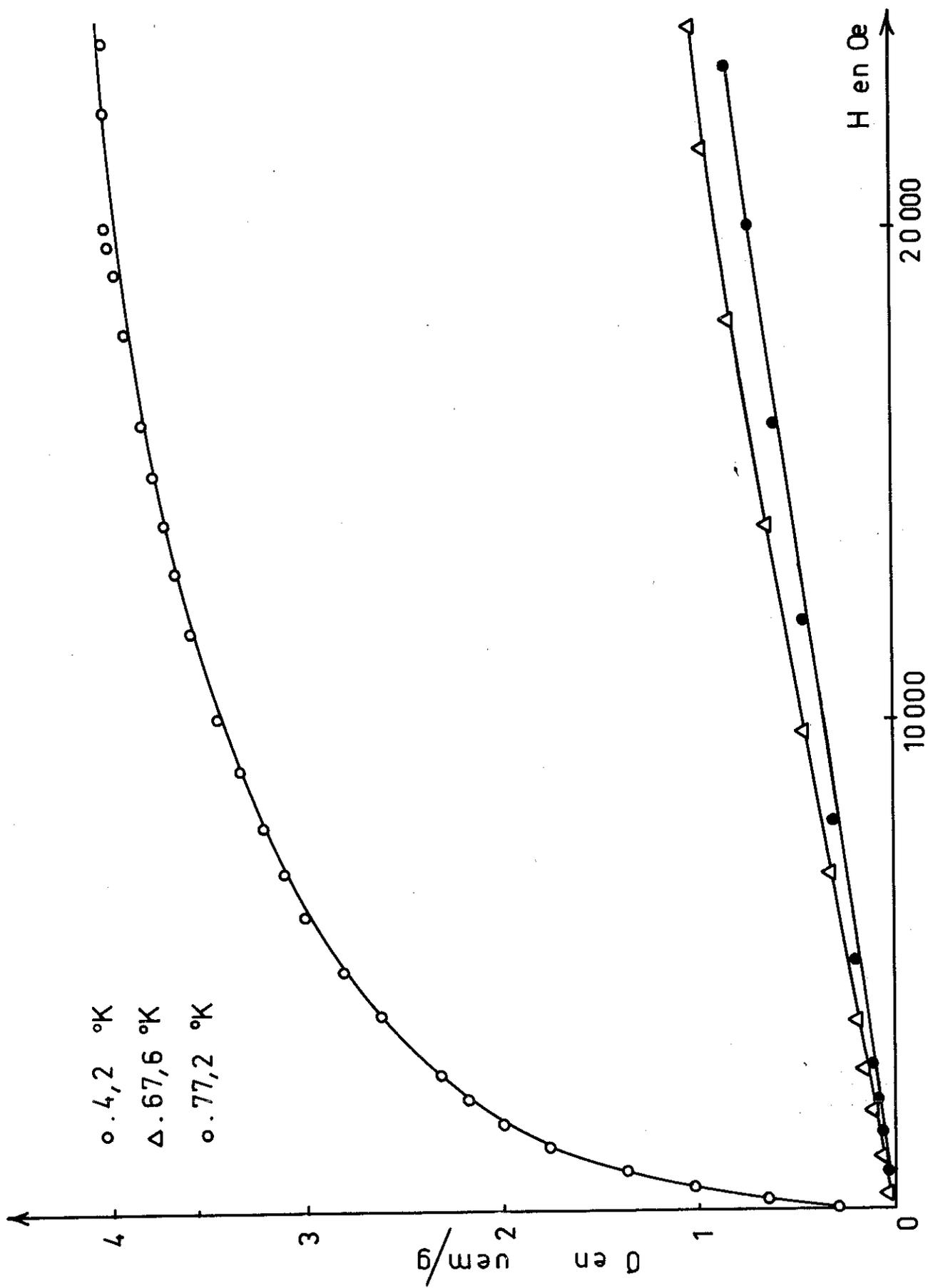


Figure 17. Courbes d'aimantation de l'alliage Cu₆₇ Ni₃₂ Fe₁

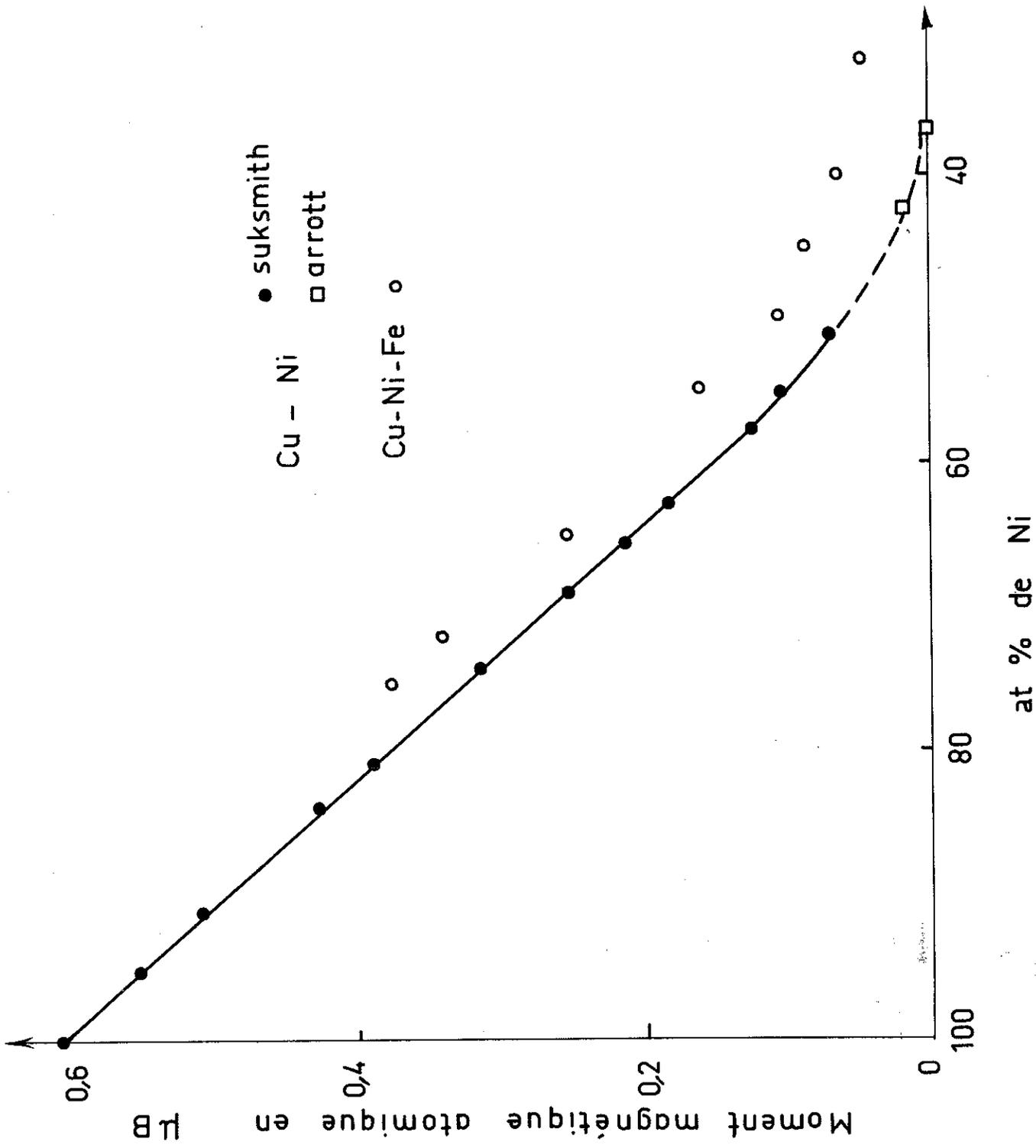


Figure 18. Variation du moment magnétique atomique des alliages Cu-Ni et Cu-Ni-Fe en fonction de la concentration en nickel

