THÈSE

présentée à

L'UNIVERSITE JOSEPH FOURIER
GRENOBLE I

pour obtenir le titre de

DOCTEUR EN SCIENCES PHYSIQUES

par

Thierry VIADIEU

ANALYSE EXPERIMENTALE DES MECANISMES DE COERCITIVITE DANS LES AIMANTS OBTENUS PAR TREMPE RAPIDE D'UN ALLIAGE Nd-Fe-B

Soutenue le **24 Novembre 1988** devant la Commission d'Examen

MM. R. LEMAIRE Président

D. GIVORD

Q. LU

J. MILTAT

M. RENARD

Cette thèse a été préparée au **Laboratoire Louis Néel** (C.N.R.S. Grenoble) sous la direction de **Dominique GIVORD**. Qu'il trouve ici le témoignage de ma gratitude pour sa constante disponibilité.

Je remercie également :

- L'ensemble des membres du laboratoire, en particulier ceux du **groupe Aimants Permanents et du personnel technique** qui m'ont beaucoup aidé dans la réalisation du magnétomètre.

- Les participants du contrat CEAM dans le cadre duquel a été effectué ce travail ; en particulier **les membres du Natuurkundig Laboratorium d'Amsterdam** et du MASPEC **de Parme**.

- Les personnes qui m'ont conseillé dans la conception de l'écran supraconducteur ; **J.C. Vallier** du S.N.C.I. et **M. Firth** du CERN.

- Les personnalités qui ont accepté de participer au Jury de cette thèse.

Je remercie **Isabelle ZANONI** qui a assuré avec rapidité, compétence et gentillesse, la dactylographie de cette thèse.

INTRODUCTION

Les propriétés magnétiques intrinsèques nécessaires dans les matériaux pour aimants permanents sont des interactions d'échange importantes et une forte anisotropie magnétique. Pourtant le champ coercitif, théoriquement égal au champ d'anisotropie, est pratiquement nul dans un matériau massif homogène. Les propriétés précédentes ne sont donc pas suffisantes. L'existence d'une microstructure particulière est indispensable au développement de la coercitivité, elle est obtenue grâce à des procédés métallurgiques adaptés. Une première approche consiste à diviser la matière en grains dont la taille typique est de l'ordre du micron. Dans un grain saturé, le retournement d'aimantation devient difficile et le champ coercitif atteint une fraction significative du champ d'anisotropie. Une autre possibilité est de créer dans le matériau magnétique des inhomogénéités dont la taille est environ égale à la largeur des parois. Celles-ci se piègent sur de tels défauts et le champ coercitif nécessaire à la propagation des parois est du même ordre de grandeur que celui obtenu précédemment. Dans l'un et l'autre cas, les mécanismes déterminant les processus coercitifs sont mal connus et les modèles théoriques ne rendent jamais compte quantitativement des phénomènes observés.

Les aimants Nd-Fe-B constituent un système privilégié pour l'étude de la coercitivité. La température de Curie de la phase principale $Nd_2Fe_{14}B$ vaut 592 K, le champ d'anisotropie 6,5 MA/m à 300 K. A partir de cette phase bien définie, plusieurs procédés métallurgiques permettent d'obtenir des coercitivités dont les origines sont apparemment différentes. Par frittage d'une poudre, on obtient des aimants dans lesquels les interactions d'échange entre grains sont négligeables. Aux interactions magnétostatiques près, le retournement d'aimantation peut donc être considéré comme individuel. Les phénomènes mis en jeu ont été décrits de façon cohérente par P. Tenaud [TEN 88] à partir des mesures de viscosité magnétique et des variations angulaire et thermique du champ coercitif.

Par trempe rapide d'un alliage Nd-Fe-B, on obtient des rubans formés de petits cristallites de la phase $Nd_2Fe_{14}B$ séparés par une phase intergranulaire d'épaisseur 20 à 30 Å. Les parois se piègent dans de telles zones permettant à la coercitivité de se développer. La partie A du présent travail est consacrée à l'étude des mécanismes de retournement d'aimantation dans ces aimants.

Les procédés de fabrication des aimants préparés à partir d'un alliage trempé sur roue sont présentés dans le chapitre I. Les propriétés magnétiques à température ambiante sont brièvement décrites, les observations des microstructures et des domaines, importantes pour notre analyse, exposées.

A titre de comparaison, les mécanismes de coercitivité dans les aimants Nd-Fe-B frittés sont rappelés de manière détaillée dans le chapitre II, ainsi que l'analyse de leurs propriétés magnétiques, élaborée à l'aide d'un modèle phénoménologique utilisant des concepts physiques simples.

Les propriétés magnétostatiques sont présentées dans le chapitre III. En particulier, les variations thermique et angulaire du champ coercitif sont déterminées.

Le traînage magnétique est étudié au chapitre IV pour des temps caractéristiques variant entre 1 ms et 3600 s. Le coefficient de traînage et le volume d'activation dans lequel s'initie le retournement d'aimantation sont déduits.

Au chapitre V, nous analysons de façon quantitative les mécanismes de coercitivité dans ces aimants dans le cadre d'un modèle, analogue dans l'esprit à celui développé pour les aimants frittés, mais qui tient compte de façon explicite des phénomènes de piégeage.

Au cours de l'étude du traînage magnétique, il nous est apparu intéressant d'étendre de telles mesures à des temps caractéristiques beaucoup plus courts. Dans ce but, nous avons conçu un magnétomètre permettant d'établir un champ magnétique en un temps inférieur à la milliseconde grâce à l'utilisation d'un écran supraconducteur. Le projet d'ensemble et le début de la réalisation de cet appareillage sont décrits dans la partie B de ce travail.

P A R T I E A

COERCITIVITE DANS LES AIMANTS MAGNEQUENCH

CHAPITRE I

LES AIMANTS MAGNEQUENCH OBTENUS PAR TREMPE RAPIDE D'UN ALLIAGE Nd-Fe-B

Les termes MAGNEQUENCH, MQI, MQII, MQIII sont des marques déposées par la société General Motors Company.

I-1 - DECOUVERTE DES AIMANTS Nd-Fe-B

Après la découverte des aimants permanents $SmCo_5$, l'ambition de plusieurs équipes de recherche fut de substituer le fer au cobalt et une terre-rare plus abondante au samarium. Or, tel qu'il est connu, le diagramme de phase terre-rare/fer ne laisse pas entrevoir la possibilité d'obtenir une phase stable en vue d'applications pour aimants permanents. En particulier, les composés RFe_2 s'ordonnent à des températures élevées (de l'ordre de 600 K) mais ils cristallisent dans une structure de symétrie cubique et ne sont facilement obtenus que pour les terres-rares lourdes ; les moments des atomes de terre-rare se couplent antiferromagnétiquement à ceux des atomes de fer, l'aimantation résultante est faible. Les composés hexagonaux R_2Fe_{17} s'ordonnent à des températures voisines de l'ambiante, propriété prohibitive quant à leur utilisation pour l'élaboration d'aimants permanents classiques. Les travaux s'orientèrent vers la recherche de composés métastables obtenus par trempe rapide sur roue tournante d'alliages de fer et de terres-rares légères. L'emploi d'une terre-rare légère présente un double intérêt à savoir un coût moindre par rapport aux terres-rares lourdes mais aussi une aimantation spontanée supérieure, les moments des atomes R se couplant ferromagnétiquement à ceux du fer.

Au tout début des années 80, le groupe de recherche de la General Motors Company entreprit l'étude des alliages R-Fe (R = Pr, Nd, Gd, Sm). Des coercitivités assez élevées (475 à 640 kA/m - 6 à 8 kOe) furent obtenues avec le praséodyme et le néodyme. Des études systématiques sur la composition de ces alliages et la vitesse de trempe furent réalisées, indiquant une dépendance assez stricte de la coercitivité vis à vis de ces deux paramètres. On peut noter que pour l'élaboration de ces matériaux, des creusets en nitrure de bore furent utilisés et que l'analyse chimique des alliages révèle la présence de bore (0,1 % en poids).

Parallèlement, Koon et Das [KOO 81] obtinrent une coercitivité de 720 kA/m (9 kOe) à température ambiante par traitement thermique d'un alliage amorphe, plus riche en bore, de composition $Tb_5La_5Fe_{74}B_{16}$.

En octobre 1983, Hadjipanayis et al [HAD 83] attribuèrent le développement d'une forte coercitivité (jusqu'à 1,6 MA/m - 20 kOe) par traitement thermique d'un alliage amorphe de composition $Pr_{16}Fe_{76}B_5Si_3$ (figure I-1) à la formation d'un nouveau composé intermétallique ternaire de structure tétragonale et de composition approximative $Fe_{20}R_3B$.

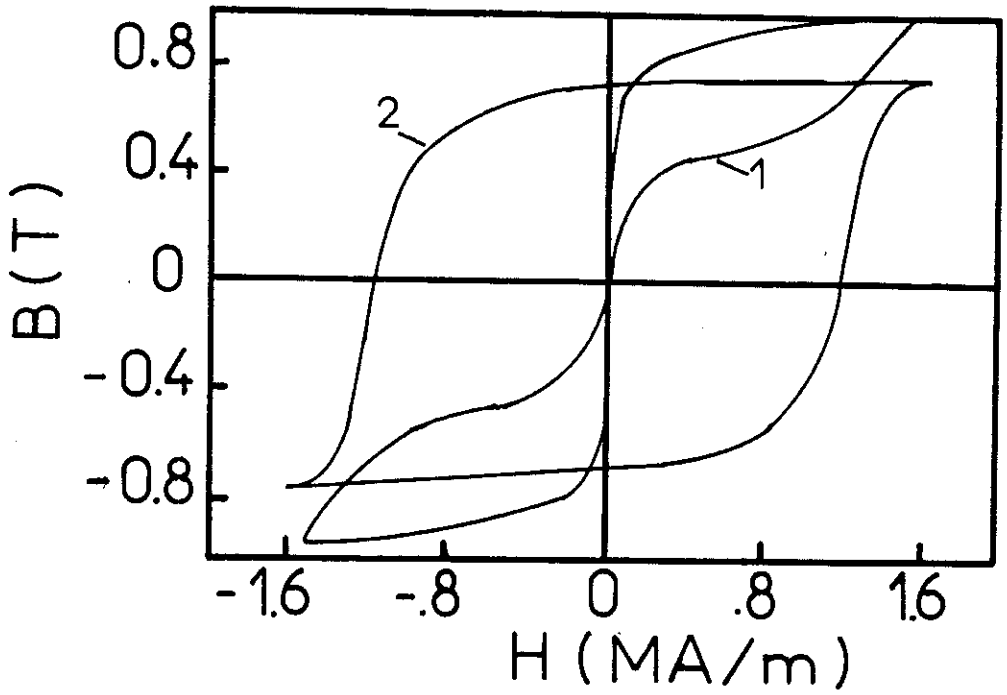


Figure I-1 : Cycles d'hystérésis obtenus pour un alliage trempé sur roue de composition $Pr_{16}Fe_{76}B_5Si_3$, avant (1) et après (2) traitement thermique à 750°C (d'après [HAD 83]).

A la conférence M.M.M. de novembre 1983 à Pittsburg, Croat et al [CRO 84] présentèrent des résultats similaires sur des alliages à base de néodyme, de fer et de bore, et signalèrent que la stochiométrie de la nouvelle phase quadratique obtenue est en fait $Nd_2Fe_{14}B$. Ils établirent la gamme de compositions idéales de l'alliage de départ, $Nd_{13-15}\ (Fe_{1-y}\ B_y)_{85-87}$ y = 0,05 - 0,09 (figure I-2), ainsi que les procédés métallurgiques conduisant à l'obtention de deux types d'aimants MAGNEQUENCH (MQI, MQII) [CRO 84a].

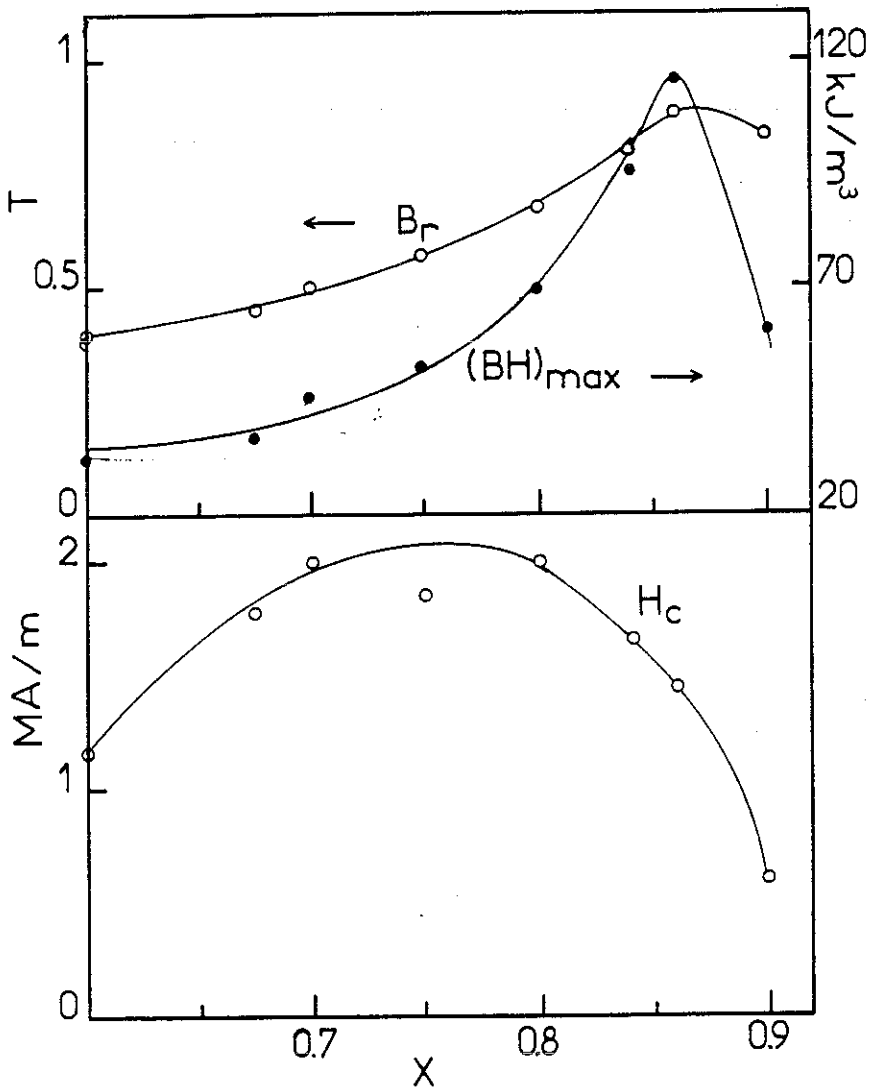


Figure I-2 : Produits énergétiques maxima $(BH)_{max}$, induction rémanente Br, champ coercitif d'induction H_c en fonction de la composition pour des alliages $Nd_x\ (Fe_{0,95}\ B_{0,05})_{1-x}$ préparés à vitesse de trempe optimale (d'après [CRO 84]).

A la même conférence, Sagawa et al [SAG 84] montrèrent que par un procédé plus classique de métallurgie des poudres, des aimants présentant des produits énergétiques maxima de 320 kJ/m^3 (40 MGOe) peuvent être obtenus à partir d'un alliage de composition $Nd_{15}Fe_{77}B_8$ contenant la phase quadratique déjà citée (figure I-3).

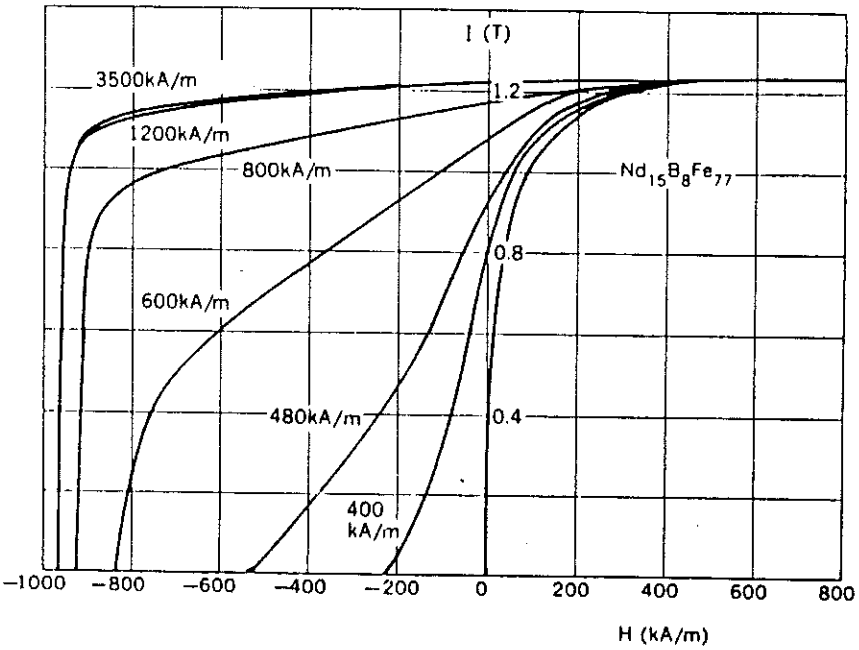


Figure I-3 : Courbes de recul obtenues après différents champs de saturation sur des aimants frittés de composition $Nd_{15}Fe_{77}B_8$ (d'après [SAG 84]).

Les propriétés remarquables de ces nouveaux aimants permanents, suscitèrent, à la suite de la conférence de Pittsburg, une activité de recherche importante. En particulier, plusieurs équipes s'attachèrent à développer des moyens d'élaboration moins coûteux afin de tirer profit du faible coût des matières premières. Au laboratoire Louis Néel, R. Perrier de la Bâthie et ses collaborateurs [PER 87, NOZ 88] ont montré qu'il est possible d'obtenir directement une microstructure inhomogène à laquelle une forte coercitivité est associée, par fluage à chaud d'alliage massif de composition approximative $Nd_{15}Fe_{79}B_6$ (figure I-4).

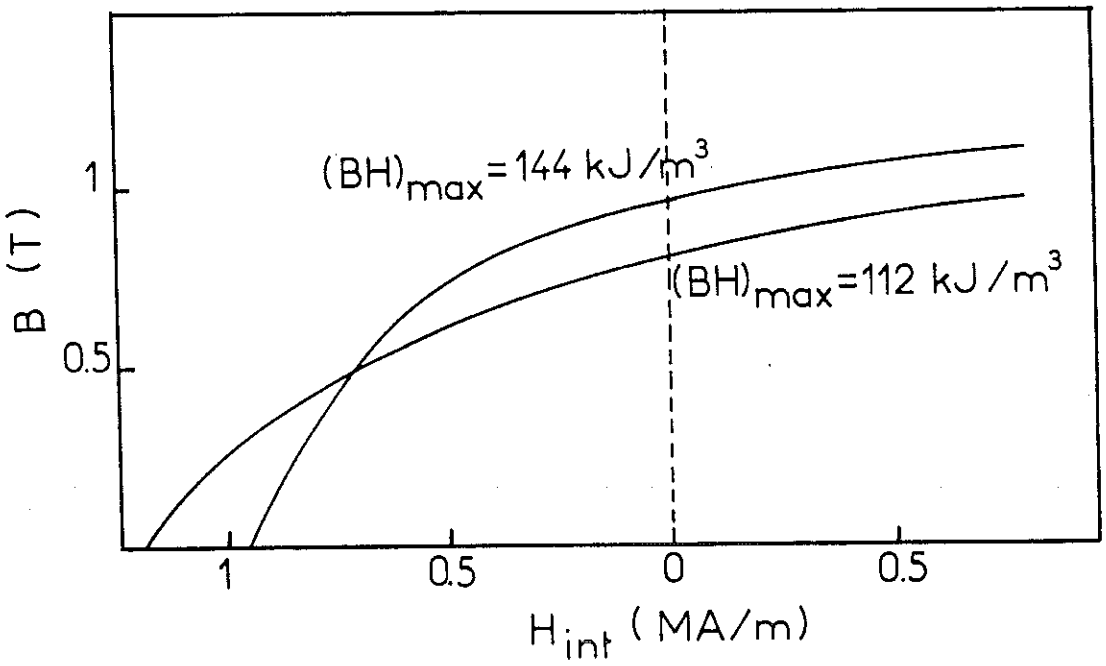


Figure I-4 : Courbes de recul obtenues pour des aimants extrudés (d'après PER 87].