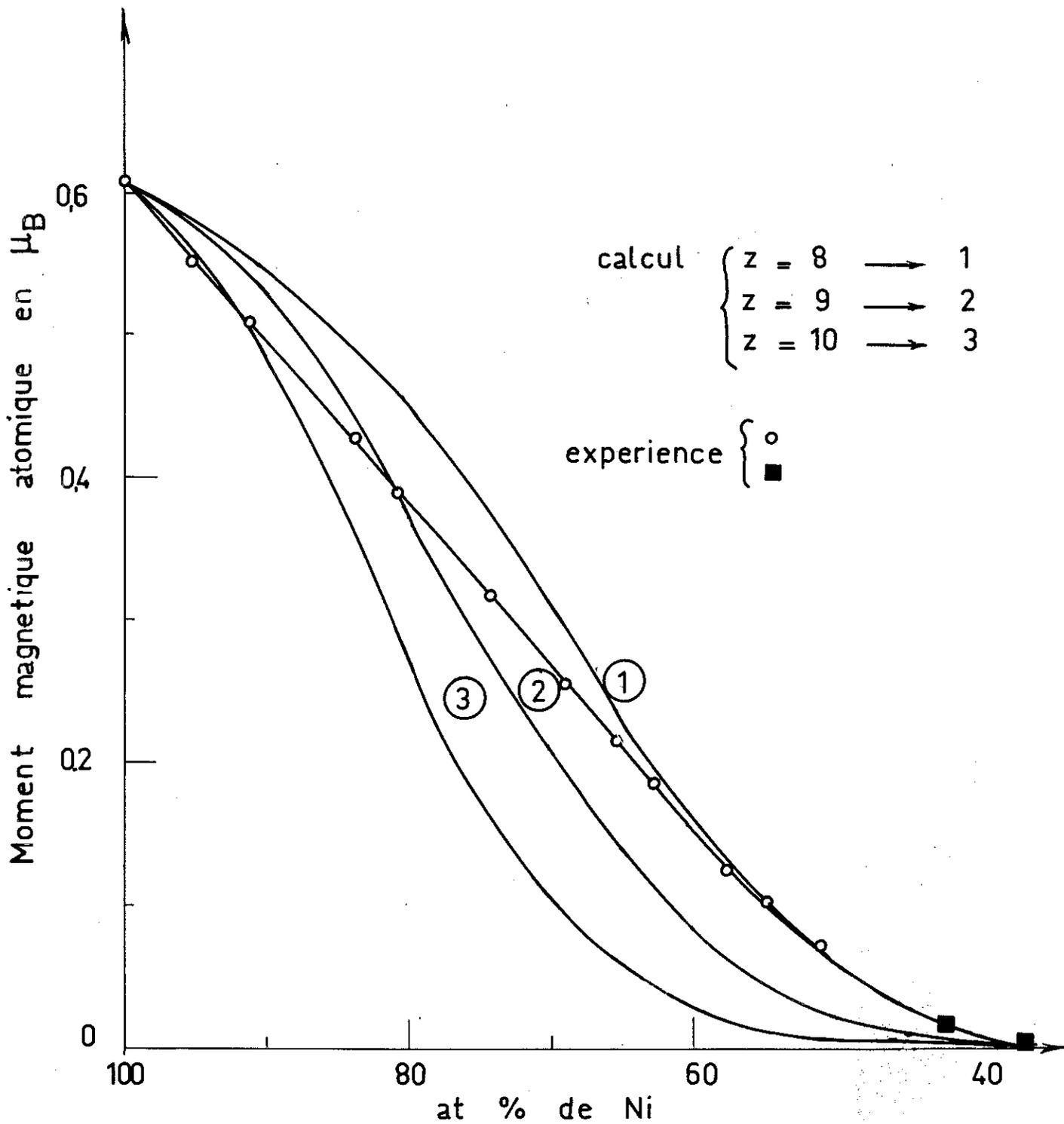


Figure 19. Comparaison du moment magnétique atomique calculé (pour $z = 8, 9$ ou 10) avec les résultats expérimentaux, pour les alliages Cu-Ni.

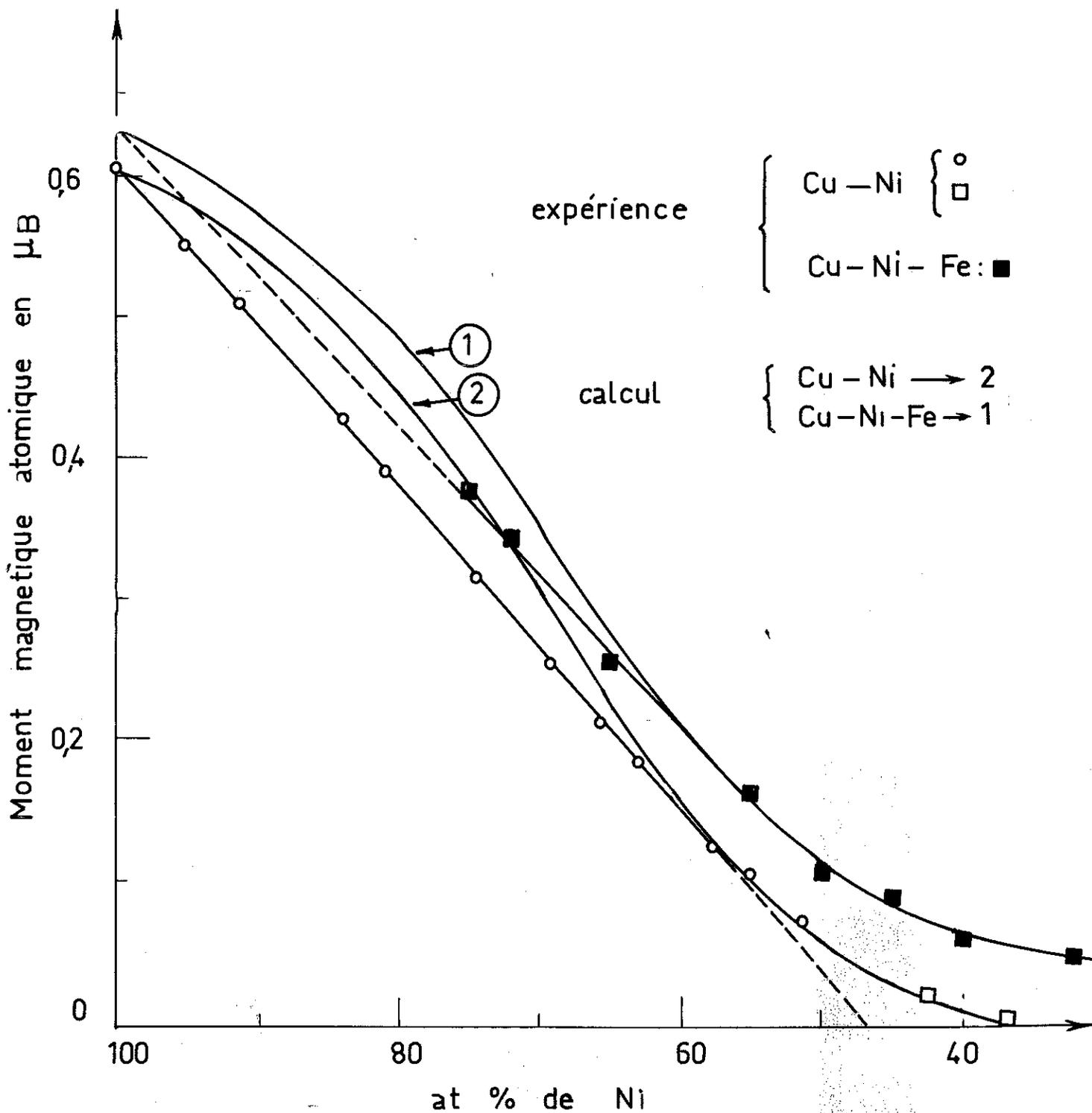


Figure 20. Comparaison des variations calculées (pour $z = 8$) et expérimentales du moment magnétique atomique en fonction de la concentration de nickel dans les alliages Cu-Ni et Cu-Ni-Fe