I-2 - PROPRIETES DES COMPOSES $R_2Fe_{14}B$

La structure quadratique [HER 84, GIV 84a] du composé $Nd_2Fe_{14}B$ est présentée sur la figure I-5 ; elle peut être décrite schématiquement comme un empilement de couches atomiques perpendiculaires à l'axe $\vec{c}$. Les atomes de néodyme, bore et de fer du site Fe_2 occupent les plans en z = 0 et z = ½. Ces plans, distants de 6 Å environ, sont séparés par 3 plans ne contenant que des atomes de fer. La symétrie locale des sites de néodyme est (mm). Les symétries locales pour les divers atomes de fer sont différentes. Comme pour les autres alliages intermétalliques terres rares-métaux de transition, cette structure est compacte ; en particulier, les plus courtes distances entre atomes de fer sont inférieures à 2,40 Å.

La variation thermique de l'aimantation spontanée du composé $Nd_2Fe_{14}B$ est présentée sur la figure I-6. A 4,2K, M_s = 37,1 μ_B par formule (1,46 MA/m) [GIV 84b]. Le moment moyen 3d des atomes de fer déterminé par une étude de neutrons polarisés est de 2,57 μ_B ; celui des atomes de néodyme est d'environ 2,3 μ_B [GIV 85]. La température de Curie vaut 592 K [BEL 87], valeur bien inférieure à celle du fer pur 1043 K ; cette différence révèle une forte réduction des interactions magnétiques entre atomes de fer, phénomène déjà observé dans les composés intermétalliques R_2Fe_{17} [GIV 74].

Nous avons mesuré la température de Curie de la phase $Nd_2Fe_{14}B$ dans les aimants MQI, MQII et MQIII (tableau I-1).

Echantillon massif	MQI	MQII	MQIII
592K ± 2	575K ± 5	565K ± 5	595K ± 5

Tableau I-1 : Valeur de la température de Curie mesurée sur les trois types d'aimants MAGNEQUENCH

La réduction de T_c dans les aimants MQI et MQII déjà observée par Cadogan et al [CAD 88a] peut être attribuée aux fortes contraintes dans les rubans trempés, en accord avec les mesures de Kamarad et al [KAM 87] montrant une forte réduction de T_c sous l'effet d'une pression.

Les mesures d'aimantation sur un monocristal $Nd_2Fe_{14}B$ révèlent une forte anisotropie magnetocristalline qui peut être attribuée aux effets du champ cristallin agissant sur les ions Nd^{3+} [CAD 88b]. Les variations thermiques des constantes d'anisotropie phénoménologiques K_1 et K_2 ($E_A = K_1 \sin^2\theta + K_2 \sin^4\theta$) sont présentée sur la figure I-7.

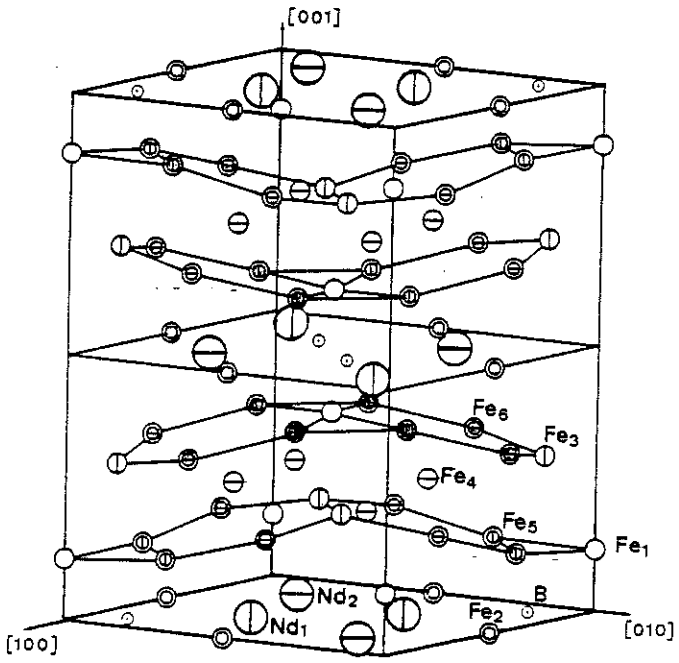


Figure I-5 : Structure cristallographique du composé $Nd_2Fe_{14}B$ (d'après [GIV 84b]).

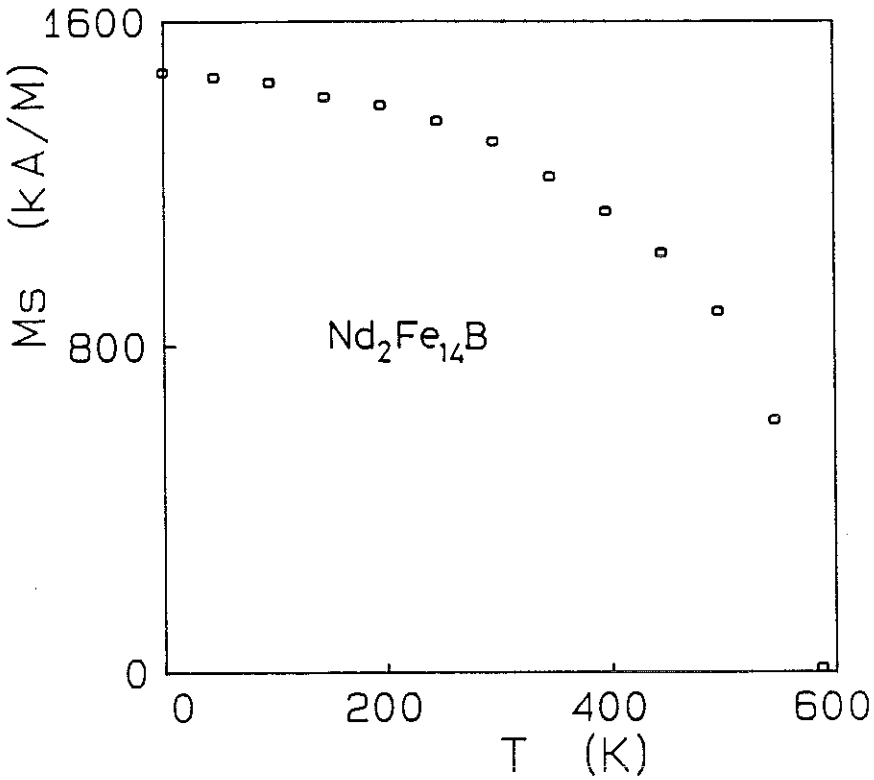


Figure I-6 : Variation thermique de l'aimantation spontanée du composé $Nd_2Fe_{14}B$ (d'après [GIV 84b]).

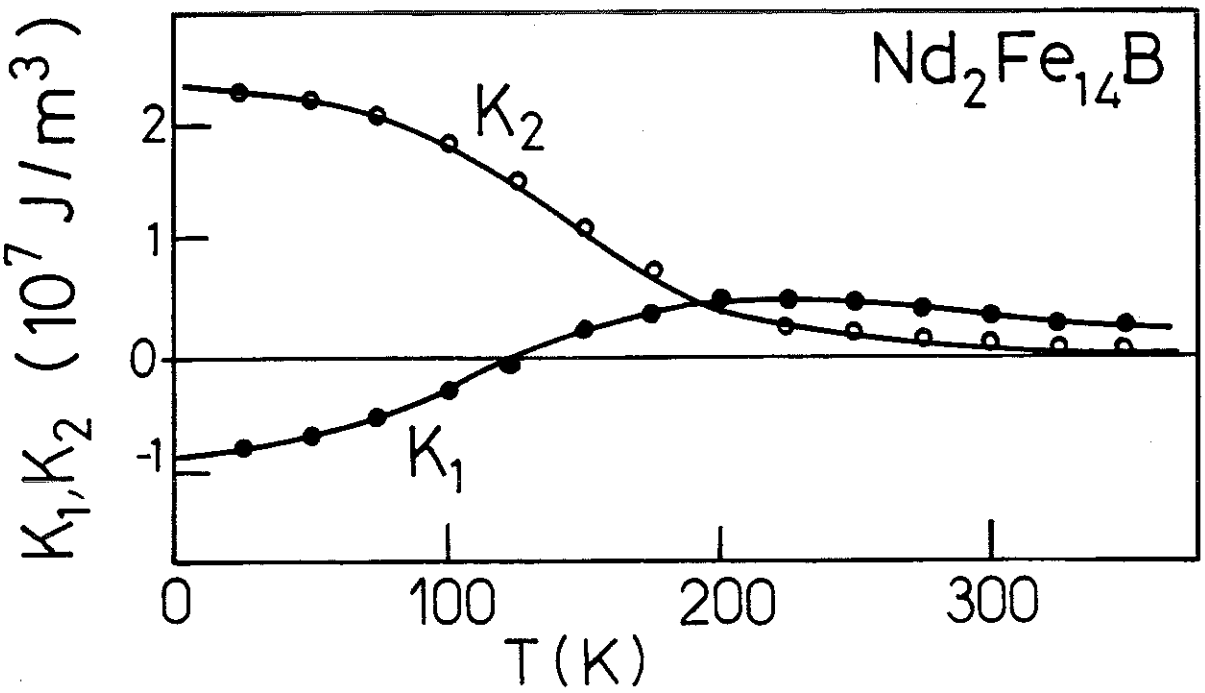


Figure I-7 : Variations thermiques des constantes d'anisotropie K_1 et K_2 (d'après [LI 87]).

I-3 - METHODES DE PREPARATION DES AIMANTS MAGNEQUENCH

Le matériau de base des aimants MAGNEQUENCH est constitué de rubans d'environ 40 μm d'épaisseur obtenus par trempe rapide sur roue tournante d'un alliage de composition initiale approximative $Nd_{14}Fe_{81}B_5$. La microstructure de ces rubans est déterminée par la vitesse de trempe, de l'ordre de 10^6 K/s, celle-ci étant ajustée par la vitesse linéaire v_s à la surface de la roue. Les coercitivités optimales de l'ordre de 1,2 MA/m (15 kOe) sont obtenues pour une vitesse $v_s \simeq 19$ m/s (figure I-8).

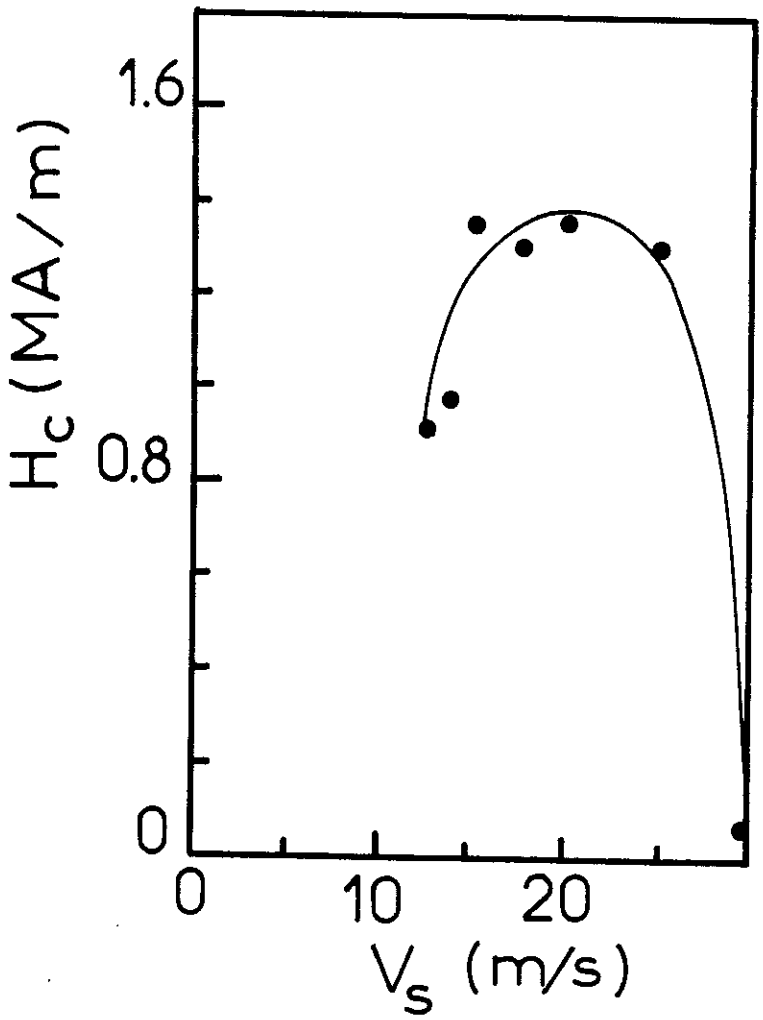


Figure I-8 : Dépendance du champ coercitif en fonction de la vitesse linéaire v_s à la surface de la roue pour un alliage de composition $Nd_{14}Fe_{81}B_5$ (d'après [CRO 84]).

La fabrication des aimants MQI procède de l'approche la plus immédiate. Les rubans d'alliage trempé sur roue sont simplement pressés et liés avec un polymère. Ce polymère peut être soit mélangé aux rubans avant l'application de la pression, soit incorporé aux rubans déjà compactés par imprégnation sous vide. Pour des pressions uniaxiales de l'ordre de 7 kbars, la densité obtenue est d'environ 85 %. Cette valeur élevée vient du fait que les rubans de forme plate, s'empilent face à face. Malgré l'anisotropie de la mise en forme, les propriétés magnétiques macroscopiques sont isotropes, démontrant par là-même l'isotropie des rubans. En particulier, l'aimantation rémanente vaut 517 kA/m (6.5 kG) soit la moitié de l'aimantation à saturation de l'alliage correspondant. Le produit énergétique maximum est de l'ordre de 65 kJ/m^3 (8 MGOe) (figure I-9).

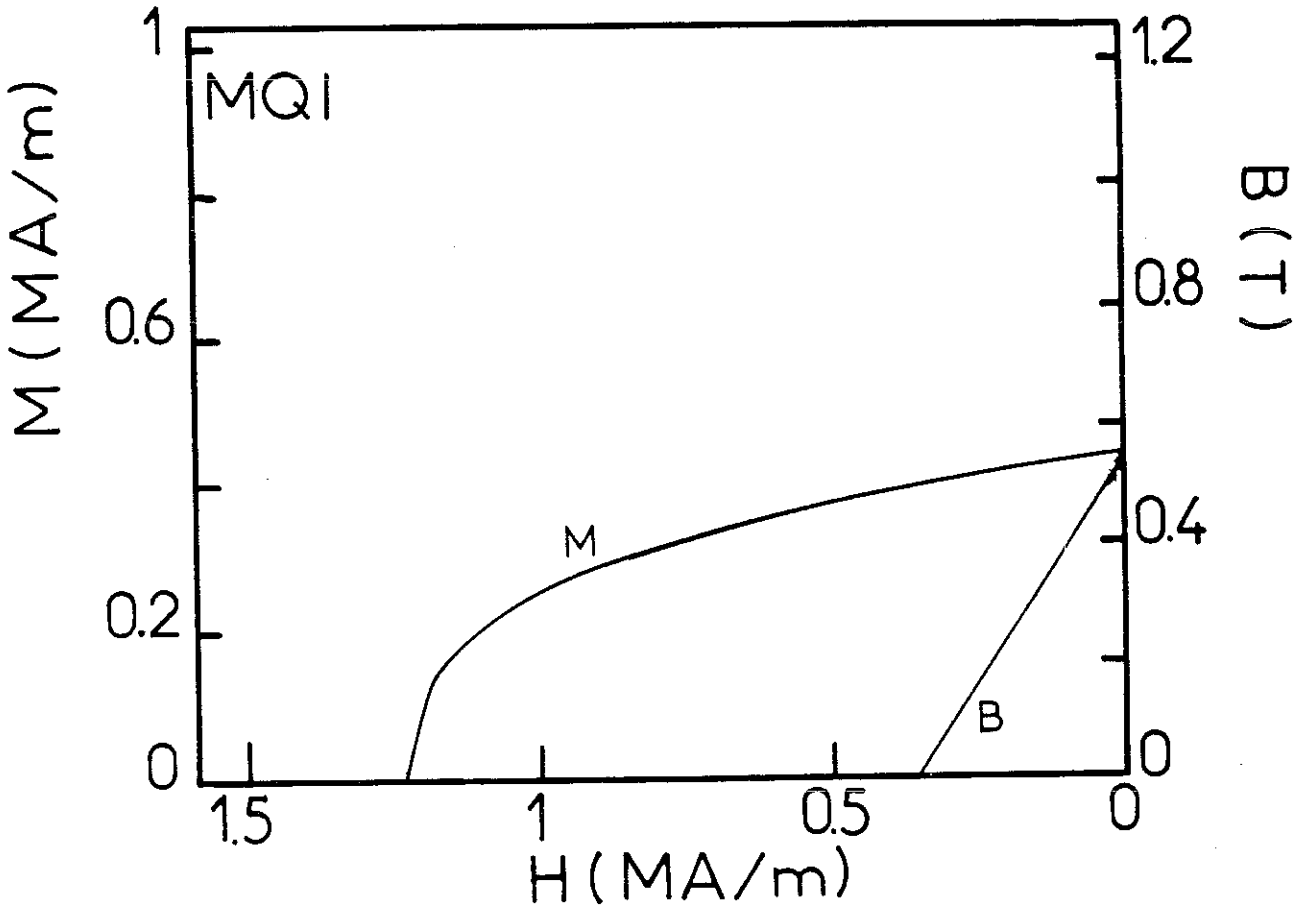


Figure I-9 : Courbes de recul $M(H_{int})$ et $B(H_{int})$ à 300 K d'un aimant MQI.

Pour des vitesses v_s de 30 m/s, les rubans obtenus, amorphes ou finement microcristallisés, ne présentent qu'une très faible coercitivité. Les aimants MQII sont préparés par pressage sous 1 kbar à 700°C de ces rubans. Le grossissement de grains qui se produit pendant cette opération, conduit à des aimants de champ coercitif intrinsèque 1,2 MA/m (15 kOe). Le matériau obtenu présente une densification de 100 % ; l'induction remanente vaut 630 kA/m (7.9 kG) indiquant une faible orientation préférentielle des axes $\vec{c}$ et le produit énergétique maximal 104 kJ/m^3 (13 MGOe) (figure I-10).

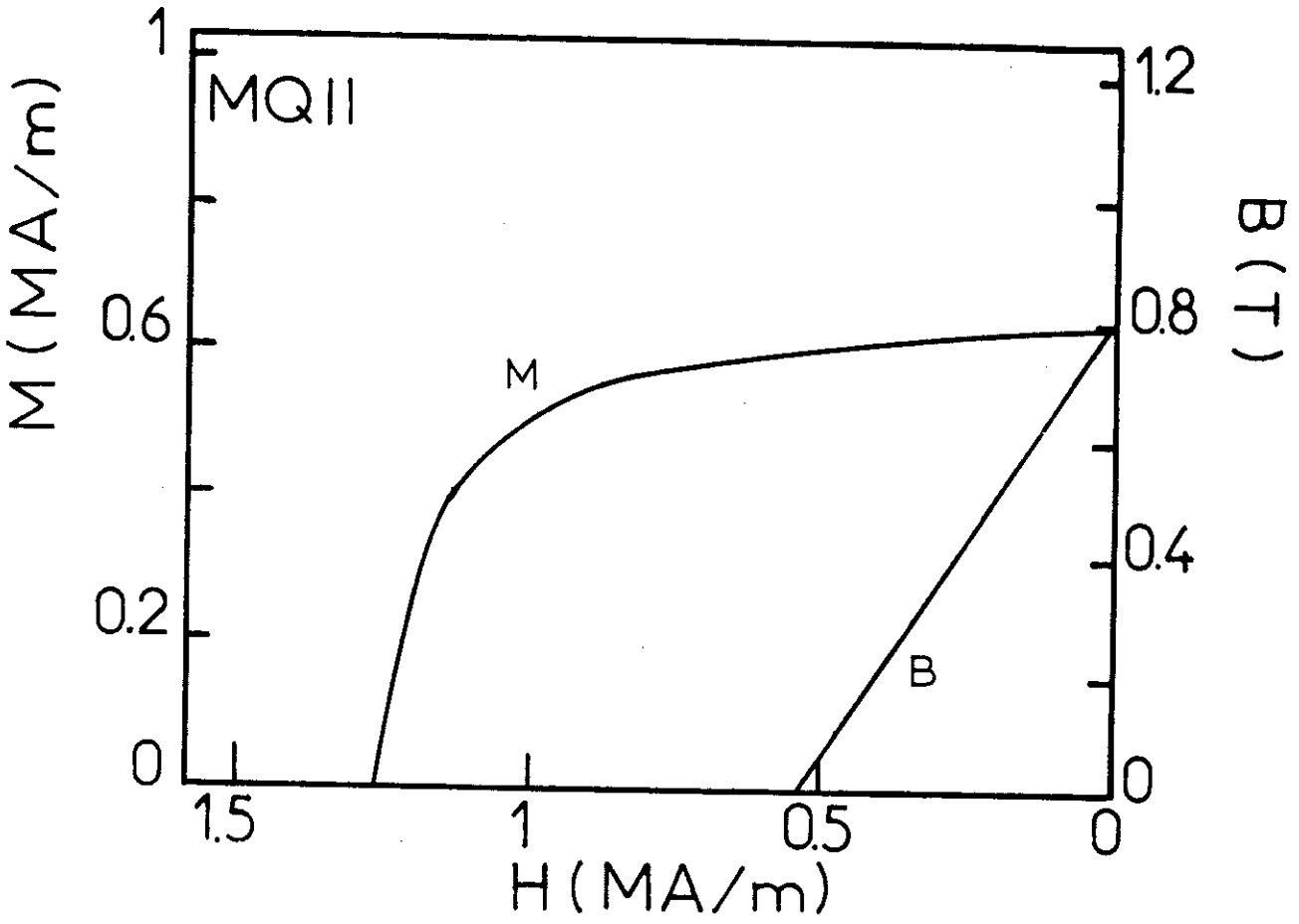


Figure I-10 : Courbes de recul $M(H_{int})$ et $B(H_{int})$ à 300 K d'un aimant MQII.

Un alignement important des axes de facile aimantation peut être obtenu par fluage à chaud d'un aimant MQII [LEE 85a]. Cette opération, pendant laquelle l'épaisseur de l'échantillon est réduite de 50 %, s'effectue en quelques secondes à 700°C sous 600 bars. Deux processus physiques sont probablement associés dans ce phénomène d'orientation préférentielle. D'une part, les grains de la phase $Nd_2Fe_{14}B$ s'orientent afin que leur plan de glissement soient perpendiculaires à la direction d'application de la pression. D'autre part, les grains grossissent dans leurs directions de facile croissance qui sont les axes $\vec{a}$ de la phase quadratique $Nd_2Fe_{14}B$ [TEN 87]. On obtient ainsi les aimants MQIII, dont l'induction rémanente est comparable à celle des aimants Nd-Fe-B frittés, 0,95 à 1 MA/m (12 à 13 kG), et le champ coercitif de l'ordre de 1 MA/m (13 kOe). Des produits énergétiques maxima de 320 kJ/m^3 (40 MGOe) ont été atteints (figure I-11).

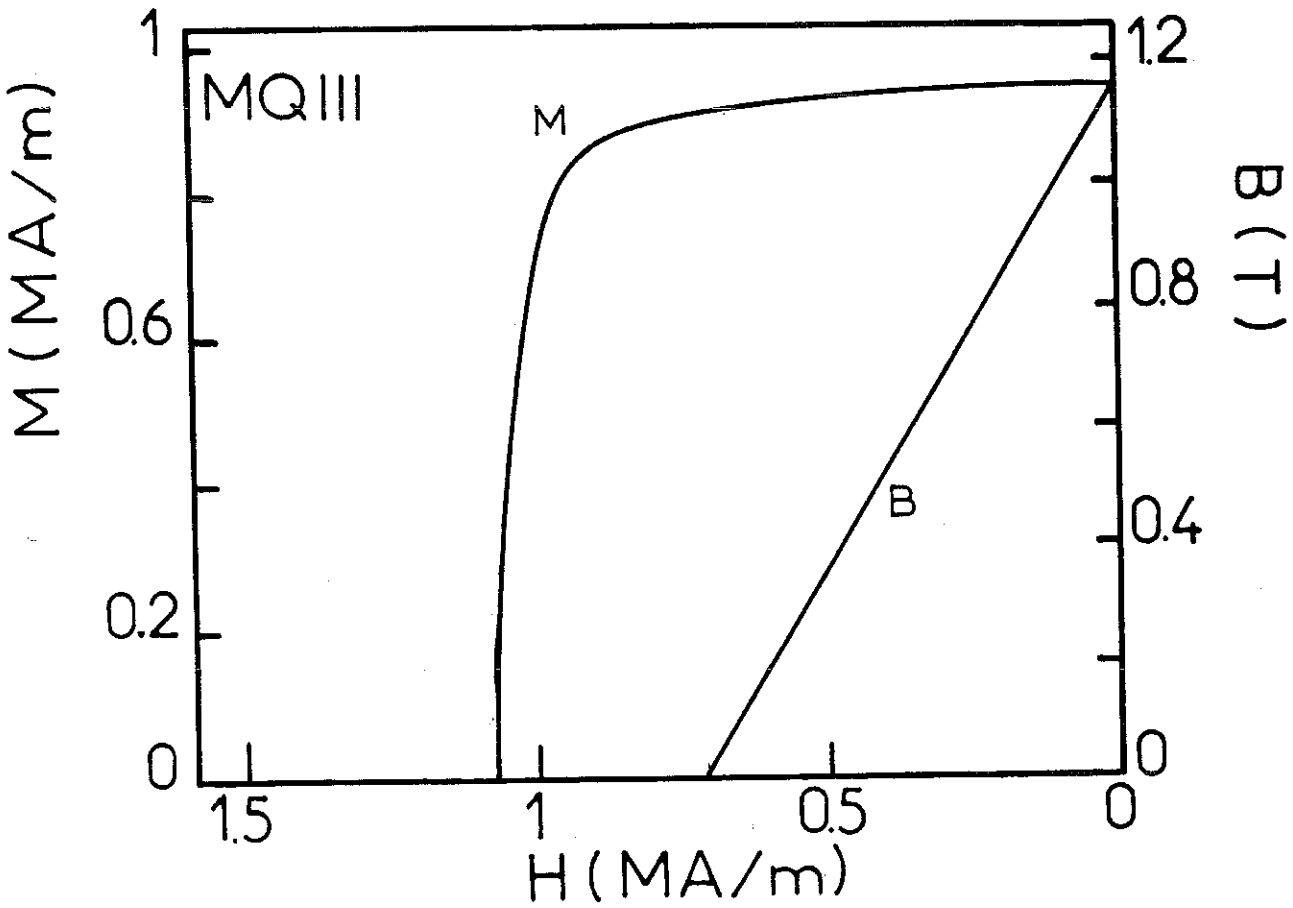


Figure I-11 : Courbes de recul $M(H_{int})$ et $B(H_{int})$ à 300 K d'un aimant MQIII.

I-4 - MICROSTRUCTURE DES AIMANTS MAGNEQUENCH

La microstructure des rubans trempés constitutifs des aimants MQI a été étudiée par Mishra [MIS 86a]. Les échantillons ont été amincis par bombardement ionique et examinés avec un microscope électronique à transmission Jeol 200C travaillant à 200 kV. La microstructure est constituée de cristallites de la phase $Nd_2Fe_{14}B$ dont les dimensions sont environ 200 à 300 Å (figures I-12, I-13). Ces cristallites sont entourés par une phase amorphe de 10 à 20 Å d'épaisseur. La composition de cette phase est difficile à établir, la largeur des joints de grains étant comparable à celle du faisceau d'analyse. Néanmoins par spectroscopie Auger à haute résolution spatiale d'un joint de grain, après fracture in situ de l'échantillon, une phase riche en néodyme et déficiente en bore a été mise en évidence.

Le traitement thermique appliqué aux rubans hypertrempés, utilisés pour l'élaboration des aimants MQII, conduit à une microstructure similaire à celle observée dans les aimants MQI (figures I-14, I-15). Cependant, la taille moyenne des cristallites de la phase $Nd_2Fe_{14}B$ est plus grande, de 800 à 1000 Å, un grossissement des grains se produisant pendant le pressage à chaud. Ces grains ont une forme polygonale avec des bords anguleux, plus régulière que dans les aimants MQI. Aux joints de grains, la phase riche en néodyme, similaire à celle observée dans les rubans, peut être soit cristallisée, soit amorphe. Le rapport Nd/Fe déterminé par microanalyse X est de 70/30, composition proche de celle de l'eutectique Nd-Fe. Une phase cubique face centrée de paramètre de maille 5,2 Å est en particulier mise en évidence. A l'interface entre deux rubans qui ont fusionnés, la microstructure est particulière (figure I-16). En effet, les rubans sont recouverts initialement d'une couche d'oxyde qui se brise pendant le pressage à chaud, mettant à jour une couche riche en néodyme ; celle-ci est très réactive et participe à la fusion des rubans. Dans cette zone, les grains de la phase $Nd_2Fe_{14}B$ sont plus gros ; en effet, la migration des joints de grains au voisinage de l'interface riche en néodyme et les déformations locales dans les grains adjacents favorisent leur croissance ; les grains prennent une forme allongée de telle sorte que leur face plane soit perpendiculaire à l'axe $\vec{c}$.

Dans les aimants MQIII, la plupart des grains de la phase $Nd_2Fe_{14}B$ sont des plaquettes monocristallines de diamètre environ 3000 Å et d'épaisseur 600 Å (figures I-17, I-18a)). L'axe des plaquettes est approximativement parallèle à la direction d'application de la pression et confondu avec l'axe $\vec{c}$ de la phase $Nd_2Fe_{14}B$. Comme dans les aimants MQI et MQII, la phase intergranulaire est riche en néodyme ; en négligeant le bore difficile à mettre en évidence, sa composition chimique établie par microanalyse est $Nd_{70}Fe_{30}$.

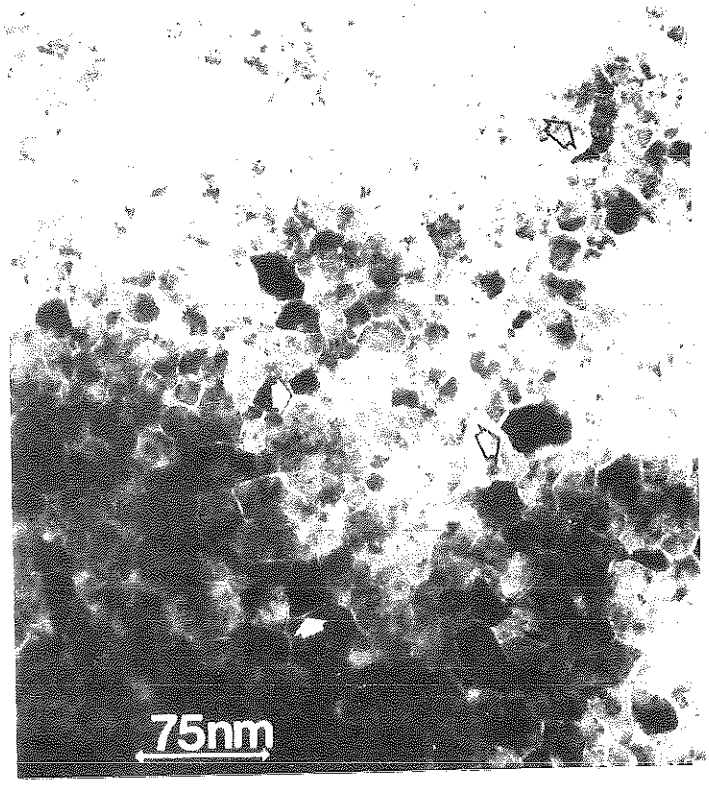


Figure I-12 : Micrographie d'un aimant MQI (les flèches indiquent la phase intergranulaire).

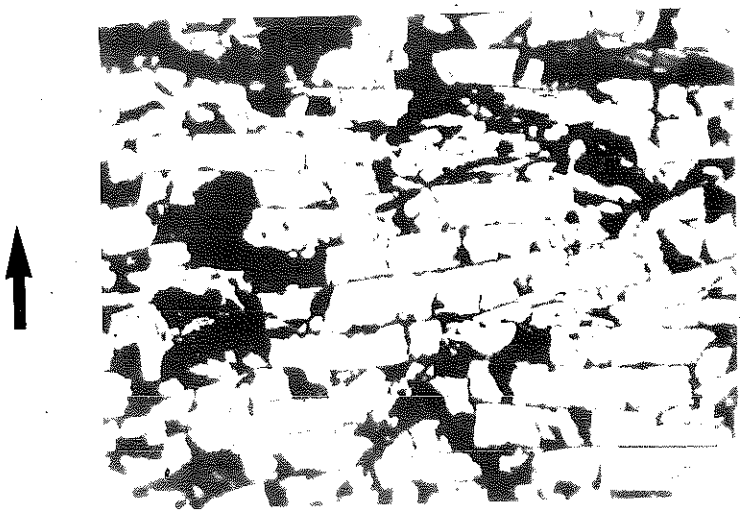


Figure I-13 : Micrographie d'un aimant MQI (la flèche indique la direction d'application de la pression).

Figure I-14 : Micrographie d'un aimant MQII (les flèches indiquent les grains dont la forme est à comparer avec celle des grains d'un aimant MQIII).

Figure I-15 : Micrographie d'un aimant MQII (la flèche indique la direction d'application de la pression).

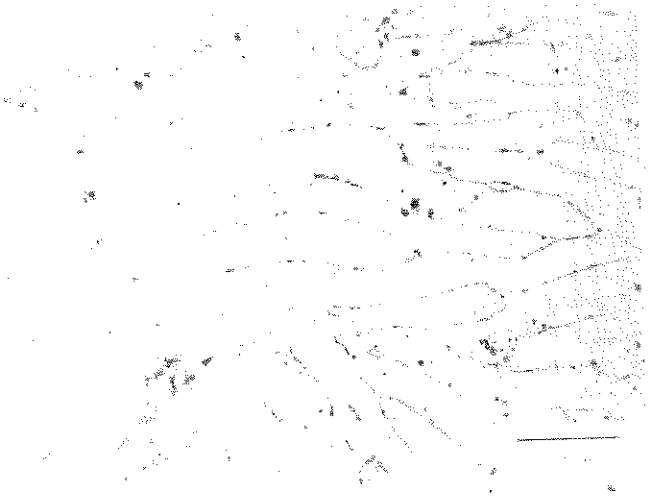
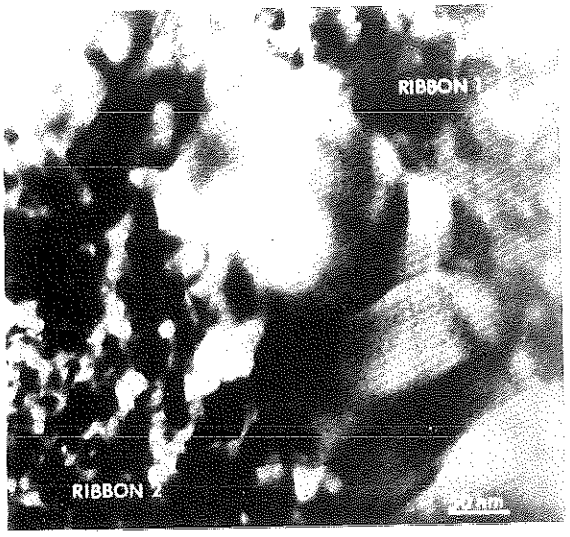


Figure I-16 : Micrographie de l'interface entre deux rubans dans un aimant MQII.



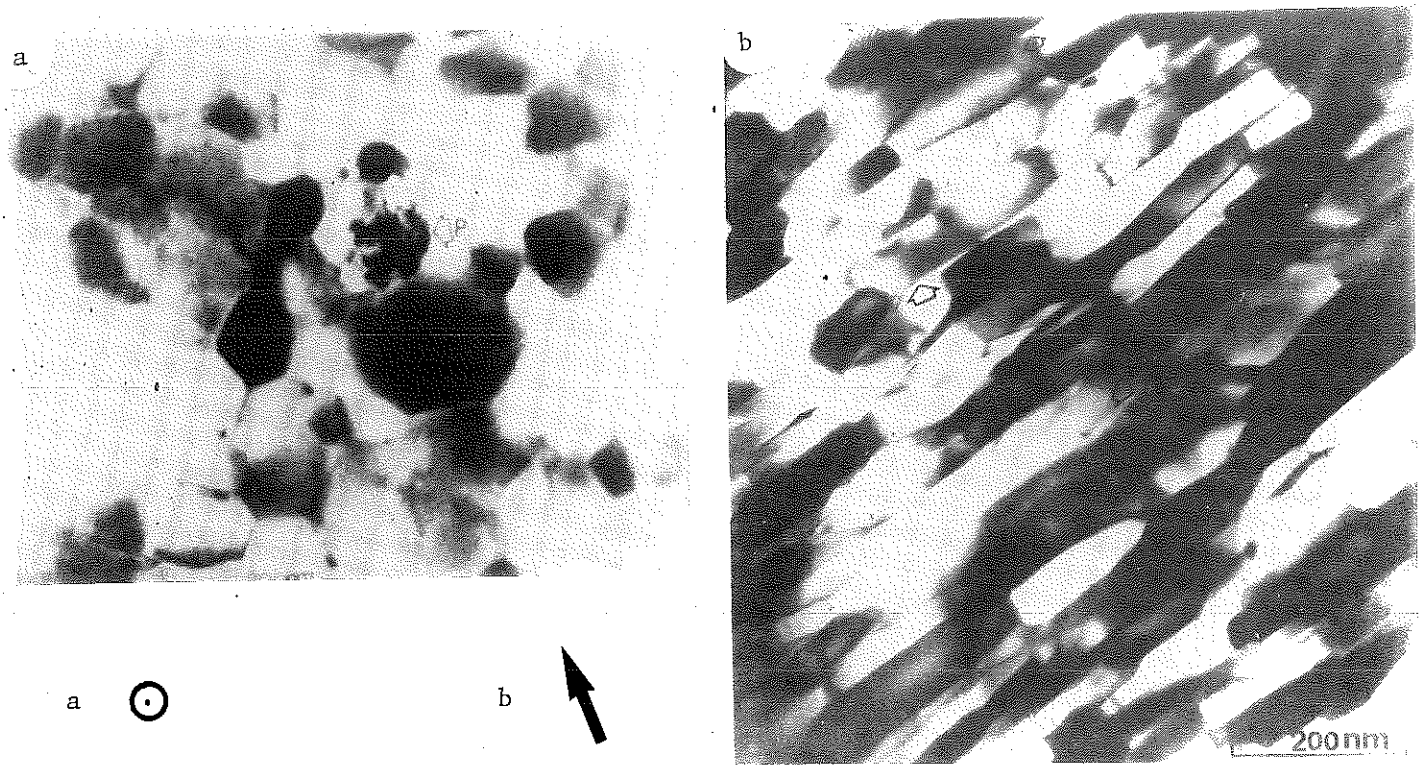


Figure I-17 : Micrographies d'un aimant MQIII (les flèches indiquent la direction d'application de la pression).