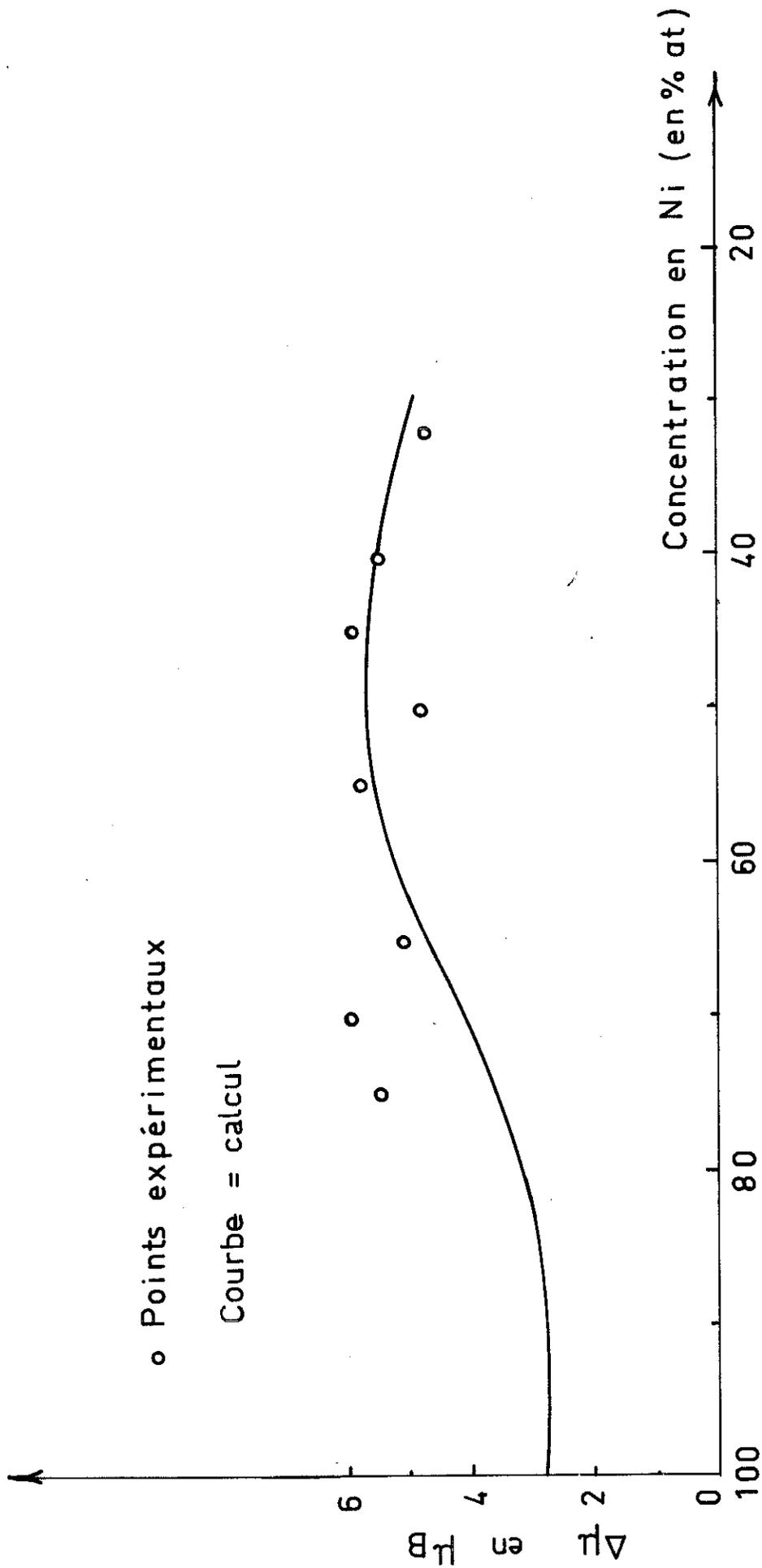
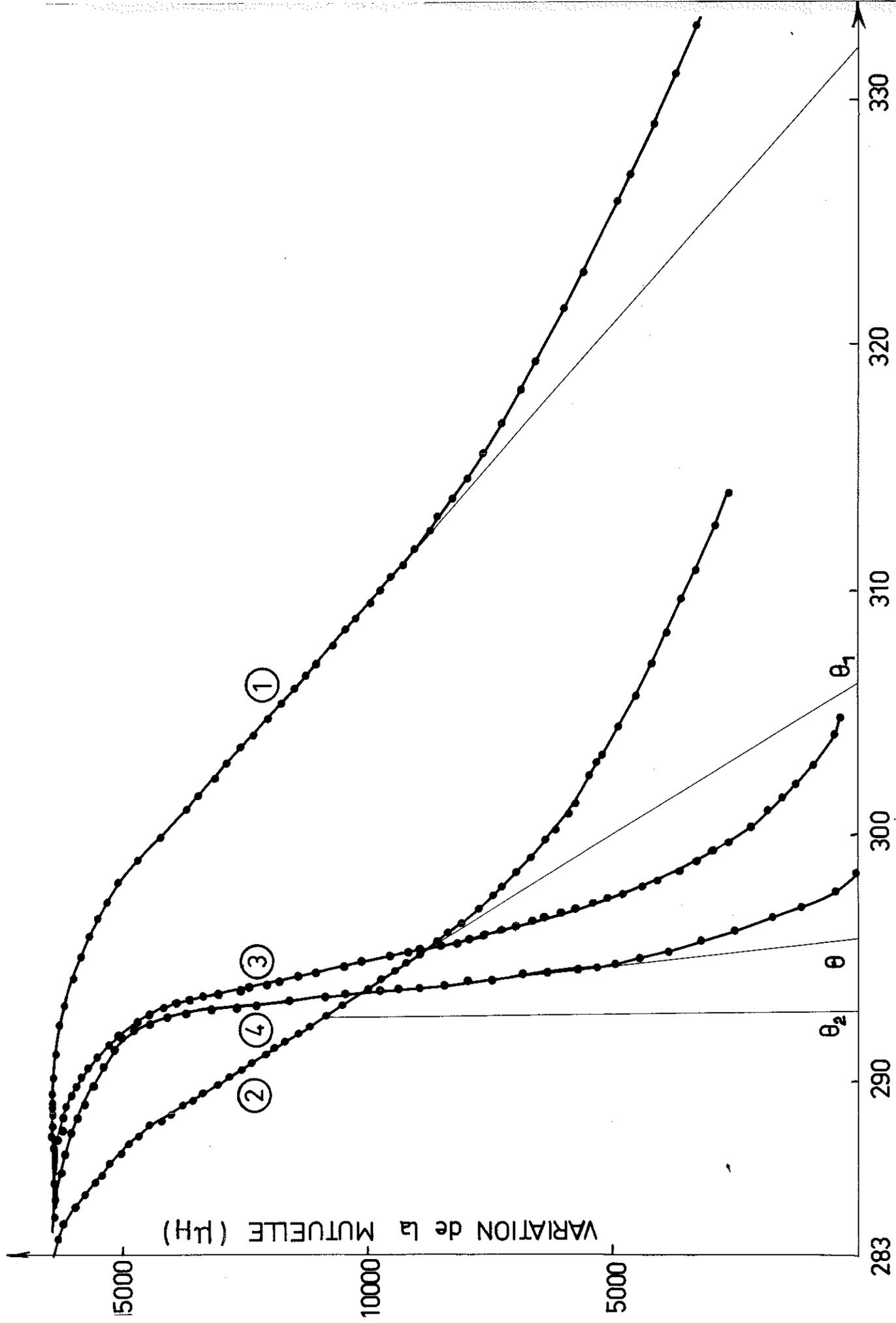


Figure 21. Contribution à l'aimantation à saturation, $\Delta\mu$, due à un atome de fer dans les alliages Cu-Ni-Fe



Temperature en degres Kelvin

Figure 22. Variation de la température de Curie de l'alliage Cu₃₁ Ni₆₉ lors des recuits à 1000°C.

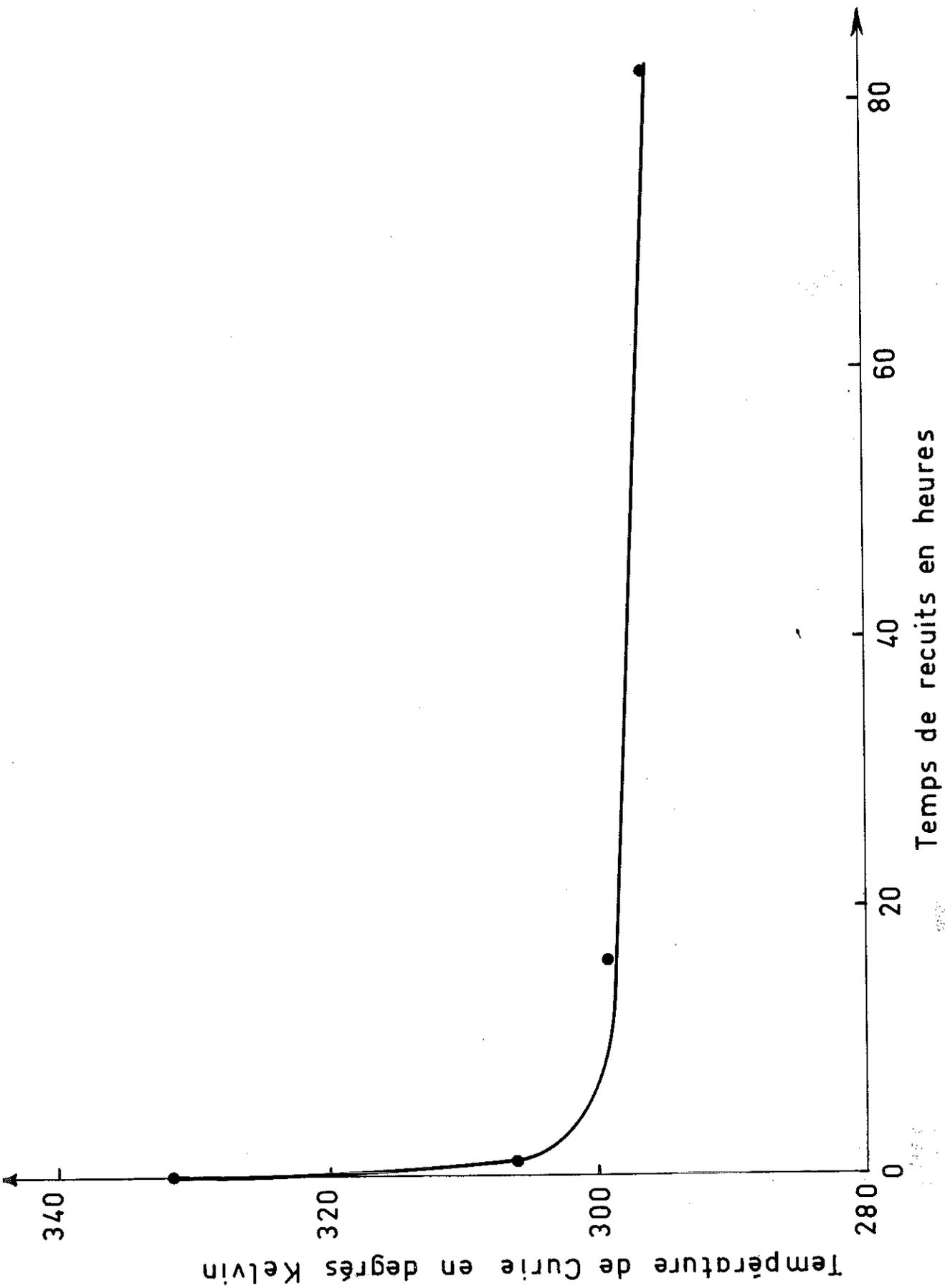


Figure 23. Variation de la température de Curie de l'alliage Cu₃₁ Ni₆₉ en fonction du temps de recuits à 1000°C.

Figure 24. Accroissement de la température de Curie en fonction du temps de recuits à 500°C.

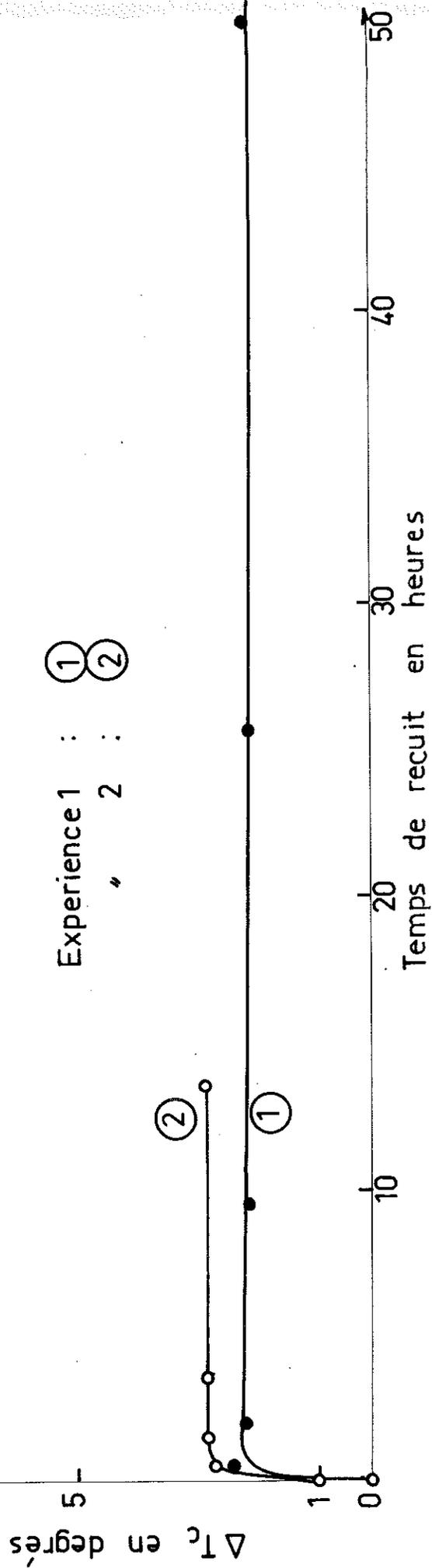
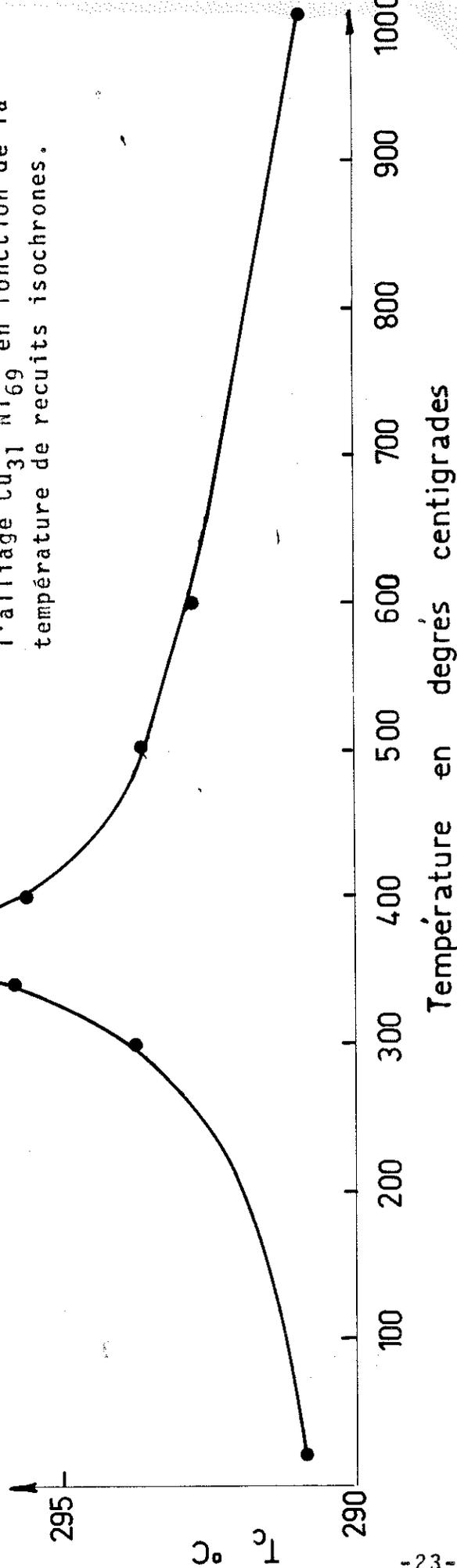


Figure 25. Variation de la température de Curie de l'alliage Cu₃₁Ni₆₉ en fonction de la température de recuits isochrones.



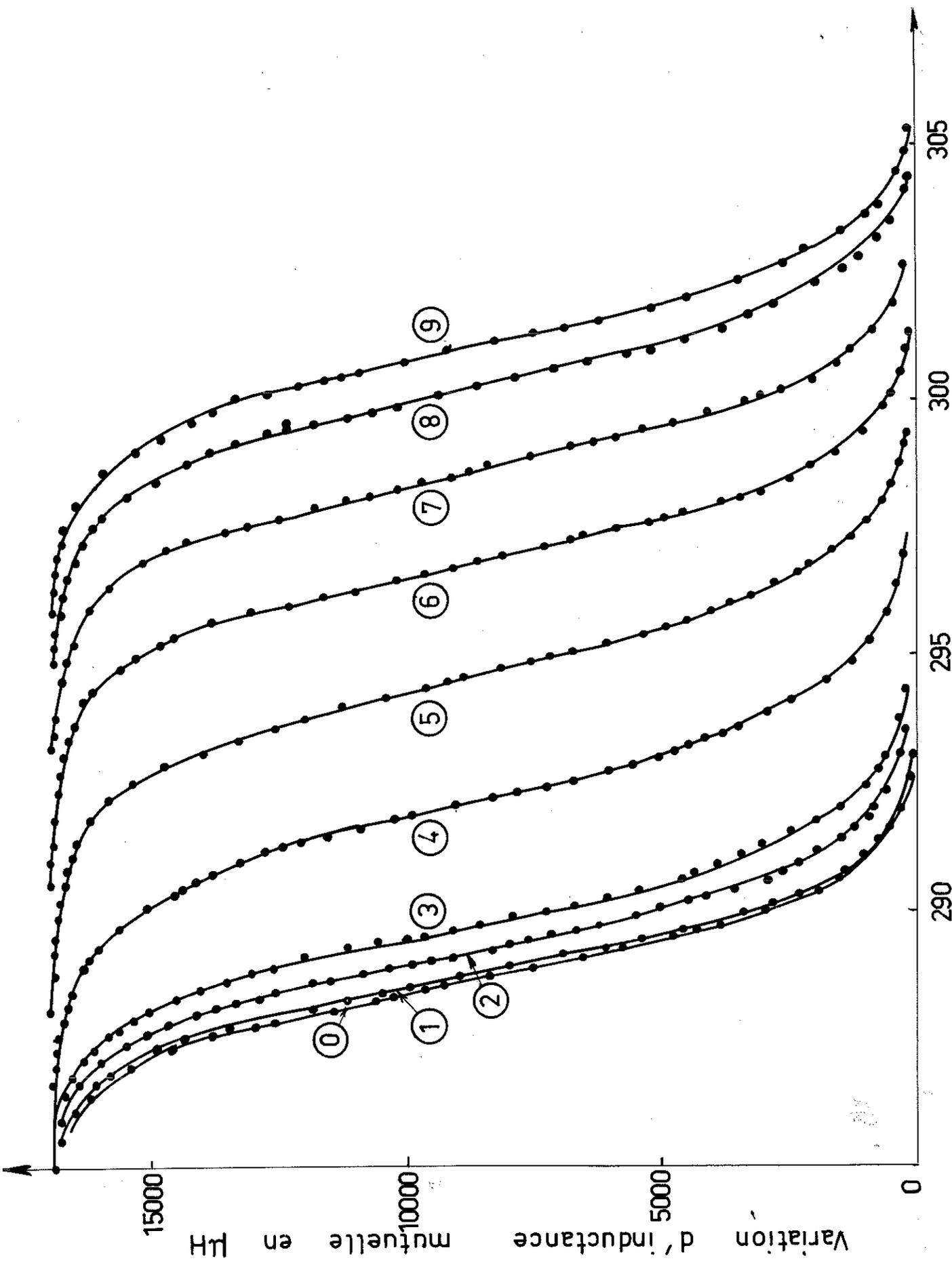


Figure 26. Variation de la température de Curie de l'alliage Cu₃₁Ni₆₉ lors de recuits à 360°C.

Température de Curie en degrés Kelvin

300
295
290
285

Figure 27. Variation de la température de Curie en fonction du temps de recuits.