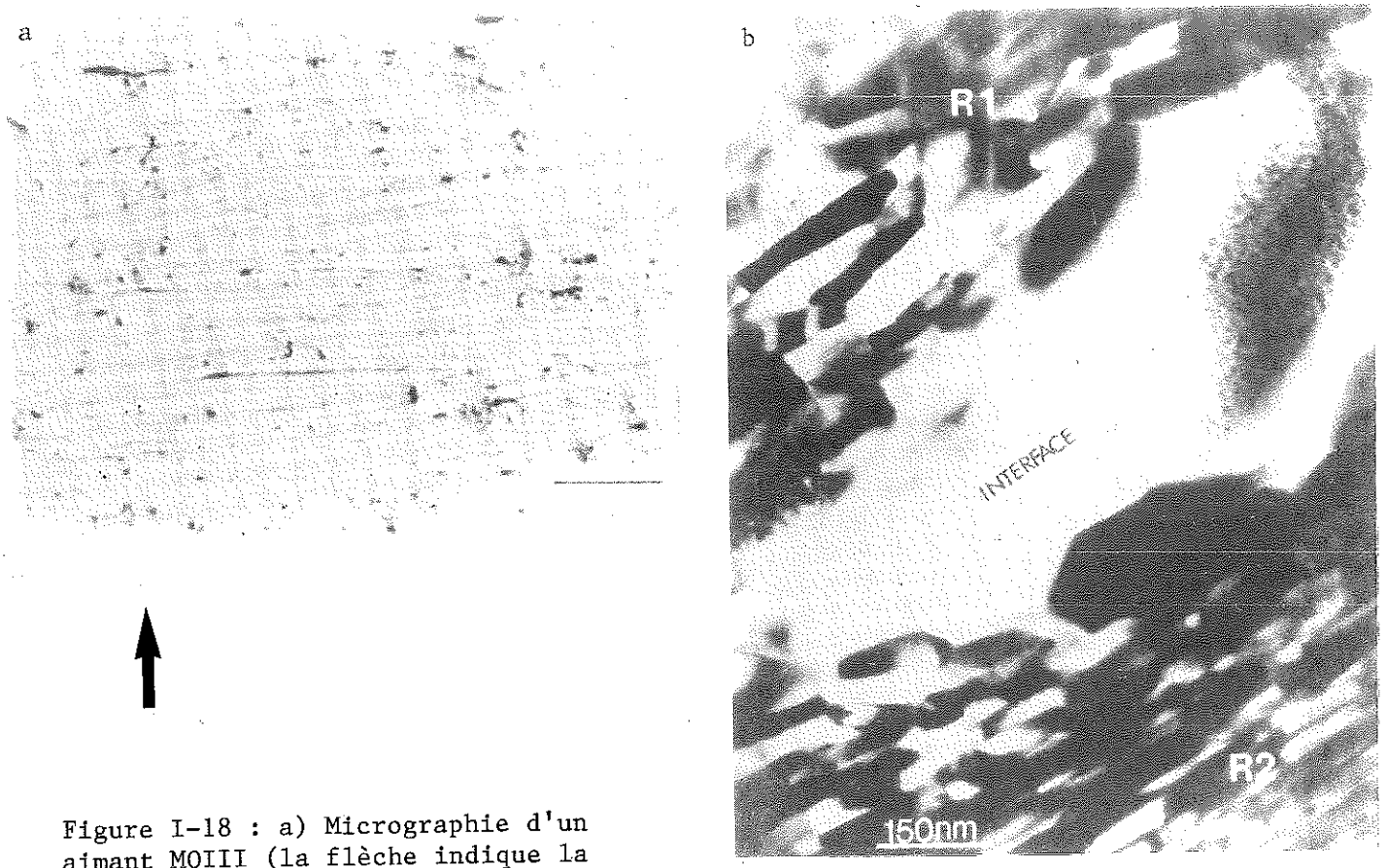


Figure I-18 : a) Micrographie d'un aimant MQIII (la flèche indique la direction d'application de la pression).

b) Micrographie de l'interface entre deux rubans dans un aimant MQIII.

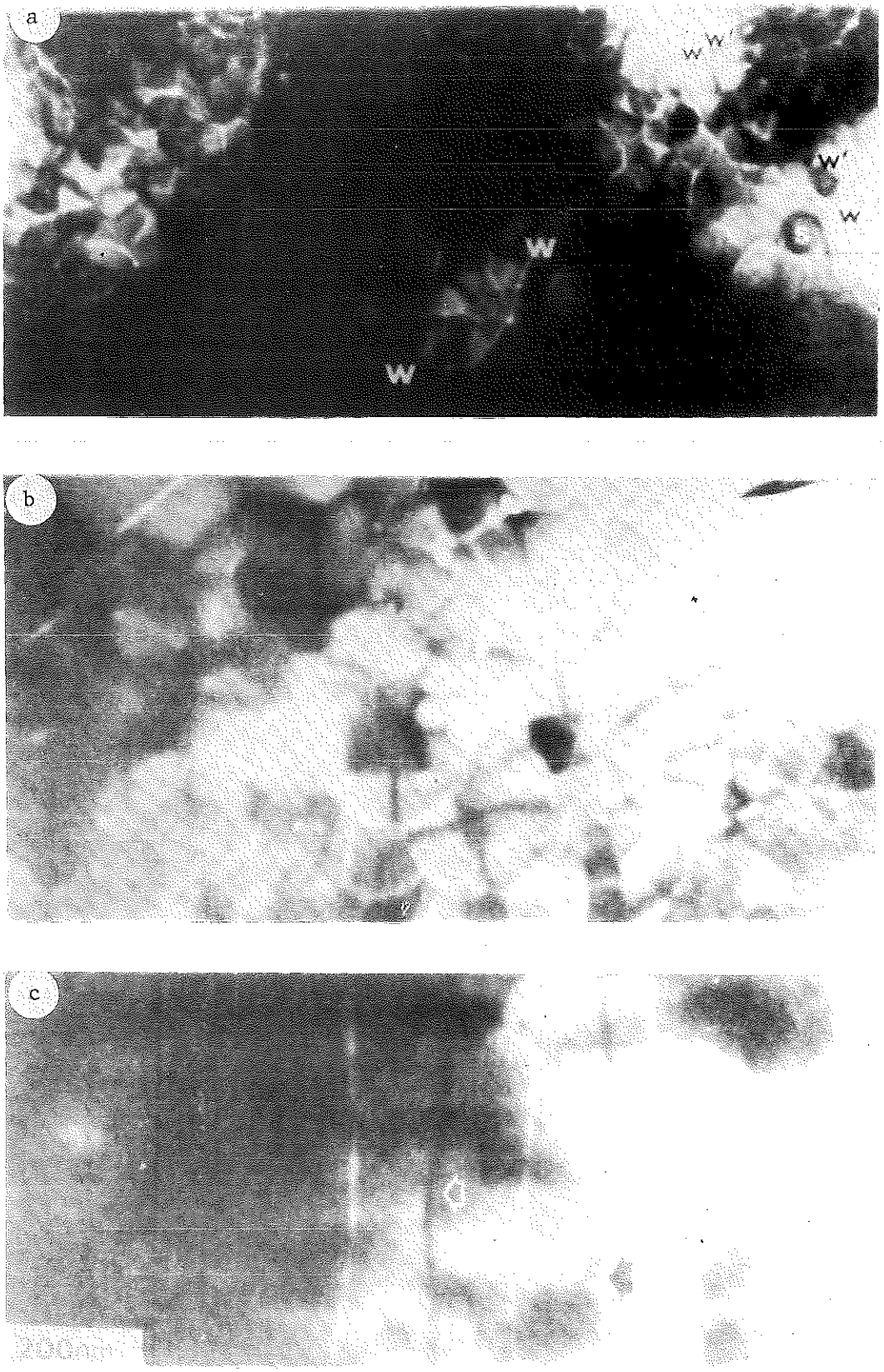


Figure I-19 : Micrographies obtenues en microscopie de Lorentz sur un aimant MQI a), MQII b) et MQIII c).

Des particules de néodyme métal apparaissent à l'interface entre deux rubans en raison de la plus forte concentration en phase riche en néodyme ; dans ces régions, les grains de la phase $Nd_2Fe_{14}B$ sont de taille supérieure et ne présentent pas d'orientation préférentielle (figure I-18b)). D'autres régions de l'échantillon, représentant environ 15 % du volume, ont une microstructure semblable à celle des aimants MQII, formée de petits grains distribués de façon isotrope. D'après Mishra [MIS 87b], les contraintes, dont la répartition est inhomogène, étaient nulles dans ces régions durant l'opération de fluage.

I-5 - DOMAINES MAGNETIQUES, PAROIS ET INHOMOGENEITES STRUCTURALES

Les observations de domaines magnétiques par microscopie de Lorentz sur les aimants MAGNEQUENCH ont permis de décrire la structure en domaines et de mettre en évidence un piégeage des parois de Bloch sur les inhomogénéités structurales que constituent les joints de grains.

Dans les aimants MQI, les parois suivent le tracé des joints de grains où leur énergie est réduite. Ce ne sont pas des parois classiques à 180° car les directions relatives des axes $\vec{c}$ dans deux grains adjacents sont aléatoires. Dans certains cas, des parois fermées emprisonnent un groupe de grains (figure I-19a)). De manière générale, lorsque la taille des grains est inférieure à la taille critique d'une particule monodomaine de la phase $Nd_2Fe_{14}B$ (1500 Å environ [CRO 84, LIV 85]), les domaines magnétiques sont formés de plusieurs grains afin de réduire l'énergie de paroi tout en minimisant l'énergie magnétostatique.

La structure en domaines dans les aimants MQII présente de nombreuses similitudes avec celle décrite ci-dessus (figure I-19b)). Cependant, du fait de la plus grande taille des grains de la phase $Nd_2Fe_{14}B$, des parois peuvent traverser certains grains, minimisant ainsi leur énergie par réduction de leur surface.

Dans les aimants MQIII, la taille moyenne des particules est supérieure à la dimension critique d'une particule monodomaine. Les parois traversent en général les grains de la phase $Nd_2Fe_{14}B$; elles sont continues d'un grain à l'autre, le piégeage sur un joint de grain ne se produisant que lorsque la paroi est parallèle à celui-ci (figure I-19c)).

I-6 - PROPRIETES MAGNETIQUES MACROSCOPIQUES

La courbe de première aimantation mesurée sur un échantillon MQI désaimanté thermiquement est présentée sur la figure (I-20). L'allure de cette courbe s'interprète à la lumière des observations microstructurales décrites au paragraphe précédent. La susceptibilité initiale est relativement faible, les parois étant piégées aux joints de grains. Dans un champ appliqué de l'ordre de grandeur du champ coercitif de l'aimant, une forte augmentation de la susceptibilité se produit correspondant au dépiégeage des parois. La forme arrondie du cycle d'hystérésis traduit le caractère isotrope de ces aimants.

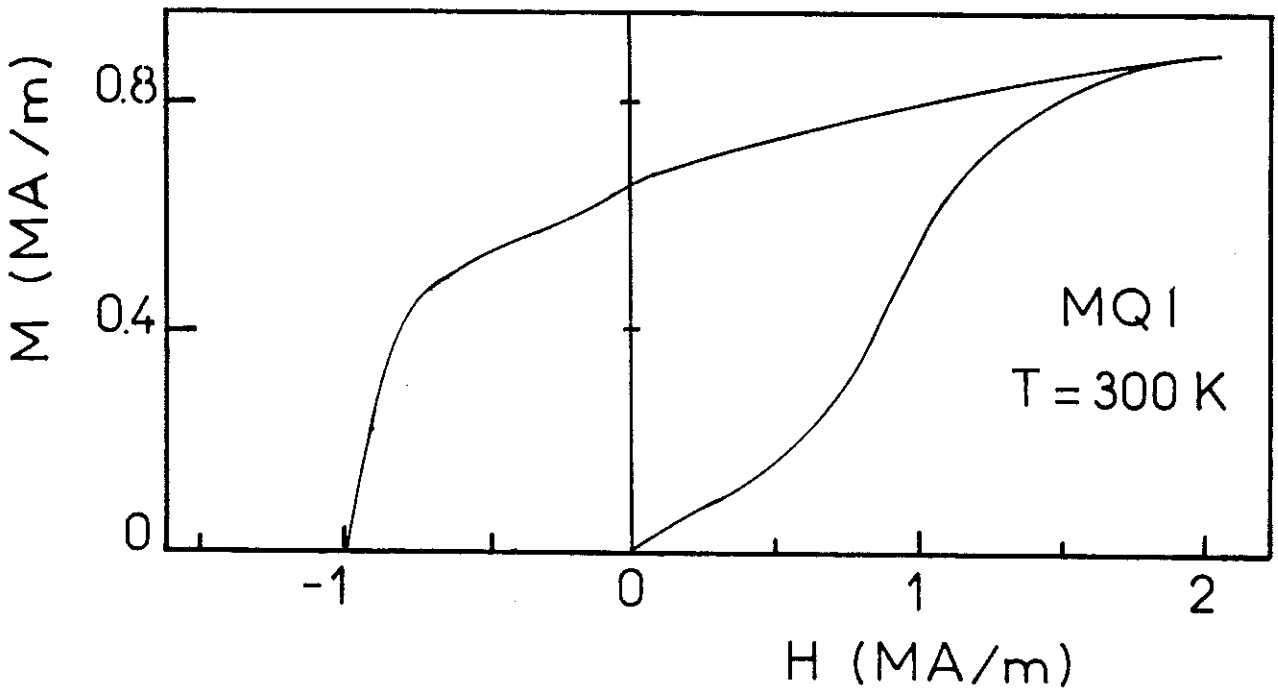


Figure I-20 : Courbe de première aimantation mesurée à 300 K sur un échantillon MQI (d'après [PIN 86]).

La forte susceptibilité initiale observée sur un aimant MQIII désaimanté thermiquement correspond d'après Pinkerton et al [PIN 86] à un déplacement libre des parois (figure I-21). Après saturation complète de l'échantillon, l'aimantation rémanente est de l'ordre de 950 kA/m (12 kG), en raison de la forte orientation préférentielle des grains. Le champ coercitif, de l'ordre de 950 kA/m (12 kOe), correspond au champ nécessaire pour dépiéger les parois qui après nucléation (voir chapitre II), interagissent fortement avec les joints de grains parallèles à l'axe $\vec{c}$.

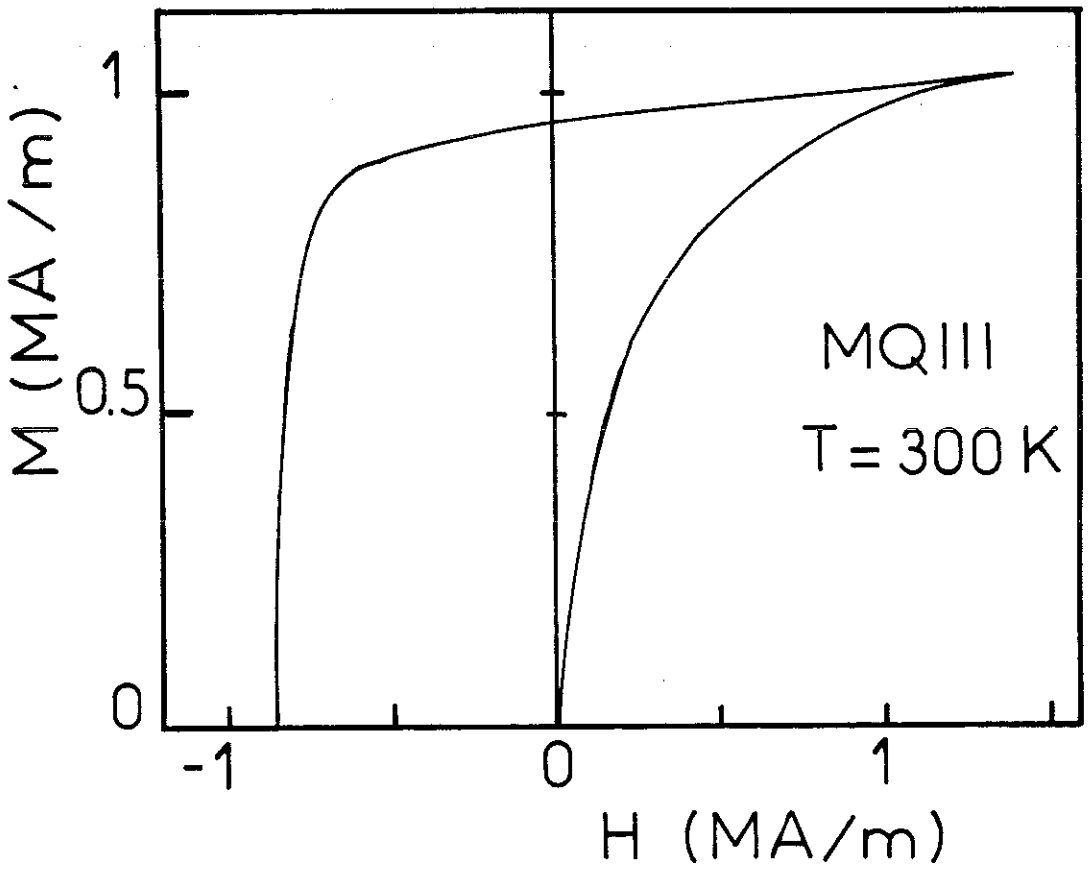


Figure I-21 : Courbe de première aimantation mesurée à 300 K sur un échantillon MQIII (d'après [PIN 86]).

Le comportement des aimants MQII est intermédiaire entre ceux décrits ci-dessus. La susceptibilité initiale met en évidence un déplacement libre des parois jusqu'à un champ de l'ordre de 400 kA/m (5 kOe) (figure I-22). Dans ce champ, les parois sont piégées aux joints de grains, un champ de l'ordre de grandeur du champ coercitif est alors nécessaire pour atteindre la saturation.

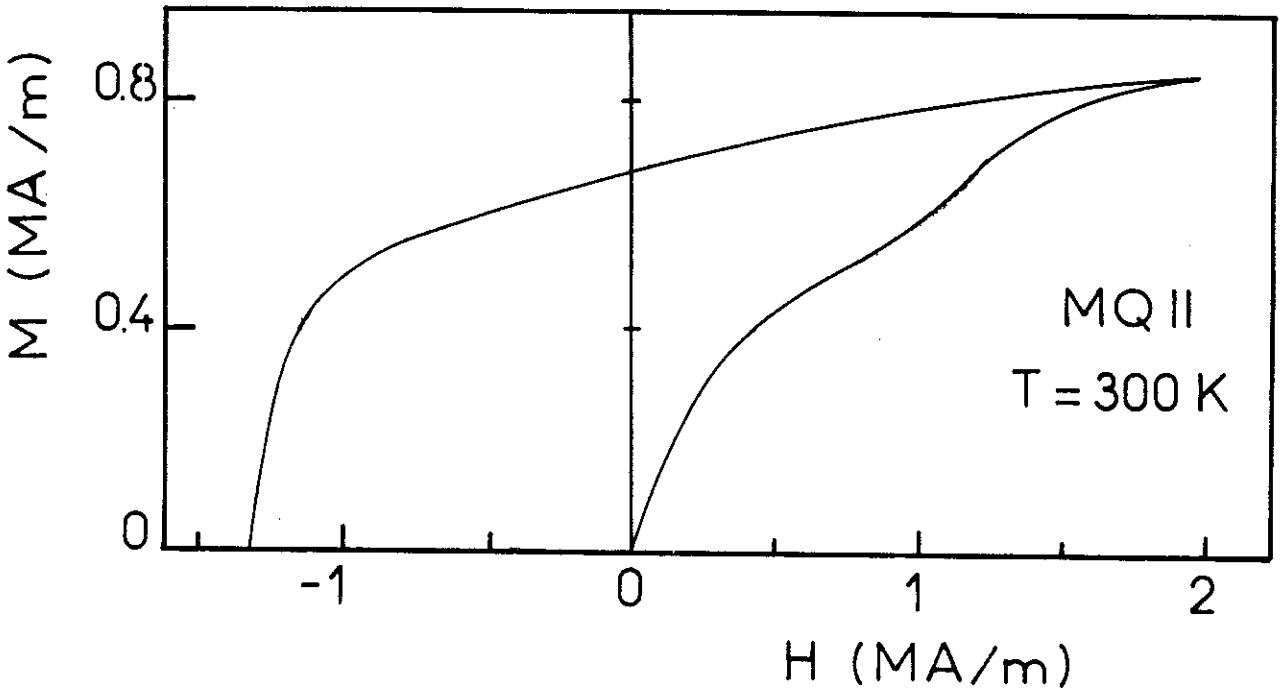


Figure I-22 : Courbe de première aimantation mesurée à 300 K sur un échantillon MQII (d'après [PIN 86]).