Recuit à 360 °C

Recuit à 500 °C

Heures de recuit

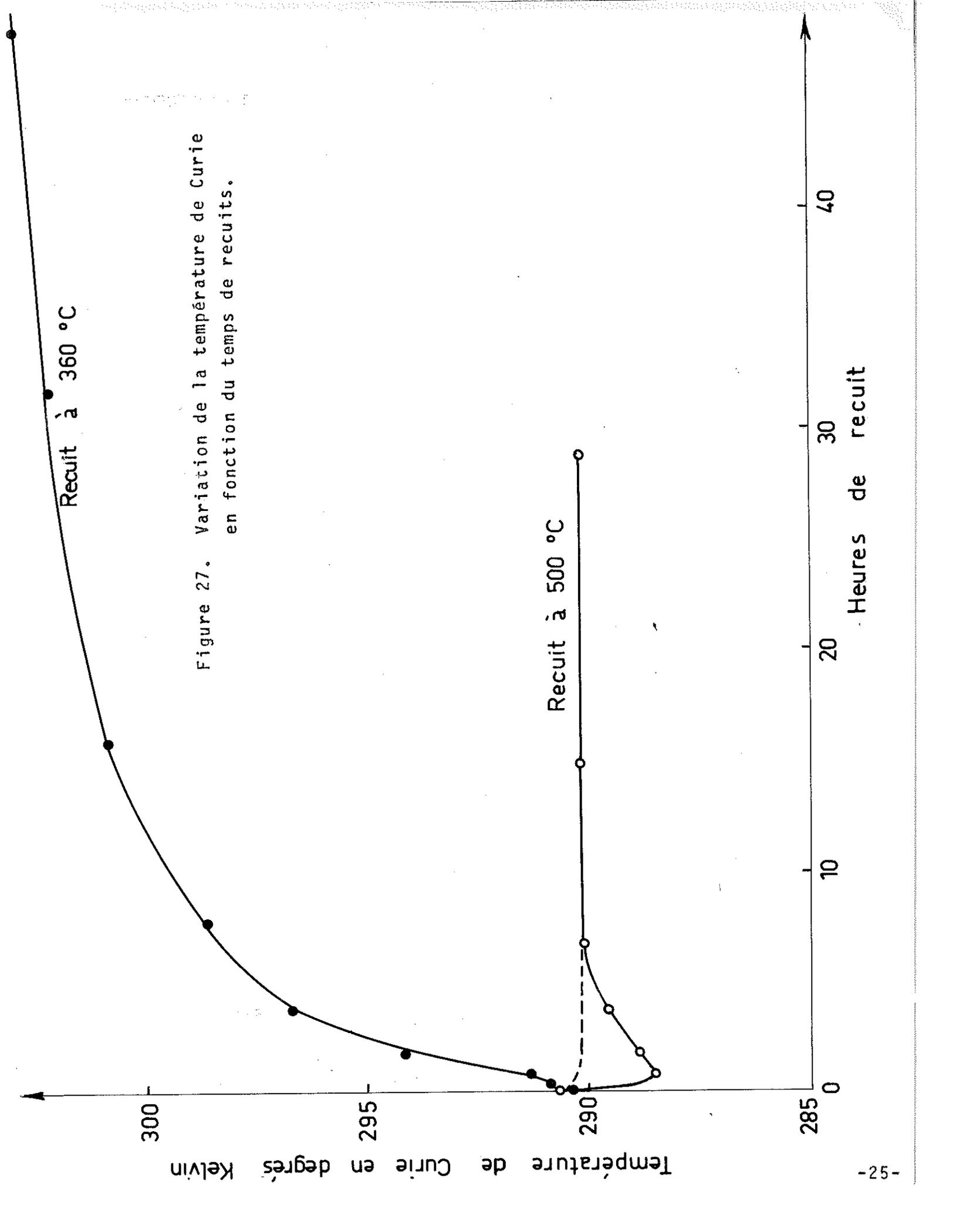
40

30

20

10

0



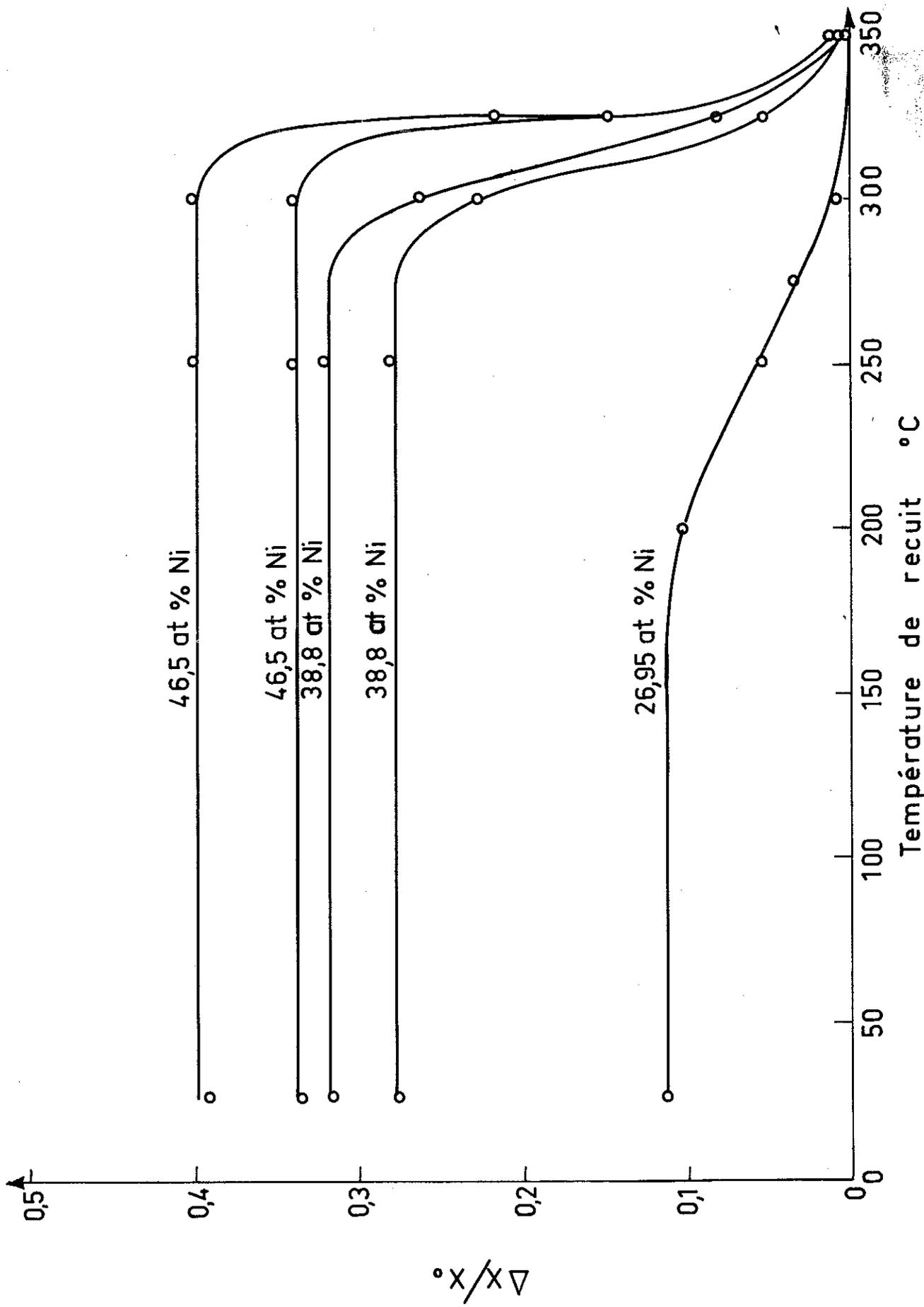


Figure 28. Variation de l'accroissement relatif de la susceptibilité en fonction de la température de recuits isochrones pour divers alliages Cu-Ni (d'après Ryan).

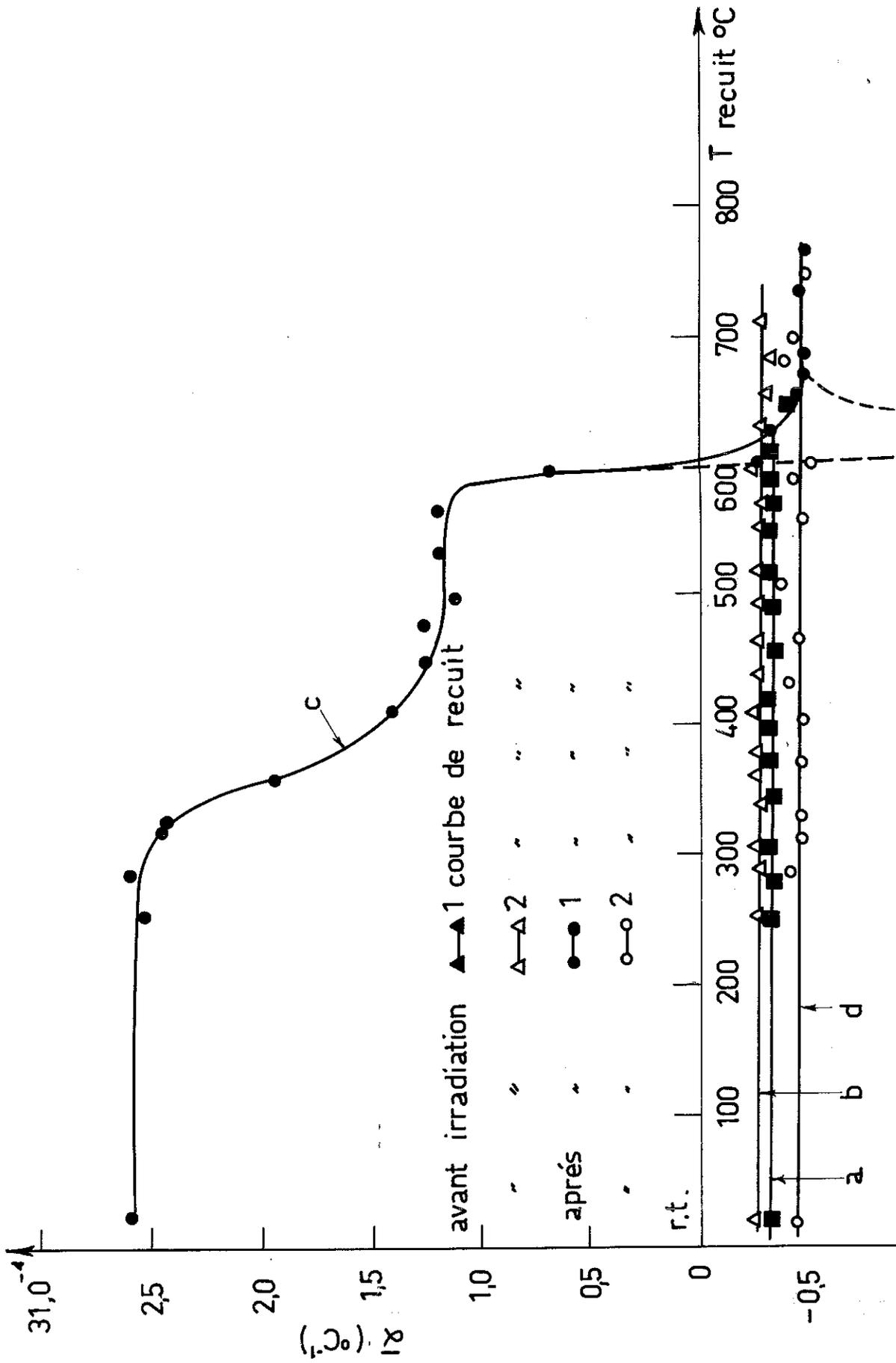


Figure 29. Variation du coefficient moyen de résistivité en fonction des températures de recuits isochrones avant et après irradiation d'un alliage $\text{Cu}_{64,3}\text{Ni}_{35,7}$ (d'après Ascoli)

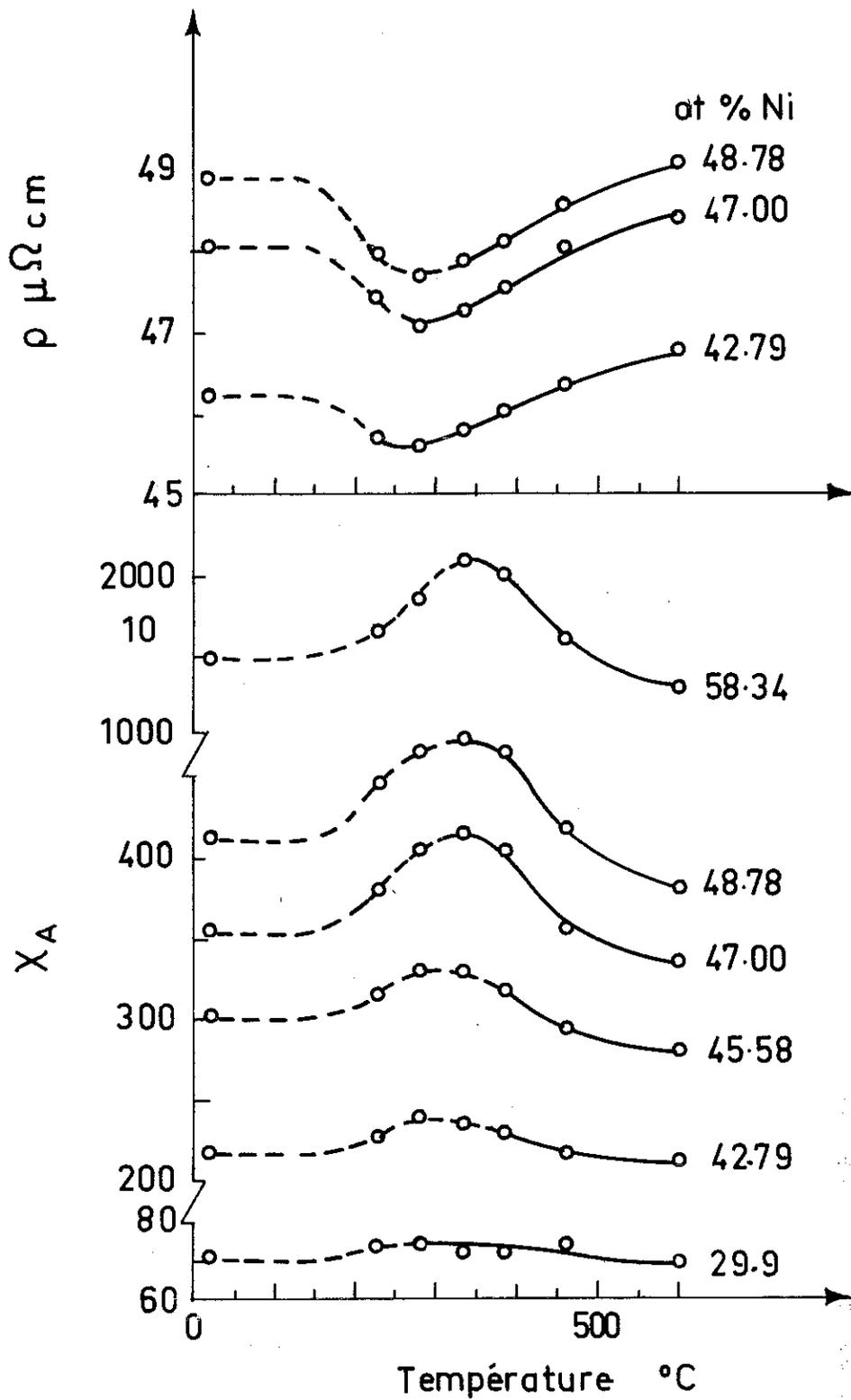


Figure 30. Variation de la susceptibilité et de la résistivité atomiques en fonction de la température de recuits isochrones pour divers alliages Cu-Ni (d'après Mattuck).

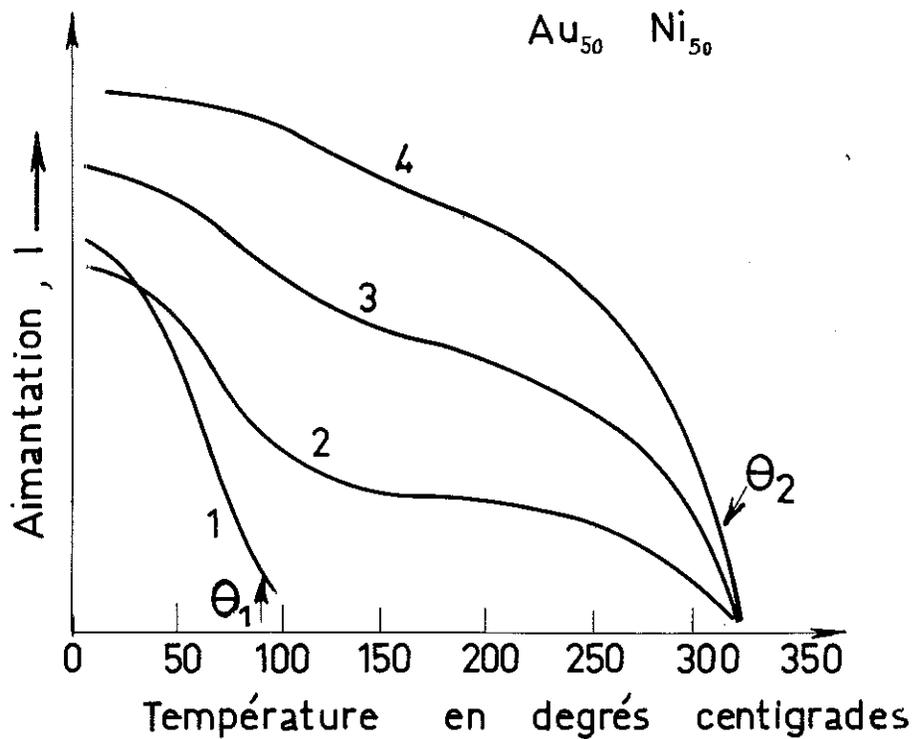


Figure 31. Courbes d'aimantation en fonction de la température pour un alliage Au₅₀ Ni₅₀. Courbe 1 : après trempe à partir de 950°C ; courbes 2 à 4 : après des recuits à 400°C de différentes durées (d'après Gerlach).

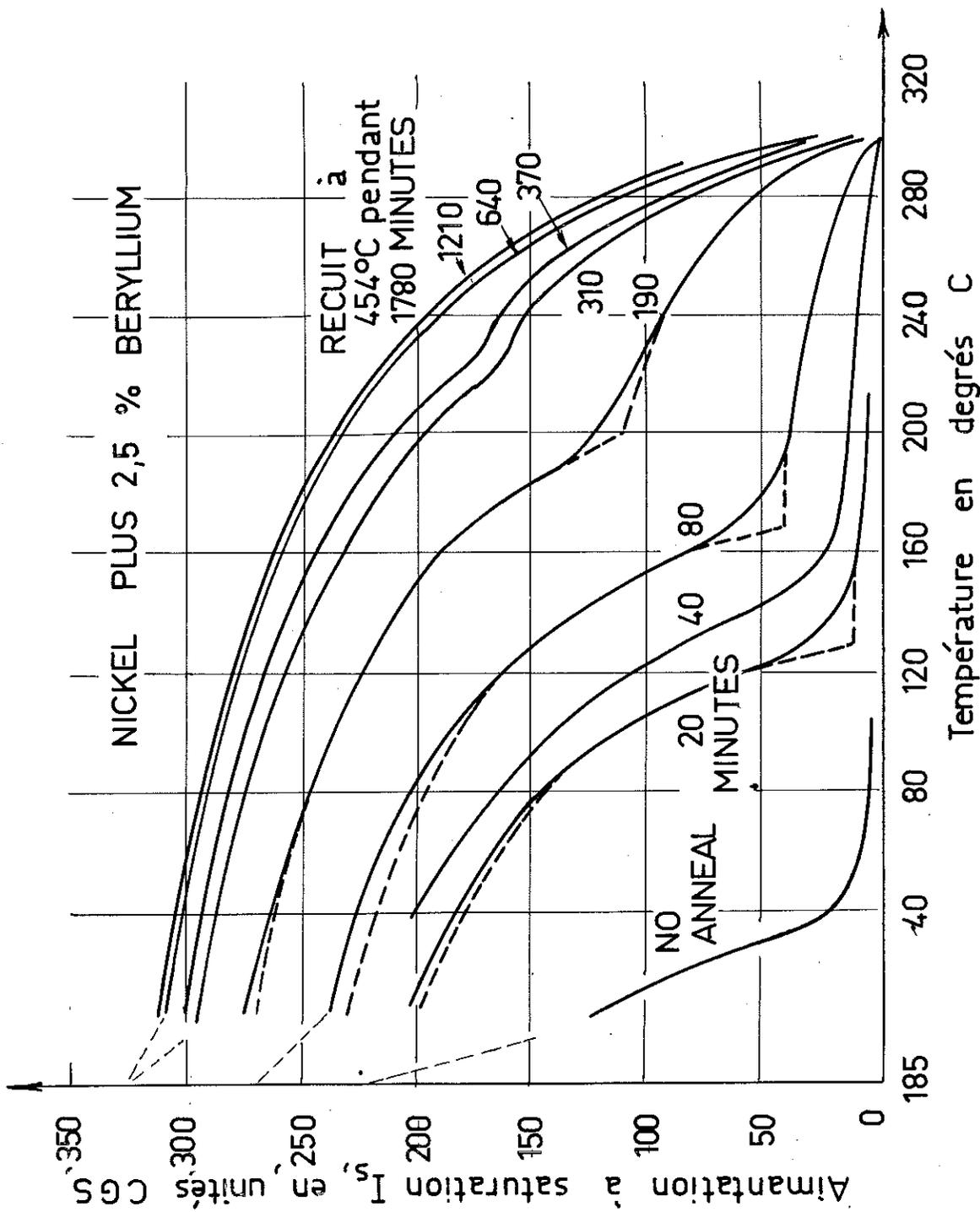


Figure 32. Courbe d'aimantation en fonction de la température pour un alliage Ni-Be_{2,5} lors de recuits à 454°C de différentes durées (d'après Gerlach).