CHAPITRE II

RAPPEL SUR LES MECANISMES DE COERCITIVITE DANS LES AIMANTS FRITTES

II-1 - INTRODUCTION

II-1-1 - Approche schématique

Considérons un système ferro ou ferrimagnétique présentant une anisotropie uniaxiale d'ordre 2 caractérisée par la constante d'anisotropie K [BRO 45]. Supposant que tous les moments restent parallèles, l'énergie du système dans un champ H appliqué suivant la direction de facile aimantation s'écrit :

$$E = - \mu_0 M_s H \cos \theta + K \sin^2 \theta \qquad (II.1)$$

où M_s est l'aimantation spontanée et θ l'angle entre M_s et l'axe c de facile aimantation.

L'aimantation selon le champ est :

$$M = M_s \cos \theta \qquad (II.2)$$

Les solutions d'équilibre stable sont déduites des relations :

$$\frac{dE}{d\theta} = \mu_0 M_s H \sin \theta + K \sin 2\theta = 0 \qquad (II.3)$$

et

$$\frac{d^2E}{d\theta^2} = \mu_0 M_s H \cos \theta + 2 K \cos 2\theta > 0 \qquad (II.4)$$

Lorsque le champ appliqué est négatif, le minimum absolu d'énergie correspondant au couplage parallèle entre les moments magnétiques et le champ est obtenu pour $\theta = \pi$ et vaut :

$$E (\pi) = \mu_0 M_s H \qquad (II.5)$$

Cependant, tant que $|H| < \frac{2K}{\mu_0 M_s}$, un deuxième minimum existe correspondant au couplage antiparallèle entre les moments et le champ ($\theta = 0$) :

$$E(0) = -\mu_0 M_s H \qquad \text{(II.6)}$$

Ces deux états sont séparés par une barrière d'énergie (figure II-1) :

$$\Delta E = K + \frac{(\mu_0 M_s H)^2}{4K} - \mu_0 M_s H \qquad \text{(II.7)}$$

L'aimantation étant initialement antiparallèle au champ, elle bascule selon sa direction pour la valeur $H = -(2K / M_s \mu_0)$. Ce champ critique, ou champ coercitif est, dans ce modèle, égal au champ d'anisotropie H_A, nécessaire pour aligner dans un monocristal, l'aimantation selon un champ appliqué perpendiculairement à la direction de facile aimantation.

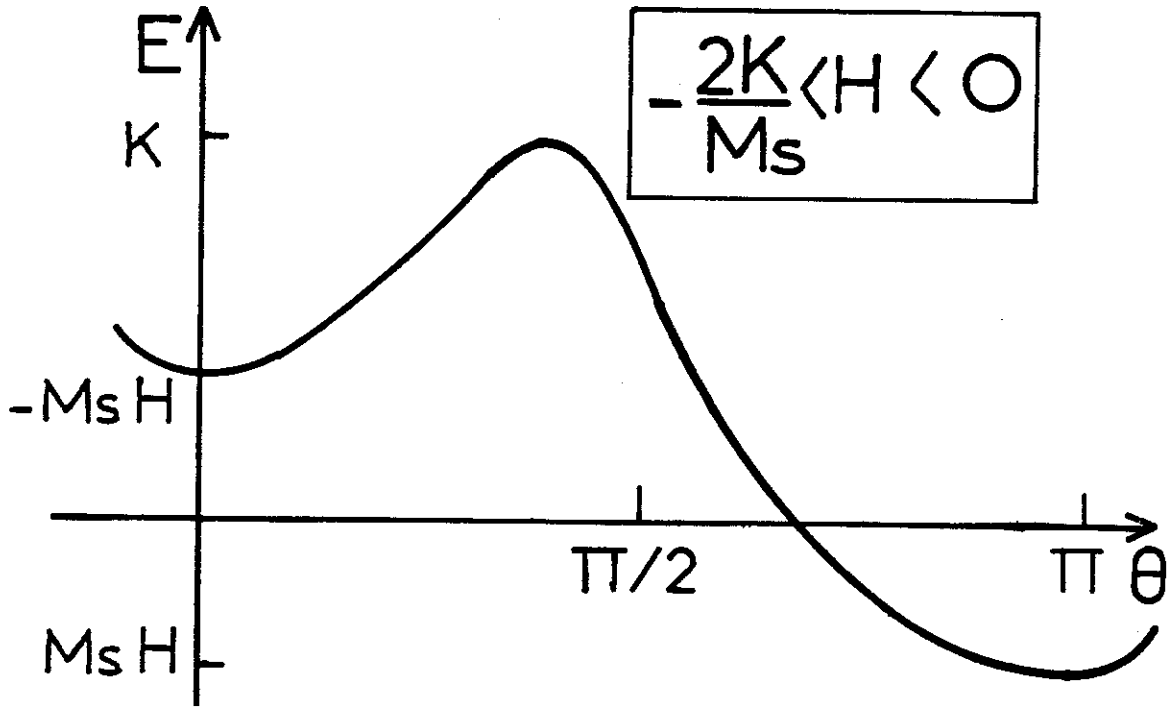


Figure II-1 : Barrière d'énergie entre les deux minima de l'énergie $-\mu_0 \vec{M}\vec{H} + K\sin^2\theta$.

II-1-2 - Coercitivité dans les systèmes réels

Expérimentalement, la valeur du champ coercitif sur un échantillon de taille macroscopique (~ 1 mm^3) est de plusieurs ordres de grandeur inférieure au champ d'anisotropie. Quand le champ appliqué décroît, il n'y a pas rotation cohérente de l'aimantation mais renversement de celle-ci dans un noyau de faible volume à un champ $-H_N$. Le domaine inverse ainsi créé est séparé du reste de l'échantillon par une paroi. Sa création résulte de la compétition entre l'énergie magnétostatique gagnée lors du retournement de l'aimantation dans le volume v, $+ 2\mu_0 M_s Hv$, et l'énergie fournie pour créer la paroi, γs. Comme le montre le schéma II-2, pour les faibles valeurs de v, la création d'un tel volume n'est pas énergétiquement favorable ; elle le devient pour les valeurs de v importantes. La coercitivité est déterminée par l'énergie nécessaire à la création d'un volume d'aimantation inverse égal ou supérieur à v_{crit} (schéma II-2).

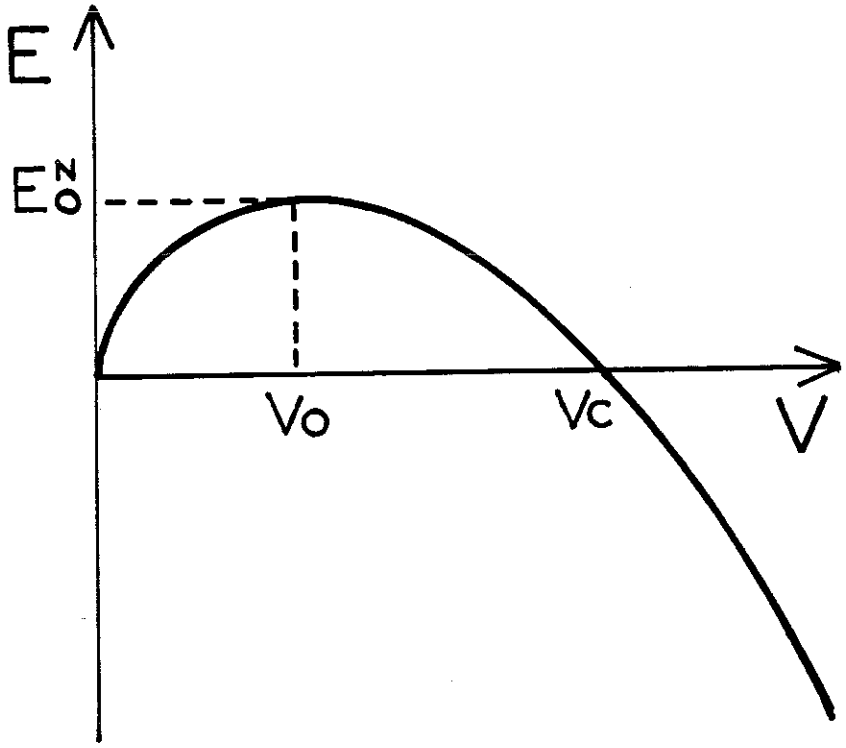


Figure II-2 : Energie associée à la nucléation d'un noyau d'aimantation inverse en fonction du volume du noyau.

Il apparaît que ce processus de désaimantation est énergétiquement moins favorable que celui de la rotation cohérente. Toutefois, dans un échantillon réel, une réduction de l'anisotropie et/ou de l'échange peut exister localement en raison de la présence de défauts, le renversement de l'aimantation se produisant alors dans son voisinage. Dans ce cas, ce processus de nucléation inhomogène est plus favorable que celui de la rotation cohérente. Si le déplacement des parois à travers l'échantillon est libre, un retournement complet de l'aimantation a lieu. La valeur de la coercitivité est déterminée par le processus de nucléation du domaine inverse initial.

Par ailleurs, dans un échantillon inhomogène, le déplacement des parois n'est pas toujours libre. En effet, sur un défaut caractérisé par une diminution locale de l'énergie d'anisotropie ou de l'énergie d'échange, l'énergie de paroi est réduite. Les parois sont piégées dans les zones où leur énergie γs est minimale. La valeur de la coercitivité correspond alors au champ magnétique, dit de propagation, nécessaire pour dépiéger les parois. Elle est déterminée par l'interaction existant entre les parois et les défauts.

II-2 - COERCITIVITE DANS LES PARTICULES DE FAIBLES DIMENSIONS

Une coercitivité beaucoup plus importante que celle obtenue dans les échantillons de taille macroscopique peut être observée dans des échantillons obtenus à la suite d'un broyage. Des expériences effectuées sur des particules de $SmCo_5$ [CUR 71, STR 67, NES 73, VEL 68, BUS 69] (figures II-3 et II-4) indiquent que la coercitivité croît quand la taille des particules diminue, puis décroît au-delà d'un temps optimal de broyage. Ces propriétés peuvent s'interpréter en considérant le rôle des défauts à l'origine, comme indiqué au paragraphe précédent, de la réduction de la valeur expérimentale du champ coercitif par rapport à sa valeur théorique. L'augmentation de la coercitivité lorsque la taille des particules décroît est habituellement attribuée à la décroissance du nombre de défauts par particule. Selon cette explication schématique le nombre de défauts introduits par broyage doit être inférieur au nombre de particules créées ; au contraire, lorsque le temps de broyage devient trop long, des défauts sont créés à la surface des particules dont la taille ne varie pratiquement plus.

D'autre part, la coercitivité augmente de 70 % environ quand les particules sont soumises à un polissage chimique, électronique ou mécanique (figure II-5) dont l'effet est d'améliorer l'état de surface des grains. Cette forte augmentation de coercitivité indique que les défauts à la surface des grains jouent un rôle prépondérant dans les mécanismes de retournement d'aimantation.

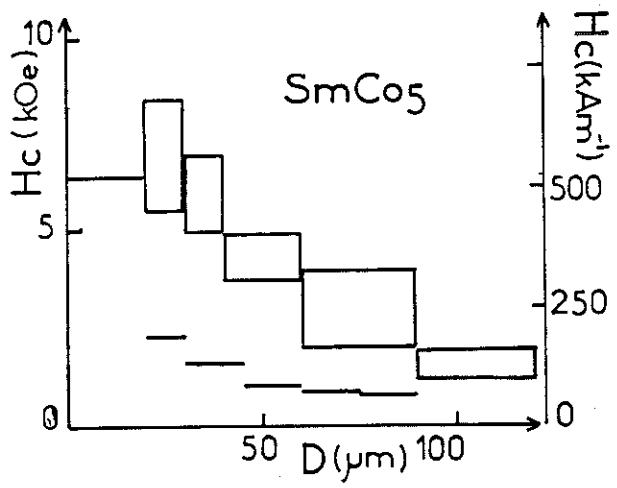


Figure II-3 : Champ coercitif d'une assemblée de particules de $SmCo_5$ en fonction de sa taille d'après [STR 67] et [CUR 71].

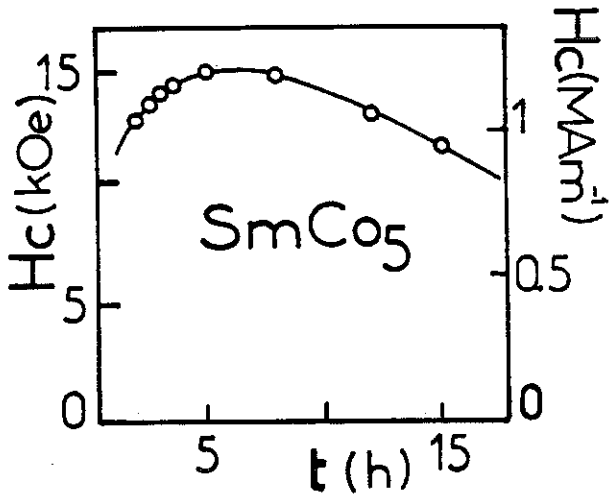


Figure II-4 : Champ coercitif d'une assemblée de particules de $SmCo_5$ en fonction du temps de broyage d'après [VEL 68].

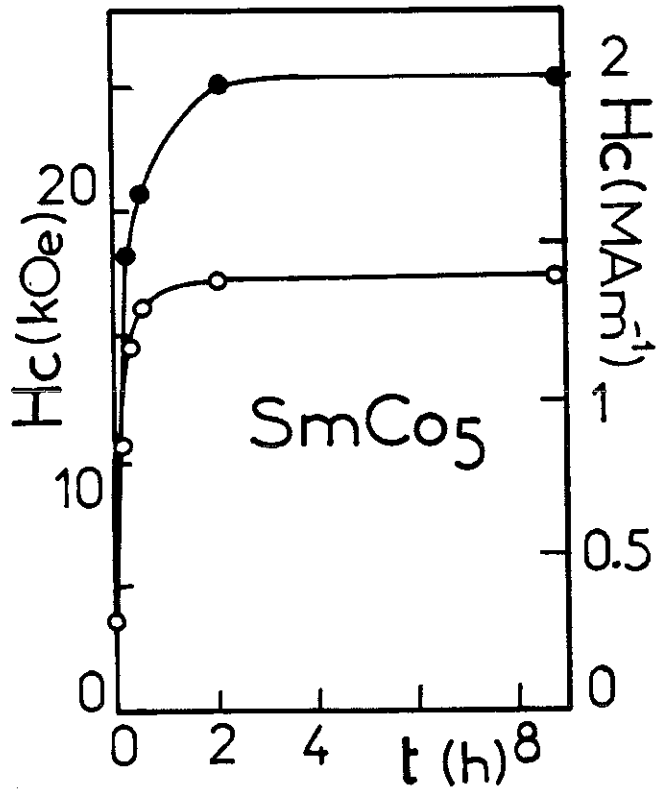


Figure II-5 : Champ coercitif d'une assemblée de particules de $SmCo_5$ en fonction du temps de broyage d'après [BUS 69] ; —o— sans attaque chimique, —•— avec attaque chimique.

Dépendance en température de H_c

Quand la température augmente, le champ coercitif d'une particule décroît. Cette décroissance est associée à celle du champ d'anisotropie ; elle ne lui est pas toutefois proportionnelle dans la plupart des cas, la valeur du champ coercitif dépendant d'autres paramètres physiques, associés en particulier à la présence de défauts.

Dépendance angulaire de H_c

Si après saturation le long de l'axe $\vec{c}$ de facile aimantation, l'échantillon est soumis à un champ appliqué selon une direction faisant un angle θ_{gH} avec l'axe de facile aimantation, on observe une augmentation du champ coercitif lorsque θ_{gH} augmente. Dans certains systèmes ($GdCo_5$ par exemple), le champ coercitif satisfait à la loi de Kondorsky [KON 40] :

$$H_c \sim 1/\cos\theta_{gH} \qquad \text{(II.8)}$$

Ce résultat s'interprète en considérant que la coercitivité est associée au franchissement d'une barrière d'énergie E_0. Le champ coercitif est alors défini par :

$$-\mu_0 \vec{M}\,\vec{H}_c = E_0 \qquad \text{(II.9)}$$

Le champ d'anisotropie étant bien supérieur au champ appliqué, l'aimantation reste pratiquement dirigée suivant l'axe de facile aimantation, seule la projection du champ appliqué le long de cet axe est active :

$$\vec{M}.\vec{H} = M\,H\cos\theta_{gH} \qquad \text{(II.10)}$$

d'où :

$$H_c(\theta_{gH}) = \frac{-E_0}{\mu_0 M_s \cos\theta_{gH}} = \frac{H_c(0)}{\cos\theta_{gH}} \qquad \text{(II.11)}$$

II-3 - ANALYSE EXPERIMENTALE DE LA COERCITIVITE DES AIMANTS Nd-Fe-B

II-3-1 - Elaboration des aimants frittés

La fabrication d'aimants permanents par métallurgie des poudres utilise les propriétés de la coercitivité des particules de petite taille. Un alliage de composition chimique voisine de celle de la phase magnétique anisotrope est réduit en poudre. Après orientation dans un champ magnétique afin d'augmenter la valeur de la rémanence, les grains monocristallins sont compactés. La densification est assurée par un traitement thermique de frittage à une température proche de la température de fusion. Un traitement final de recuit permet d'obtenir une coercitivité optimale. Ce procédé est notamment utilisé pour la fabrication des aimants ferrites, $SmCo_5$ et Nd-Fe-B.

II-3-2 - Résultats expérimentaux

Dans les aimants Nd-Fe-B frittés, la coercitivité est associée aux propriétés anisotropes du composé $Nd_2Fe_{14}B$ [SAG 84]. Les résultats expérimentaux les plus significatifs résumés par P. Tenaud [TEN 88], sont les suivants :

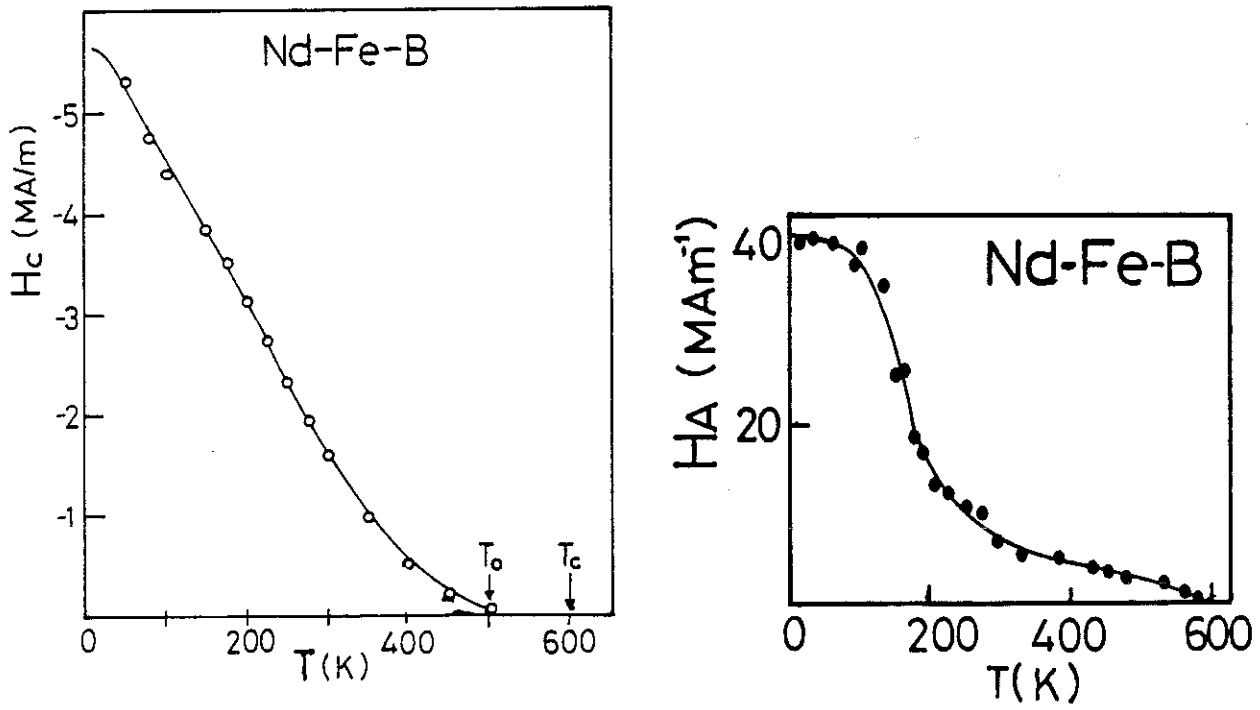


Figure II-6 : Variations thermiques du champ coercitif d'un aimant Nd-Fe-B fritté et du champ d'anisotropie du composé $Nd_2Fe_{14}B$ (d'après [KRO 87]).