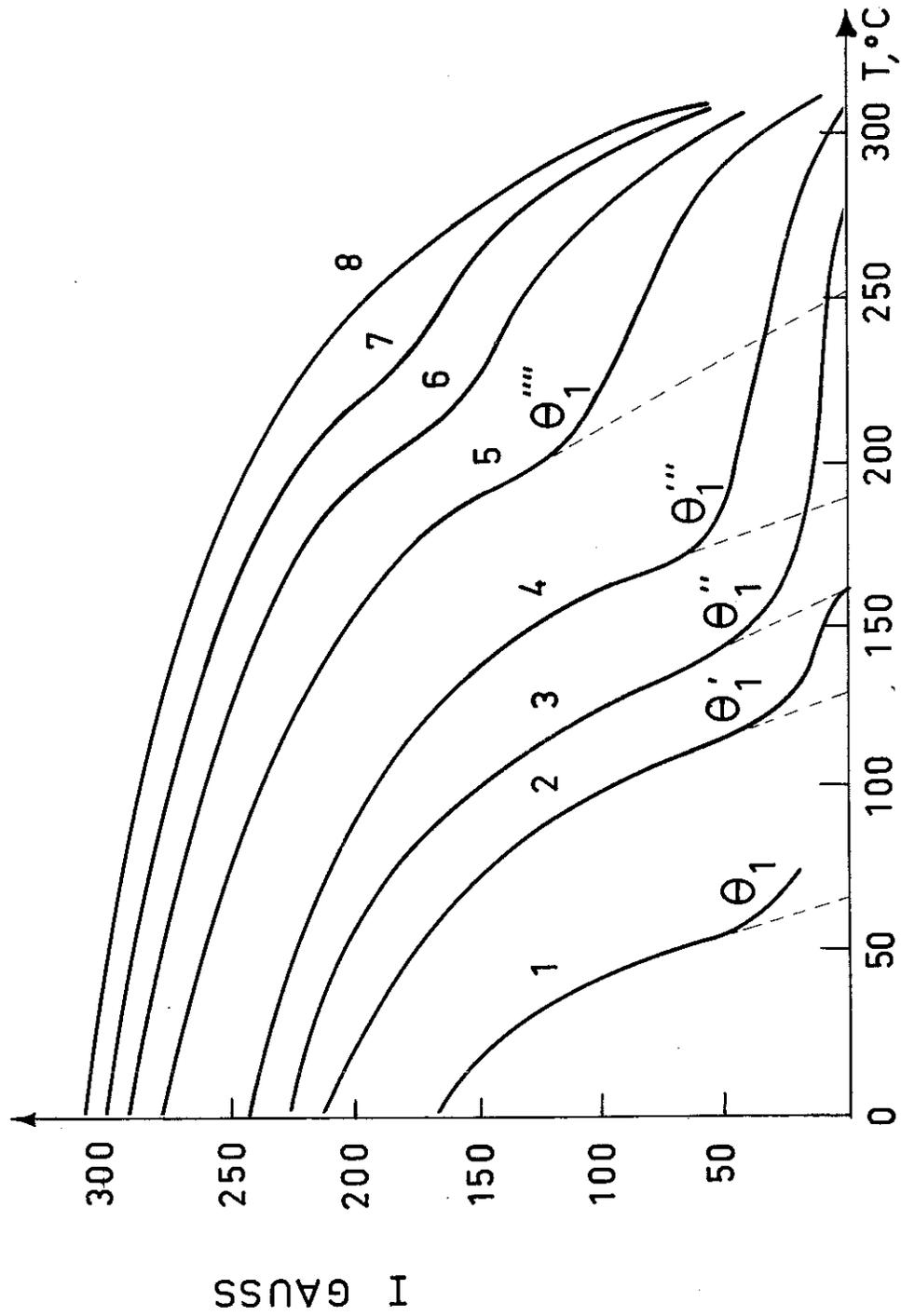
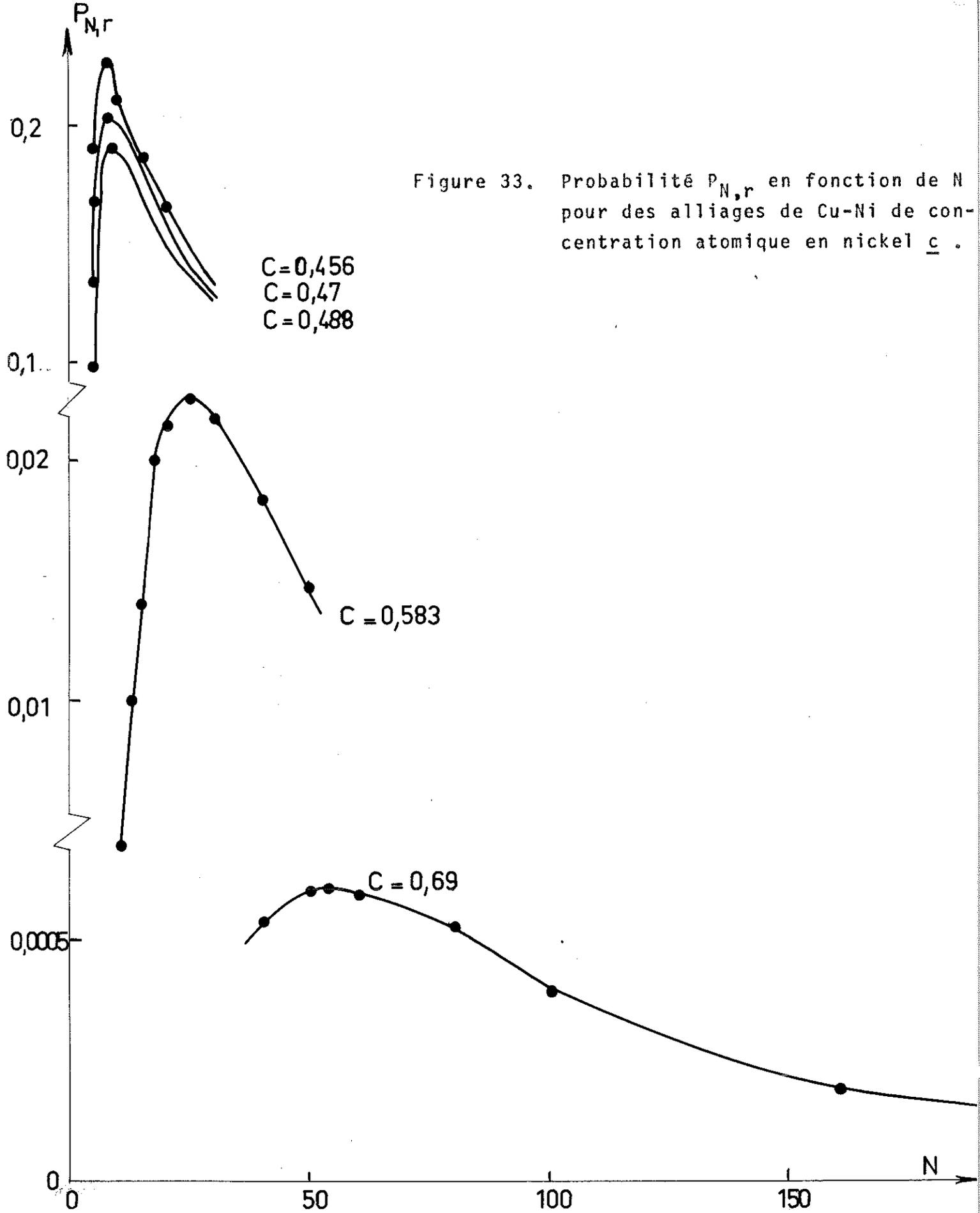


Figure 32 bis. Variation de l'aimantation en fonction de la température pour un alliage Ni-Be_{14} lors de recuits à 454°C de différentes durées : 1) avant recuit; 2) 20 minutes ; 3) 40 minutes ; 4) 80 minutes ; 5) 190 minutes ; 6) 310 minutes ; 7) 370 minutes ; 8) 1210 minutes; (d'après Gerlach).