- La valeur du champ coercitif vaut environ 1/10 de celle du champ d'anisotropie de la phase $Nd_2Fe_{14}B$. Les variations thermiques du champ coercitif et du champ d'anisotropie sont similaires mais non identiques (figure II-6). En particulier, le champ coercitif s'annule à une température inférieure de 50 K environ à la température de Curie (T_c = 594 K [BEL 87]) du composé $Nd_2Fe_{14}B$.

- Les mesures de traînage magnétique mettent en évidence une réduction du champ coercitif par agitation thermique. Elles peuvent s'interpréter en considérant que le processus coercitif débute dans un petit volume v appelé volume d'activation. L'analyse des mesures de traînage jusqu'à 300 K indique que ce volume est approximativement égal au cube de l'épaisseur de paroi (figure II-7).

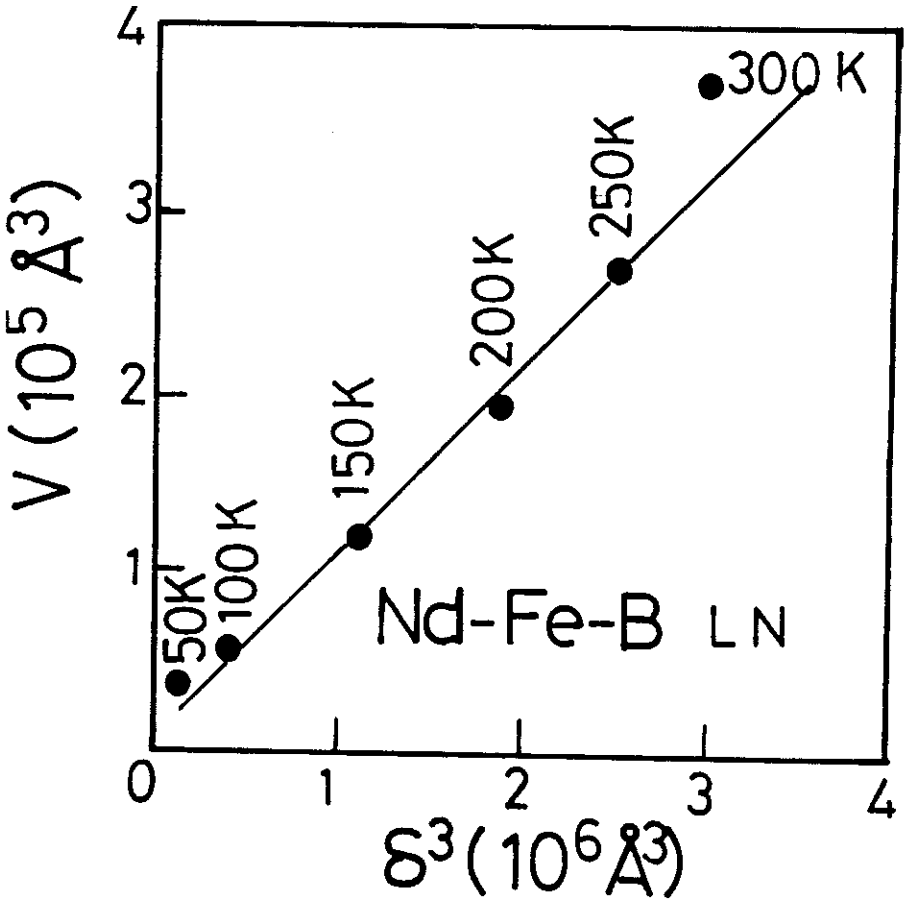


Figure II-7 : Volume d'activation d'un aimant Nd-Fe-B fritté en fonction de l'épaisseur de paroi dans le composé $Nd_2Fe_{14}B$.

- A 300 K, la variation angulaire du champ coercitif dans chaque grain correspond à la loi $h_c(\theta_{gH}) = h_c(0)/\cos\theta_{gH}$. Ainsi lorsque le champ est appliqué suivant une direction faisant un angle θ_{gH} avec l'axe de facile aimantation d'un grain, seule la projection du champ selon cet axe est active lors du processus de retournement d'aimantation. Cette propriété signifie que l'état physique du système est le même quelle que soit la direction d'application du champ : les processus de rotation réversible de l'aimantation sont négligeables en première approximation (figure II-8).

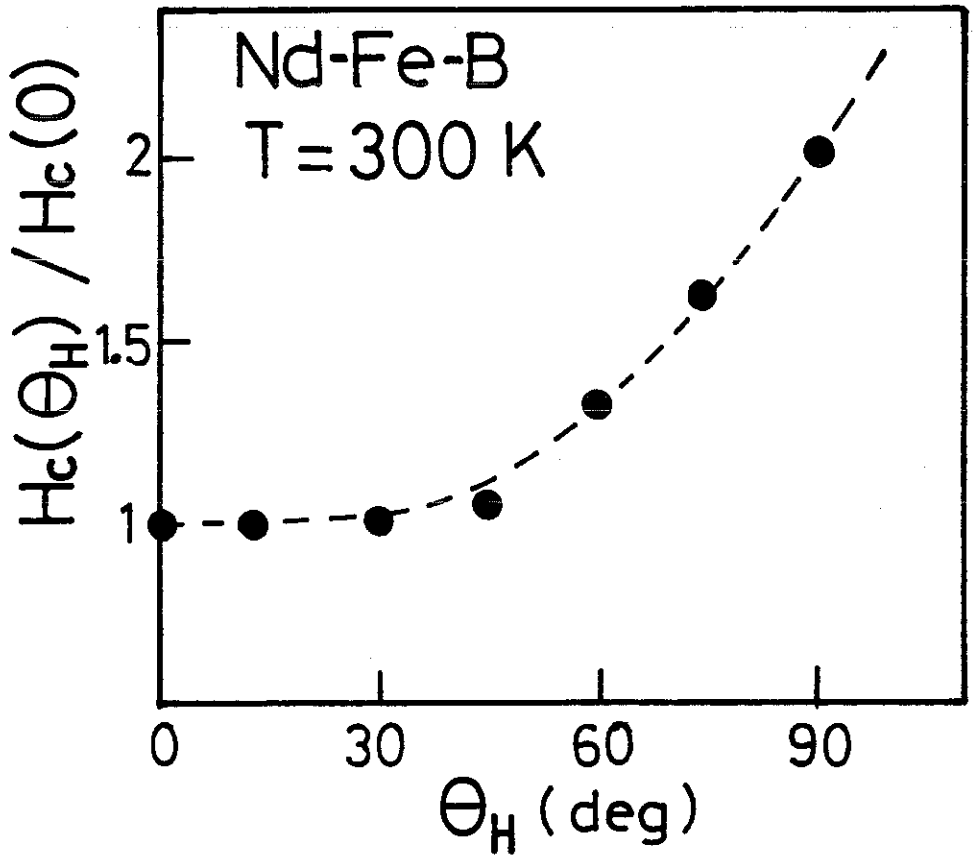


Figure II-8 : Champ coercitif d'un aimant Nd-Fe-B fritté à 300 K en fonction de l'angle θ_H entre l'axe z d'orientation préférentielle de l'aimant et le champ appliqué.

- Partant de l'état désaimanté thermiquement, lorsque le champ de saturation atteint une valeur critique dépendant du grain considéré, la coercitivité passe brutalement d'une valeur pratiquement nulle à la valeur maximale. La valeur de ce champ critique n'est pas reliée au processus déterminant la coercitivité des aimants Nd-Fe-B (figure II-9). Elle correspond au champ nécessaire pour que le champ interne en tout point du grain ait le même sens que le champ appliqué.

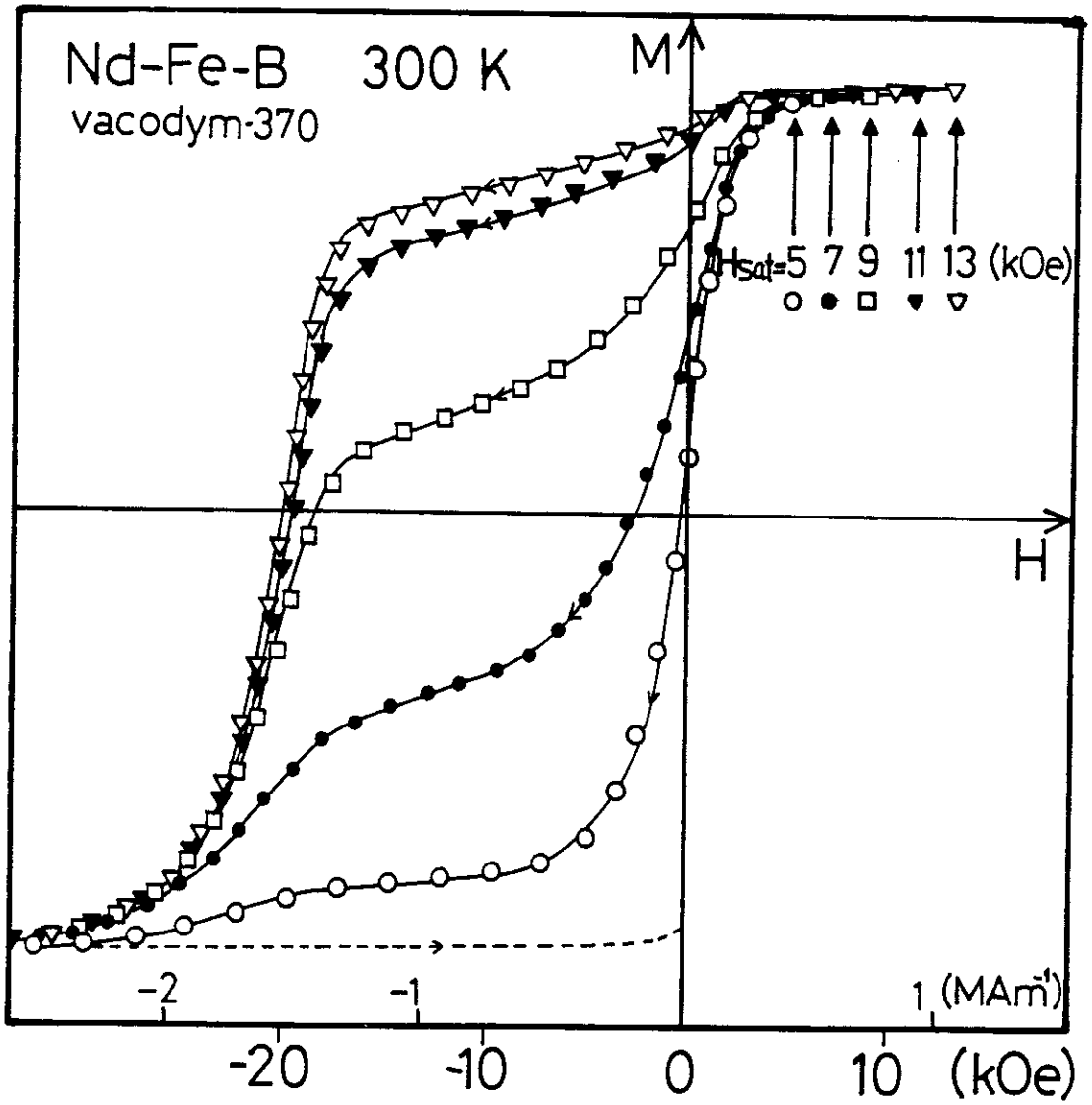


Figure II-9 : Variation du champ coercitif en fonction du champ de saturation sur un aimant Nd-Fe-B fritté.

II-3-3 - Modèle phénoménologique

En accord avec les observations expérimentales décrites ci-dessus, un modèle phénoménologique simple a été élaboré pour rendre compte des mécanismes de coercitivité dans ce type d'aimants [GIV 88]. Au champ coercitif d'un grain, l'aimantation se retourne dans le volume d'activation v par franchissement d'une barrière d'énergie E_0, sous l'effet du champ appliqué et de l'activation thermique. On peut écrire :

$$E_0 = - \mu_0 \, v \, \vec{M}_s \, \vec{H}_c + \mu_0 \, \alpha \, v \, M_s^2 + 25 \, kT \qquad (II.12)$$

Le terme $\mu_0 \alpha v M_s^2$ représente de façon schématique les interactions dipolaires dans la matière et 25 kT, explicité au chapitre IV, l'agitation thermique. Dans le grain, l'aimantation dans le volume d'activation est séparée de l'aimantation dans le reste du grain par une paroi d'énergie surfacique γ'. L'énergie perdue dans la formation de la paroi peut être associée à la barrière d'énergie E_0 :

$$E_0 = \gamma' s \qquad (II.13)$$

où s est la surface du volume d'activation. Pour l'analyse des résultats expérimentaux, deux hypothèses simplificatrices supplémentaires ont été faites : d'une part la surface s du volume d'activation a été supposée proportionnelle à $v^{2/3}$; d'autre part γ' a été supposé proportionnel à l'énergie surfacique γ de la phase $Nd_2Fe_{14}B$. Il en résulte $E_0 = \beta\gamma \, v^{2/3}$, soit :

$$|H_c| = \beta \frac{\gamma}{\mu_0 M_s v^{1/3}} - \alpha \, M_s - 25 \frac{kT}{vM_s} \qquad (II.14)$$

On peut alors définir le champ coercitif intrinsèque H_0, corrigé des effets d'agitation thermique (voir chapitre IV) ; il vaut :

$$|H_0| = |H_c| + 25 \frac{kT}{vM_s} = \frac{\beta\gamma}{\mu_0 M_s v^{1/3}} - \alpha \, M_s \qquad (II.15)$$

II-3-4 - **Confrontation du modèle aux résultats expérimentaux**

Pour le calcul du champ coercitif intrinsèque H_0 (relation II.15), les valeurs de M_s et γ ont été déduites des données magnétiques intrinsèques de la phase $Nd_2Fe_{14}B$ [GIV 84]. La valeur du volume d'activation a été déduite des mesures de traînage [GIV 87]. Les paramètres α et β, indépendants de la température, ont été ajustés afin que la variation thermique du champ coercitif calculé H_0 (T) corresponde le mieux possible à celle déduite des mesures expérimentales. La figure II-10 montre que pour les divers échantillons étudiés, l'accord entre le calcul et l'expérience est satisfaisant. Le paramètre β, relatif à l'énergie perdue dans la formation du volume d'activation, est de l'ordre de 0,4 (équivalent à β = 0,7 dans le chapitre V de ce travail du fait de l'estimation différente de l'énergie de paroi) ; les valeurs du paramètre α, associé aux interactions dipolaires, sont comprises entre 0,60 et 0,88 selon les échantillons. Ainsi, la variation de la coercitivité d'un aimant à l'autre résulte plutôt d'une variation des interactions dipolaires associées probablement à des différences de microstructure, que d'une variation du terme $\beta\gamma/\mu_0 v^{1/3} M_s$ déterminant le processus coercitif.

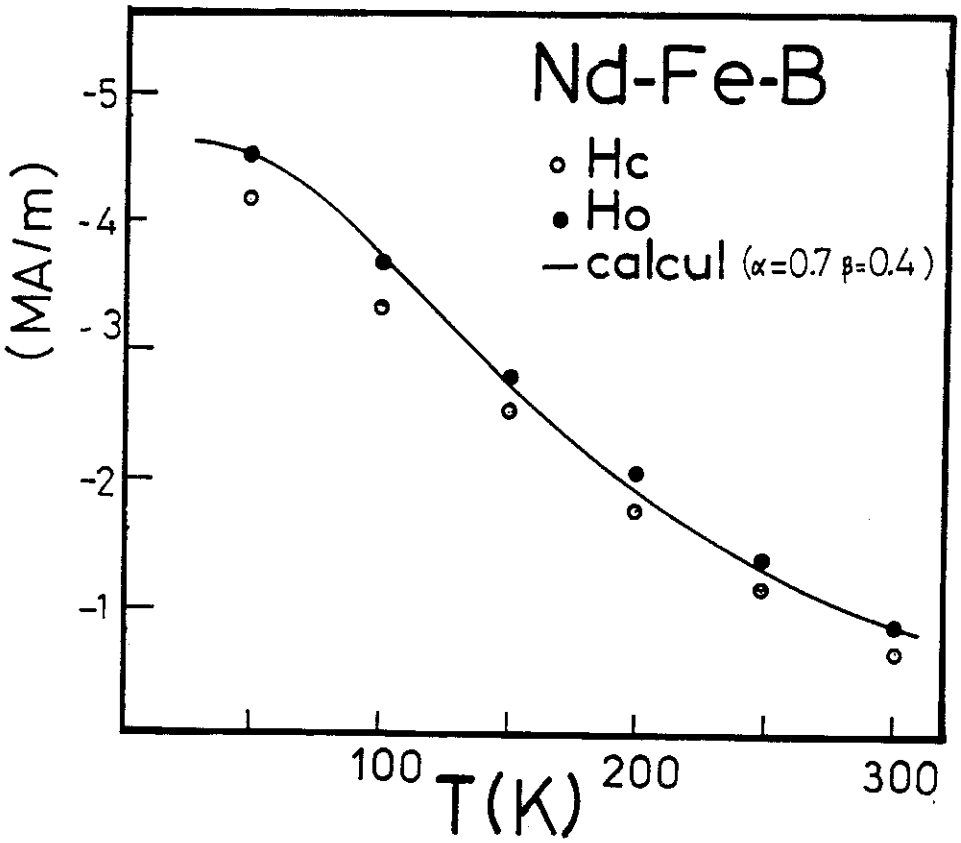


Figure II-10 : Variations thermiques des champs coercitifs H_0 (T) expérimentaux et calculés dans les aimants Nd-Fe-B frittés.

Les variations thermiques respectives des termes $\beta\gamma/\mu_0 M_s v^{1/3}$ et $-\alpha M_s$ qui contribuent à la variation thermique de H_0 selon la relation (II.15) sont tracées sur la figure II-11 pour un type d'aimant Nd-Fe-B fritté étudié. Le terme $\beta\gamma/\mu_0 M_s v^{1/3}$ est largement dominant à basse température mais décroît rapidement quand la température augmente jusqu'à valoir, à 300 K, 1/3 de sa valeur à 4.2 K. Le terme $-\alpha M_s$ varie assez faiblement avec la température jusqu'au voisinage de la température de Curie. A une température T_0 voisine de 500 K, αM_s devient supérieur à $\beta\gamma/\mu_0 M_s v^{1/3}$; le champ coercitif est alors nul : les interactions dipolaires dans la matière provoque en champ appliqué nul la désaimantation de l'aimant.