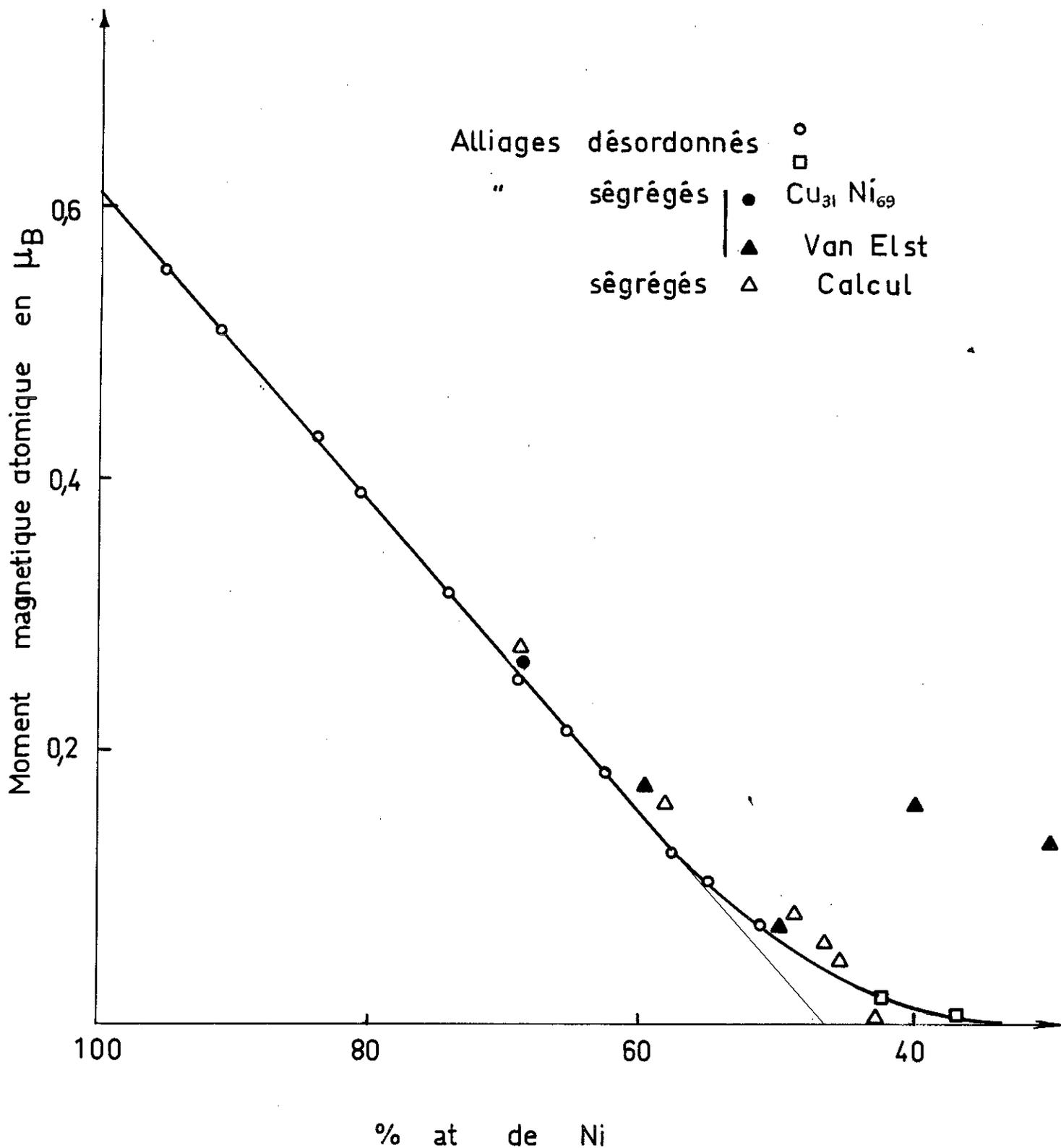


Figure 34. Variation du moment magnétique atomique des alliages Cu-Ni en fonction de la concentration en nickel.

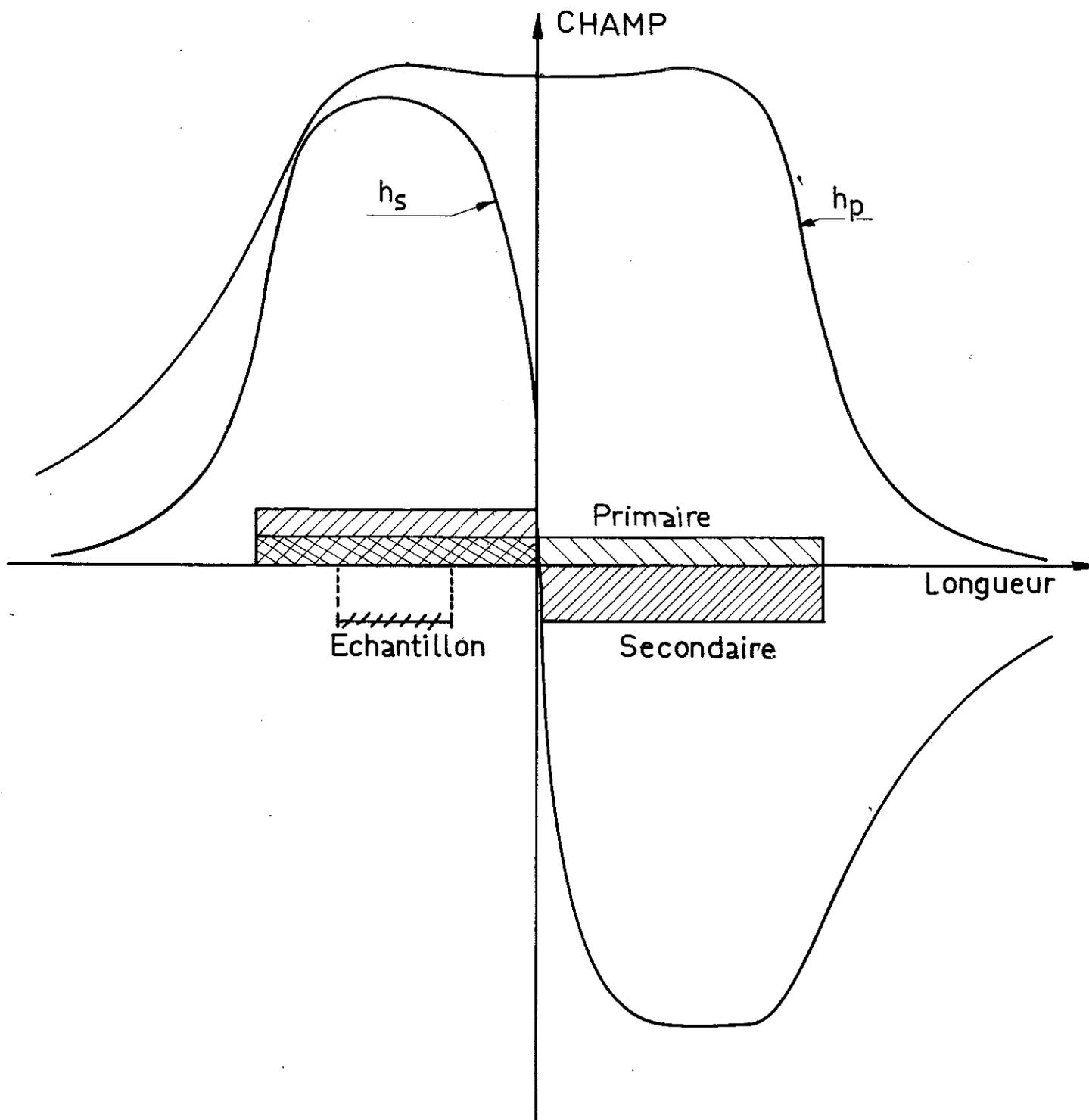
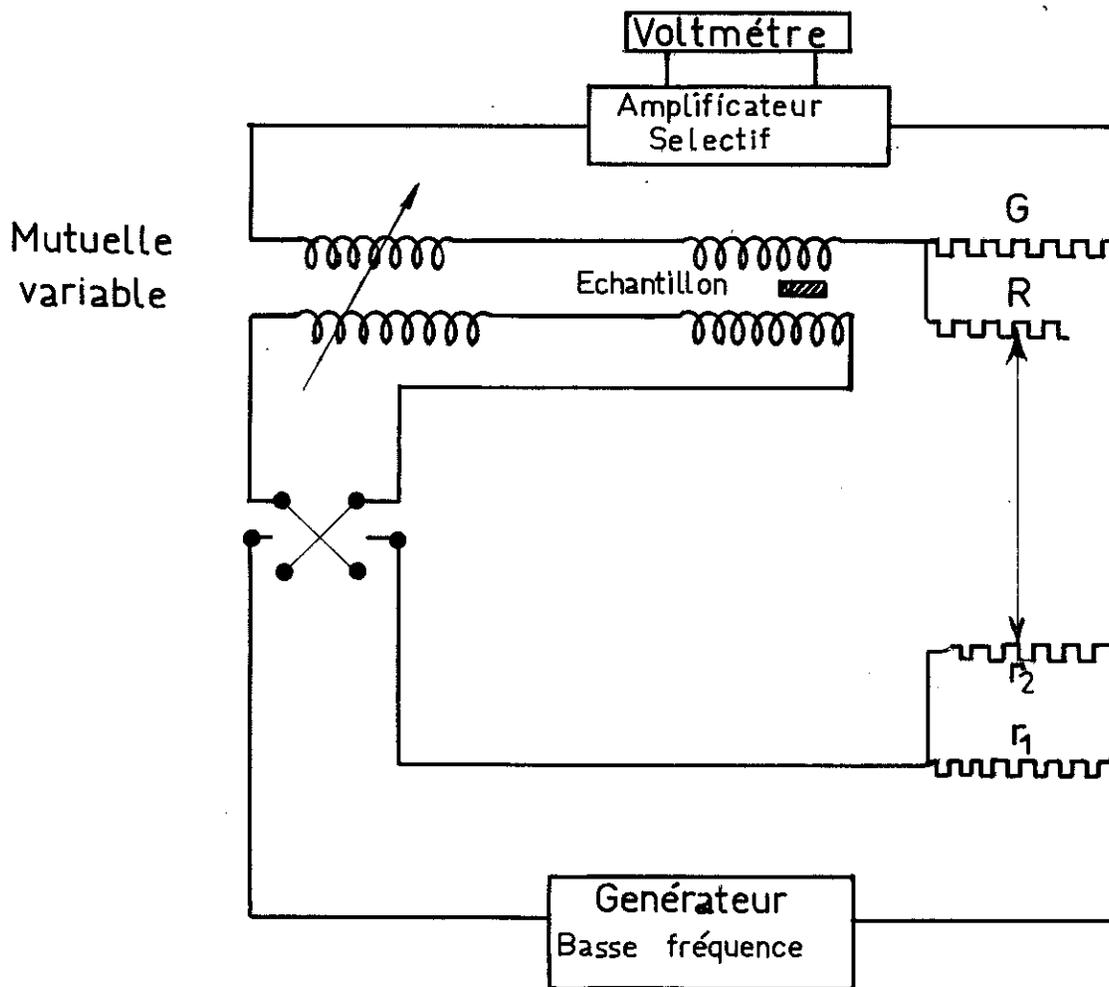


Figure 35. Variation des champs h_p et h_s créés par le primaire et le secondaire le long de la bobine de mesure.



R de 0 à 50000 Ω
 r₁ de 0 à 1000 Ω
 r₂ de 0 à 100 Ω

Figure 36. Pont de Harstshorn.