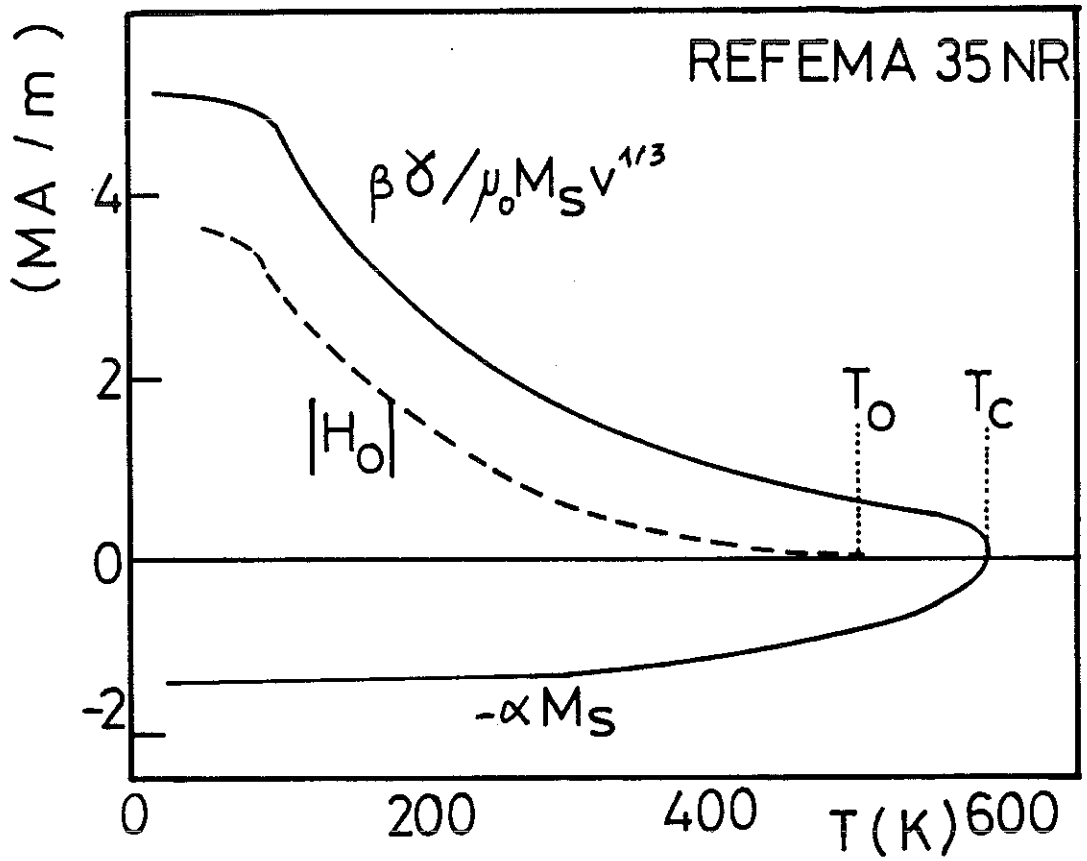


Figure II-11 : Variations thermiques des termes $\beta\gamma/\mu_0 M_s v^{1/3}$ et $-\alpha M_s$ qui contribuent à la variation thermique de H_0 dans un aimant Nd-Fe-B fritté.

II-4 - AUTRES AIMANTS FRITTES

Le modèle développé pour les aimants Nd-Fe-B permet d'interpréter les propriétés magnétiques d'autres types d'aimants frittés ($SmCo_5$, ferrites).

II-4-1 - Aimants $SmCo_5$

Pour les aimants $SmCo_5$, les résultats expérimentaux sont très similaires à ceux obtenus pour les aimants Nd-Fe-B. Une forte susceptibilité initiale apparaît sur la courbe de première aimantation après désaimantation thermique de l'échantillon, mettant en évidence un déplacement libre des parois. Les courbes de désaimantation obtenues après différents champs de saturation montrent un comportement identique à celui des aimants Nd-Fe-B, à savoir un développement brutal de la coercitivité dans les grains ; l'augmentation du ${}_MH_c$ de l'échantillon n'est donc pas due à une augmentation de la coercitivité dans les grains mais à une augmentation du nombre de grains coercitifs.

La variation angulaire du champ coercitif s'interprète en supposant une dépendance de la coercitivité dans chaque grain du type $h_c(\theta) = h_c(0)/\cos\theta$.

Comme dans les aimants Nd-Fe-B l'annulation du champ coercitif à une température bien inférieure à la température de Curie du matériau peut être attribuée à l'influence des interactions dipolaires locales dans la matière.

II-4-2 - Aimants ferrites

Bien que la variation thermique du champ coercitif d'un aimant ferrite soit très différente de celle mesurée sur un aimant Nd-Fe-B, le modèle proposé permet de rendre compte de cette variation. En effet, le terme $\beta\gamma/\mu_0 M_s v^{1/3}$ (relation II.13) étant pratiquement constant en fonction de la température et le terme αM_s étant décroissant, le terme $\beta\gamma/\mu_0 M_s v^{1/3} - \alpha M_s$ augmente avec la température. Un bon accord avec l'expérience est obtenu pour $\beta = 1,3$; cette valeur relativement forte par rapport à celle obtenue pour les aimants Nd-Fe-B et $SmCo_5$ indique que le champ coercitif est plus proche de sa valeur théorique dans les aimants ferrites.

La dépendance angulaire du champ coercitif s'interprète en considérant que dans un grain donné, le champ coercitif varie en $1/\cos\theta$. Toutefois, il faut tenir compte de la rotation réversible de l'aimantation, l'anisotropie magnétocristalline étant beaucoup moins forte dans ces aimants.

CHAPITRE III

RESULTATS EXPERIMENTAUX

III-1 - CARACTERISATION AUX RAYONS X ET ORIENTATION DES PARTICULES

Les aimants MQI et MQII utilisés pour cette étude, nous ont été fournis par la Société General Motors ; les aimants MQIII, par l'intermédiaire de J.J. Croat de la Société Delco-Remy, filiale de General Motors.

Pour l'analyse aux rayons X, plusieurs plaquettes d'épaisseur typique 0,5 mm ont été découpées parallèlement (P//) ou perpendiculairement (P⊥) à la direction de pressage appliquée lors de l'élaboration de l'aimant. Les diffractogrammes ont été mesurés dans le mode $\theta/2\theta$, l'axe perpendiculaire aux plaquettes étant bissecteur entre les faisceaux incident et réfléchi. Les résultats sont présentés sur les figures III-1 à III-3. De façon générale, les raies les plus intenses caractérisent la phase $Nd_2Fe_{14}B$.

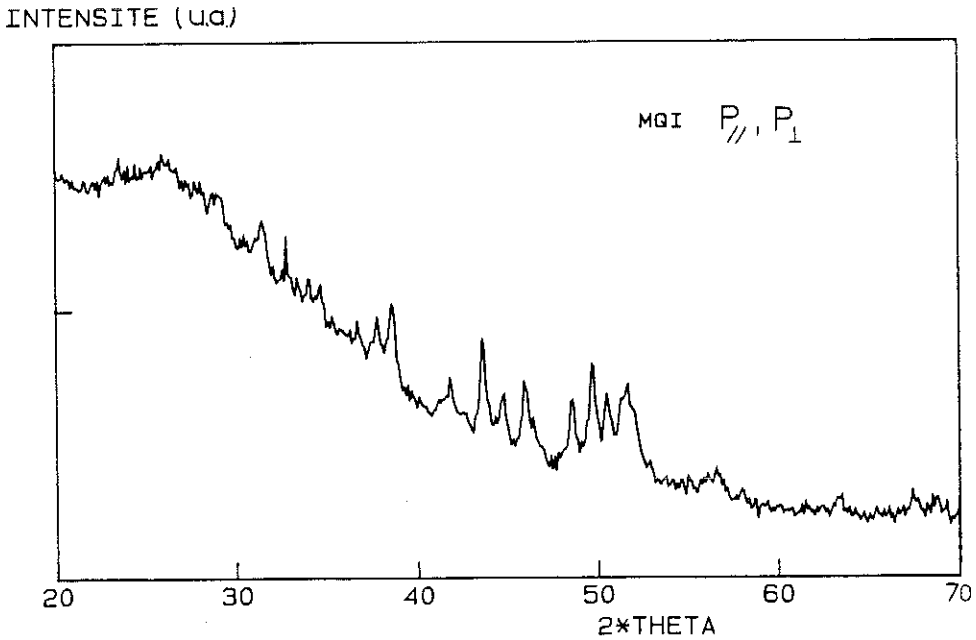
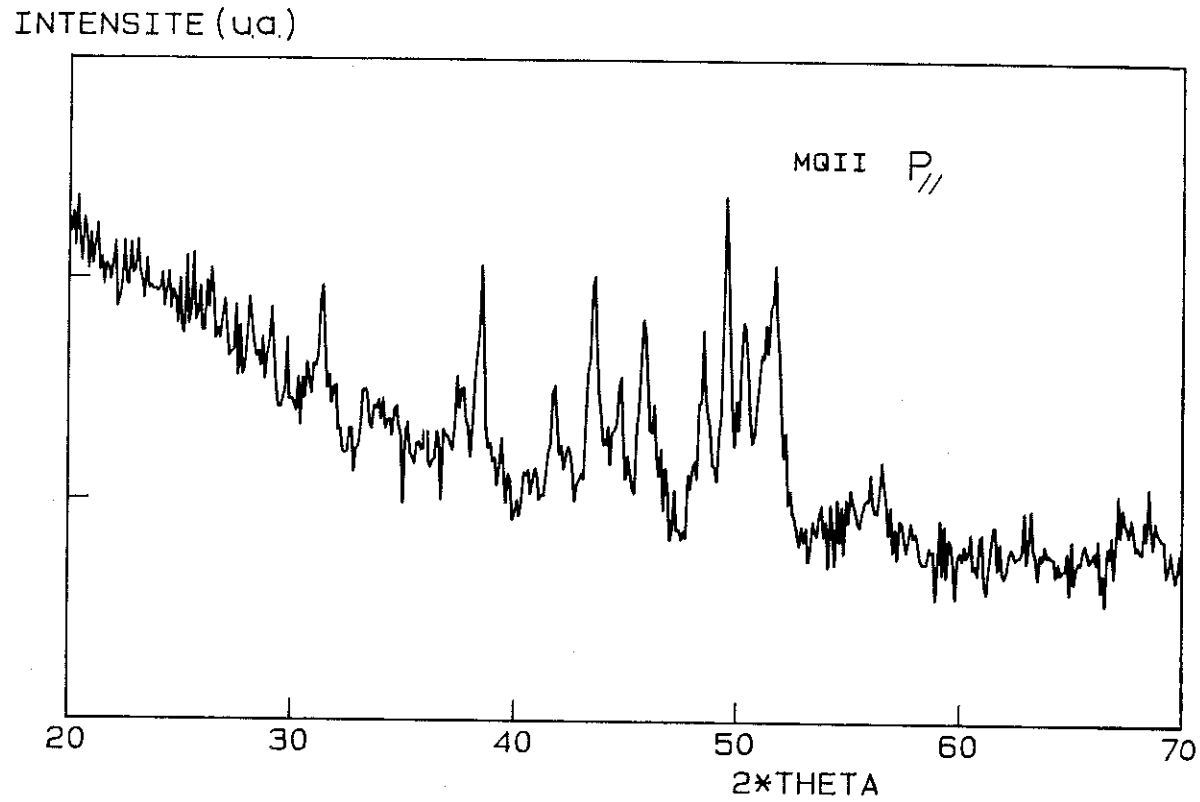


Figure III-1 : Diffractogramme obtenu sur les plaquettes P// et P⊥ pour l'aimant MQI.



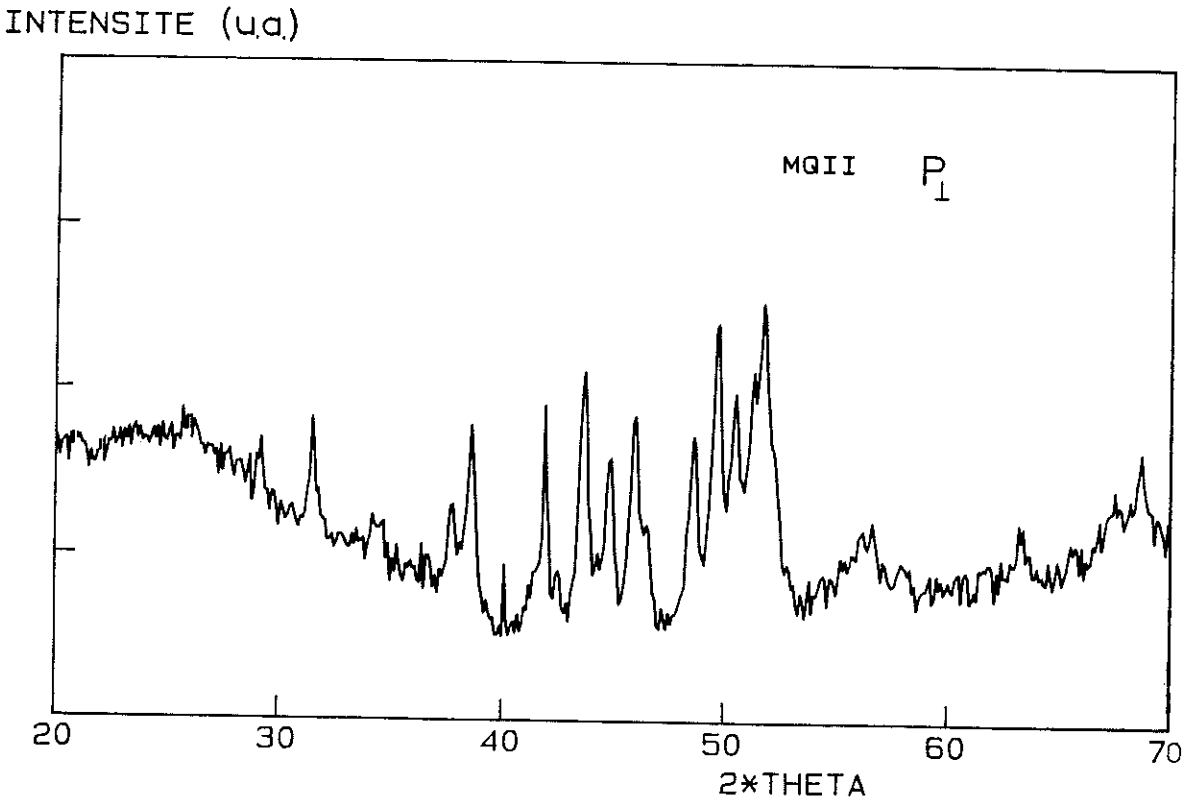


Figure III-2 : Diffractogrammes obtenus sur les plaquettes P// et P⊥ pour l'aimant MQII.

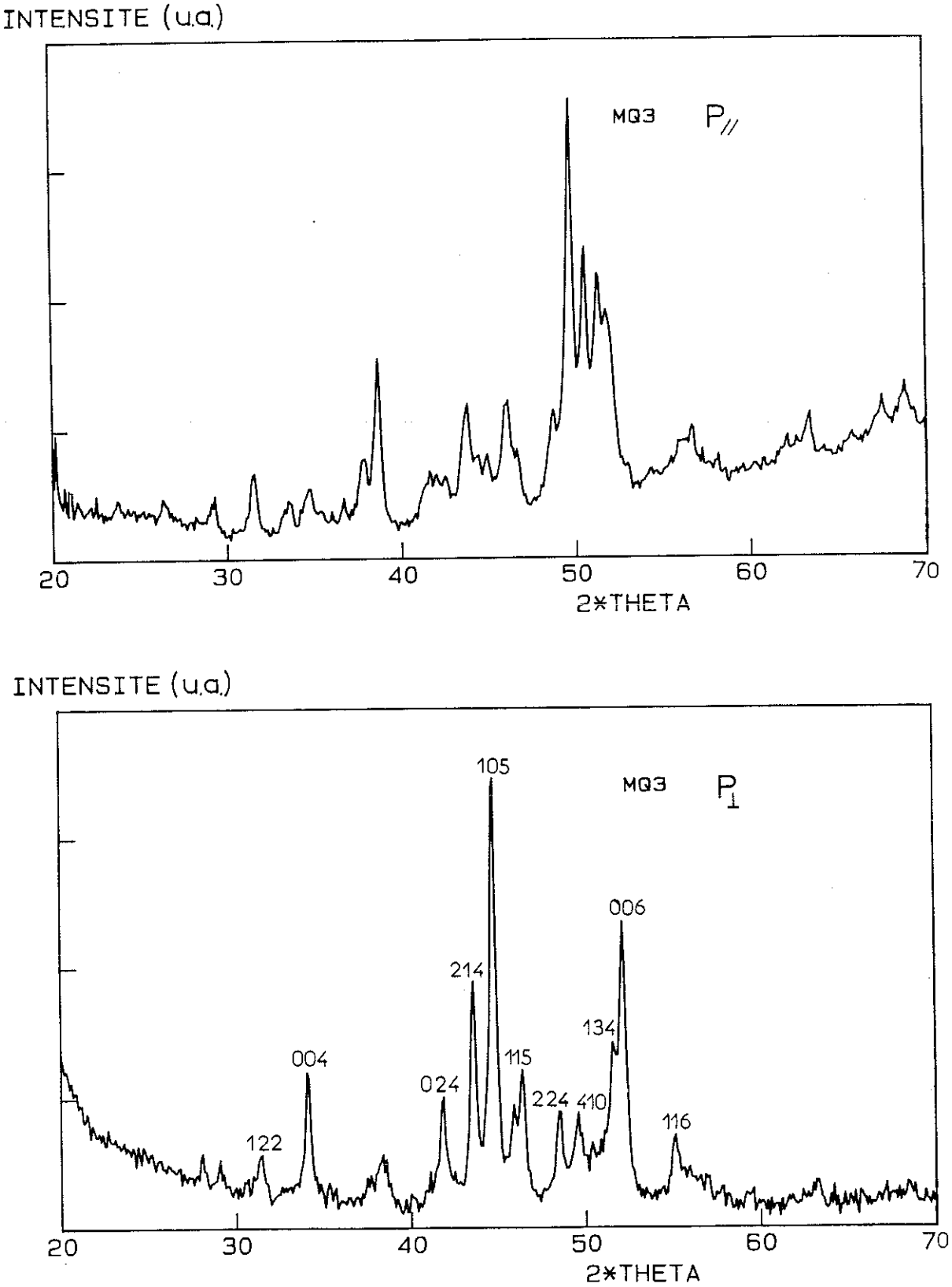


Figure III-3 : Diffractogrammes obtenus sur les plaquettes P// et P⊥ pour l'aimant MQIII.

Les diffractogrammes obtenus avec les plaquettes P// et P⊥ pour l'aimant MQI révèlent une large bosse de diffusion centrée sur 26° due au substrat en verre. Les intensités relatives des raies de diffraction de la phase $Nd_2Fe_{14}B$ sont identiques, aux erreurs expérimentales près, à celles obtenues sur une poudre isotrope (figure III-4), révélant l'absence d'orientation préférentielle de ces aimants. Dans les aimants MQII et MQIII, les raies de type [001] sont plus intenses sur la plaquette de type P⊥, traduisant une certaine orientation préférentielle des cristallites, beaucoup plus importante dans l'aimant MQIII.

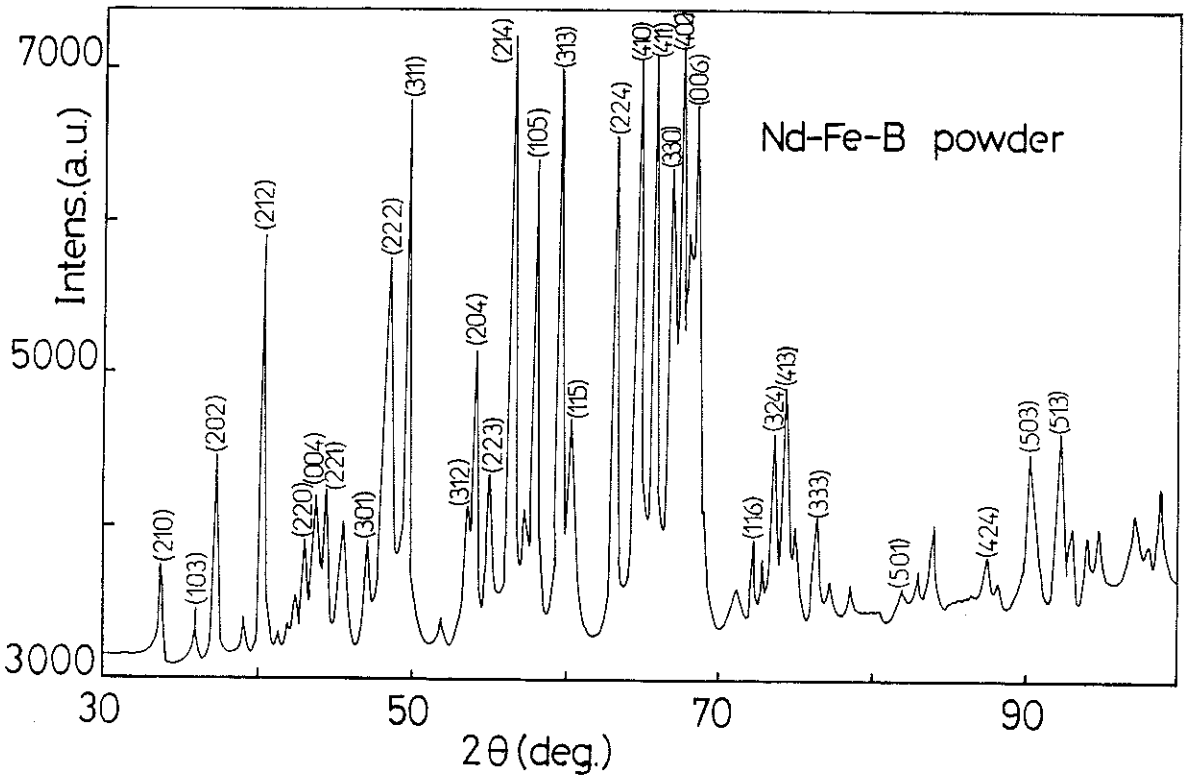


Figure III-4 : Diffractogramme obtenu sur une poudre de $Nd_2Fe_{14}B$.

Pour analyser ce phénomène de façon quantitative, nous considérons l'aimant comme une assemblée de monocristaux dont les axes $\vec{c}$ sont distribués dans un certain angle solide autour d'un axe moyen d'orientation $\vec{z}$. Soit θ_{cz} l'angle entre l'axe $\vec{c}$ d'une cristallite et l'axe $\vec{z}$, $\emptyset_c$ l'angle azimuthal associé (figure III-5) ; la fonction de distribution angulaire des axes $\vec{c}$, $p(\theta_{cz})$, est indépendante de $\emptyset_c$ en raison de la symétrie de révolution autour de $\vec{z}$. La probabilité $d^2p(\theta_{cz})$ pour un axe $\vec{c}$ d'être dans l'angle solide élémentaire $\sin\theta_{cz}\, d\emptyset_c\, d\theta_{cz}$ est égale à $p(\theta_{cz}) \sin\theta_{cz}\, d\theta_{cz}\, d\emptyset_c$.

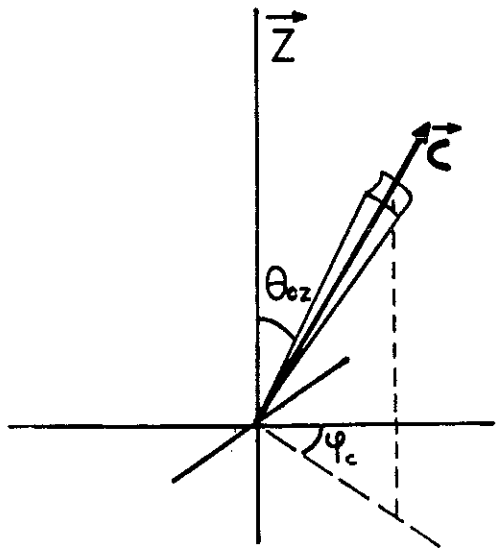


Figure III-5 : Représentation schématique d'un cristallite désorienté dont l'axe $\vec{c}$ est dans l'angle solide $\sin\theta_{cz} d\theta_{cz} d\phi_c$.

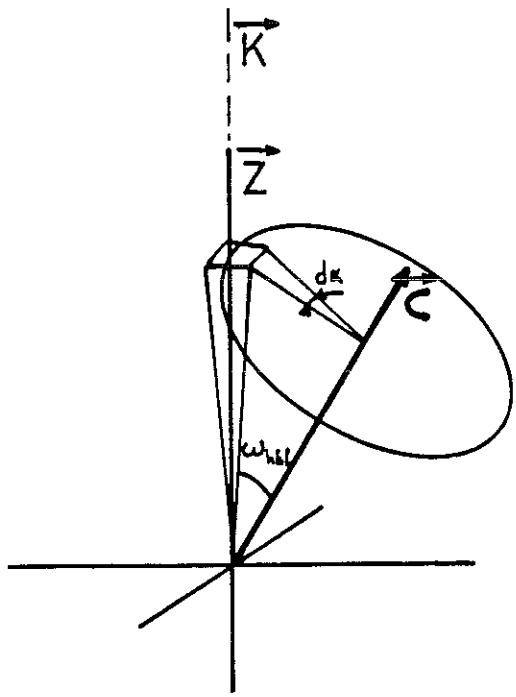


Figure III-6 : Représentation schématique du vecteur de diffusion $\vec{K}$ en position de diffraction, c'est-à-dire, dans l'angle solide $\sin\omega_{hkl} d\omega_{hkl} d\alpha$.

Le taux d'orientation des cristallites a été déduit de la comparaison des spectres de diffraction X obtenus sur une plaquette $P_{\perp}$ et sur une poudre d'orientation aléatoire. Pour une reflexion [h,k,l], la diffraction de Bragg n'a lieu que si la direction [hkl] est suivant le vecteur de diffusion $\vec{K}$ défini par la bissectrice de l'angle entre les directions des faisceaux incident et diffracté. Dans une poudre d'orientation aléatoire, la probabilité d'être selon $\vec{K}$ est constante. Dans un monocristal, il faut ajuster l'orientation du cristal pour aligner [hkl] selon $\vec{K}$. Dans la mesure effectuée sur une plaquette $P_{\perp}$, l'axe $\vec{z}$ est aligné selon $\vec{K}$; la probabilité $d^2p\ (\omega_{hkl})$ pour une direction [hkl] du réseau réciproque à un angle ω_{hkl} de la direction [001], d'être en position de diffraction, c'est-à-dire, dans un angle solide élémentaire autour de $\vec{z}$, est $(d\alpha/2\pi)\ .\ p(\omega_{hkl})\ 2\pi \sin \omega_{hkl}$ où l'angle $d\alpha$ est défini sur le schéma III-6. L'intensité d'une réflexion [hkl] est donc proportionnelle au nombre de grains qui se trouvent à l'angle $\theta_{gz} = \omega_{hkl}$ de $\vec{z}$. La comparaison de l'intensité $I^{P_{\perp}}_{hkl}$ à celle mesurée sur une poudre I^{poly}_{hkl} permet la mesure de la proportion de cristallites désorientés. Pour chacun des deux aimants MQII et MQIII nous avons tracé l'intensité normalisée $I^{P_{\perp}}_{hkl}\ /\ I^{poly}_{hkl}$ en fonction de ω_{hkl}.

Pour l'aimant MQII, le tracé de ln $(I^{P_{\perp}}_{hkl}\ /\ I^{poly}_{hkl})$ en fonction de ω^2_{hkl} est présenté sur la figure III-7. Il est impossible d'en déduire une orientation préférentielle.

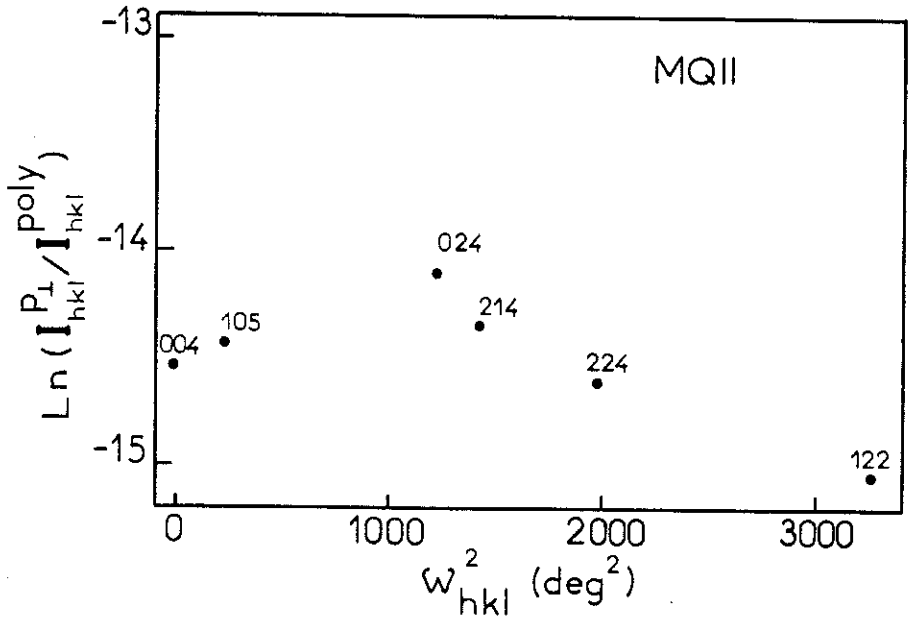


Figure III-7 : Tracé de ln $(I^{P_{\perp}}_{hkl}/I^{poly}_{hkl})$ en fonction de ω^2_{hkl} pour l'aimant MQII.

Pour l'aimant MQIII (figure III-8), les différents points s'accordent avec une distribution dont la formulation mathématique serait :

$$p(\theta_{cz}) = A \exp(-\theta_{cz}^2/2\sigma^2) + B \qquad \text{(III.1)}$$

avec $\sigma = 16°$, A = 10,5 et B = 0,2. Pour avoir une image de la distribution du nombre de grains en fonction de ω_{hkl}, il faut tracer $p(\omega_{hkl})$ sin ω_{hkl}. Cette courbe, présentée sur la figure III-9 fait apparaître que 15 % des cristallites ont leur axe $\vec{c}$ faisant un angle supérieur à 50° avec l'axe $\vec{z}$, en accord avec la valeur des coefficients A et B de la relation III.1. Ce résultat confirme les analyses microstructurales qui montrent que 15 à 20 % des cristallites sont dans des zones où l'orientation est aléatoire ; dans ces régions, le procédé de fluage à chaud n'a eu aucun effet.

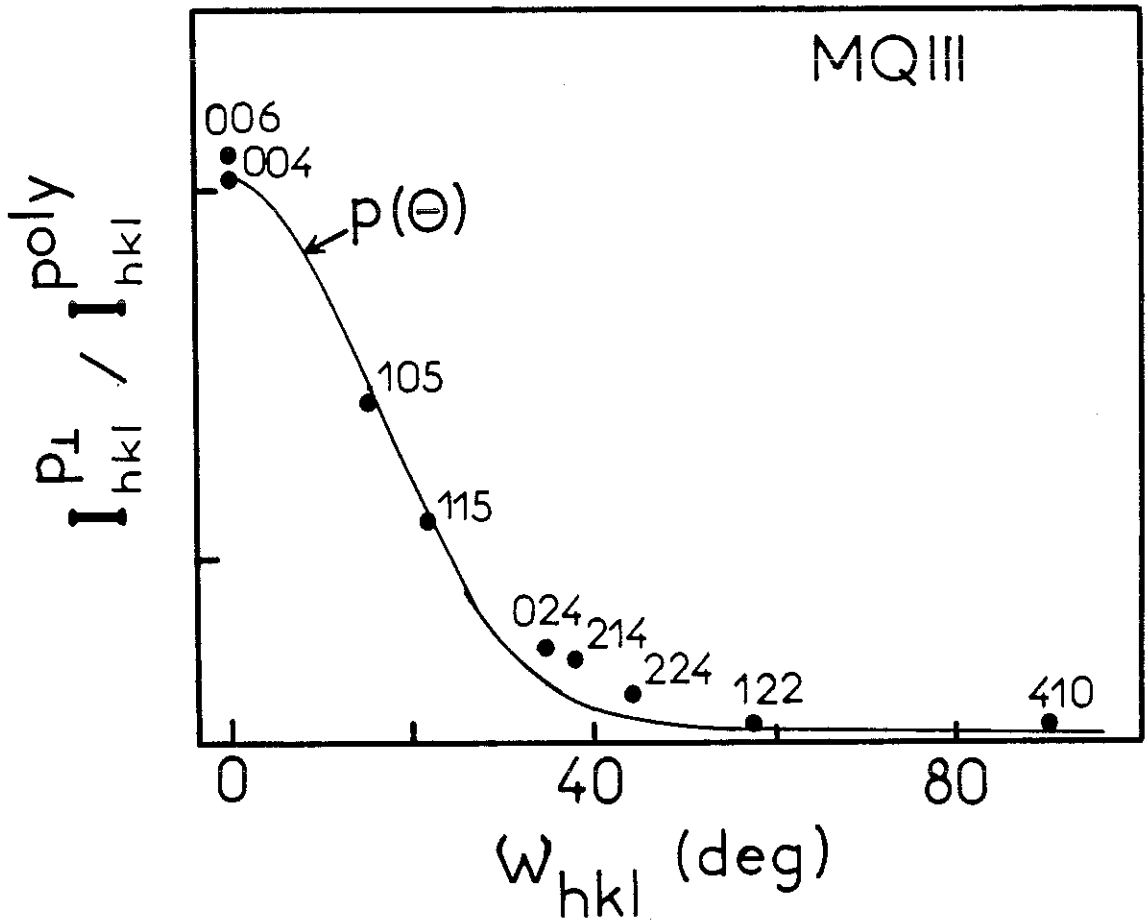


Figure III-8 : Intensité normalisée $I^{P\perp}_{hkl} / I^{poly}_{hkl}$ en fonction de ω_{hkl} pour l'aimant MQIII.

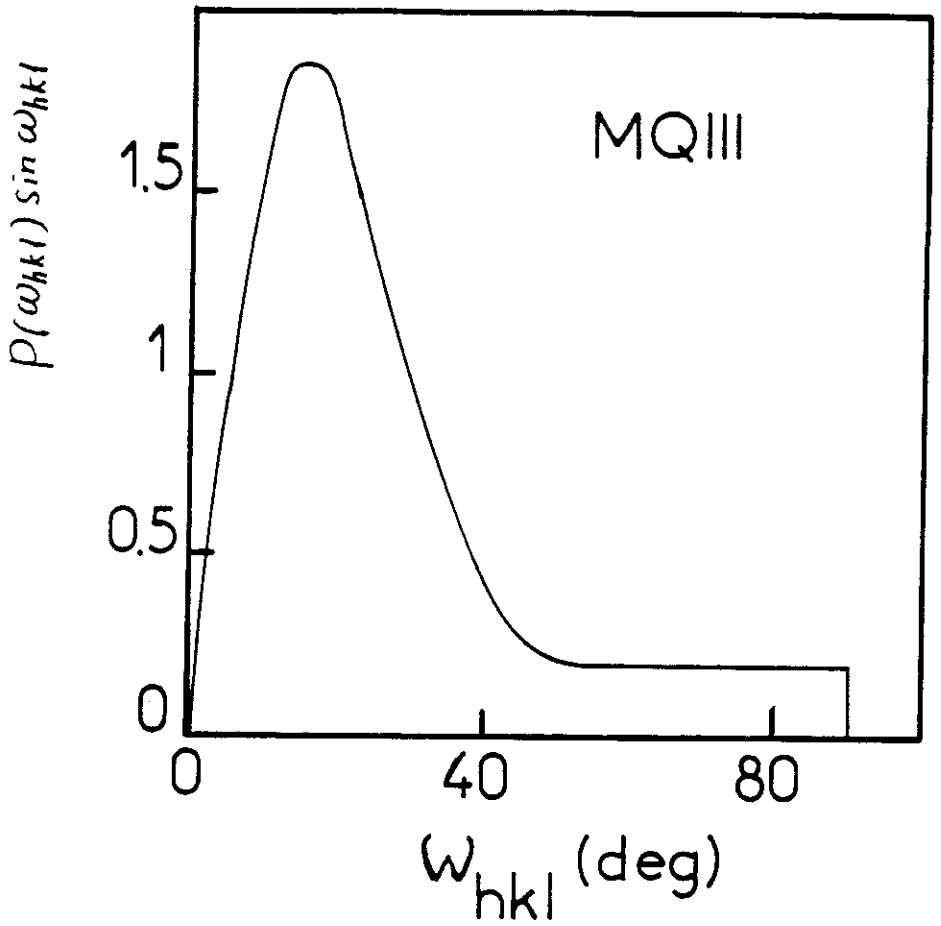


Figure III-9 : Distribution du nombre de grains en fonction de ω_{hkl} pour l'aimant MQIII.

III-2 - DESCRIPTION DES INSTALLATIONS DE MESURE DE L'AIMANTATION

Les mesures d'aimantation ont été effectuées sur l'installation du Laboratoire Louis Néel, schématisée sur la figure III-10. Le champ magnétique est produit par une bobine de fil de Nb-Ti, matériau supraconducteur ; sa longueur est de 260 mm, son diamètre intérieur de 50 mm. Le champ maximal est de 7,6 T pour un courant de 73 A. Il est homogène à 0,1 % près dans une zone de 80 mm. Les aimantations sont mesurées par la méthode d'extraction axiale. Le principe de la mesure consiste à détecter la variation de flux engendrée par le déplacement de l'échantillon selon le champ magnétique entre des bobines de mesures. Le diamètre utile est de 8,5 mm et l'échantillon est collé sur un porte-échantillon, lui-même vissé sur une tige en fibre de verre. Les mesures pouvant s'effectuer à des températures comprises entre 1,5 K et 300 K, on utilise un anticryostat à circulation d'hélium formé de deux tubes concentriques entre lesquels est maintenu un vide secondaire. Le tube intérieur est raccordé dans sa partie inférieure à un cylindre en cuivre rempli de fil de cuivre. La partie inférieure de ce cylindre est connectée à un tube de faible section en acier inoxydable qui trempe dans le bain d'hélium. L'hélium liquide se vaporise par perte de charge dans un bouchon d'alumine situé dans le tube. L'échantillon, placé à 45 mm au-dessus du cylindre en cuivre, se trouve ainsi dans un flux d'hélium gazeux grâce au pompage effectué en permanence ; il est en équilibre thermique avec ce gaz dont la température naturelle est de 1,5 K. Pour des températures supérieures, l'hélium est chauffé par l'intermédiaire d'une résistance bobinée sur le cylindre en cuivre. L'échange thermique entre le four et le gaz est amélioré par la présence du fil de cuivre. La température désirée est stabilisée grâce à une régulation asservie à deux sondes de mesure noyées dans le cylindre en cuivre. L'une, en carbone, est utilisée en-dessous de 50 K, l'autre en platine, pour les températures supérieures. Le système de bobines de mesure comprend quatre bobines connectées en série-opposition et formant un ensemble de 100 000 spires. Deux d'entre elles jouent essentiellement le rôle de bobine de détection et les deux autres servent de bobine de compensation dont le but est de réduire les effets des fluctuations du champ dûs en particulier aux déplacements de vortex. Le diamètre des bobines est de 19,5 mm, la distance d'extraction 40 mm. Le signal induit dans les bobines de mesure est traité par un voltmètre digital intégrateur, 1 digit correspondant à $3,842\ 10^{-7}\ Am^2$.

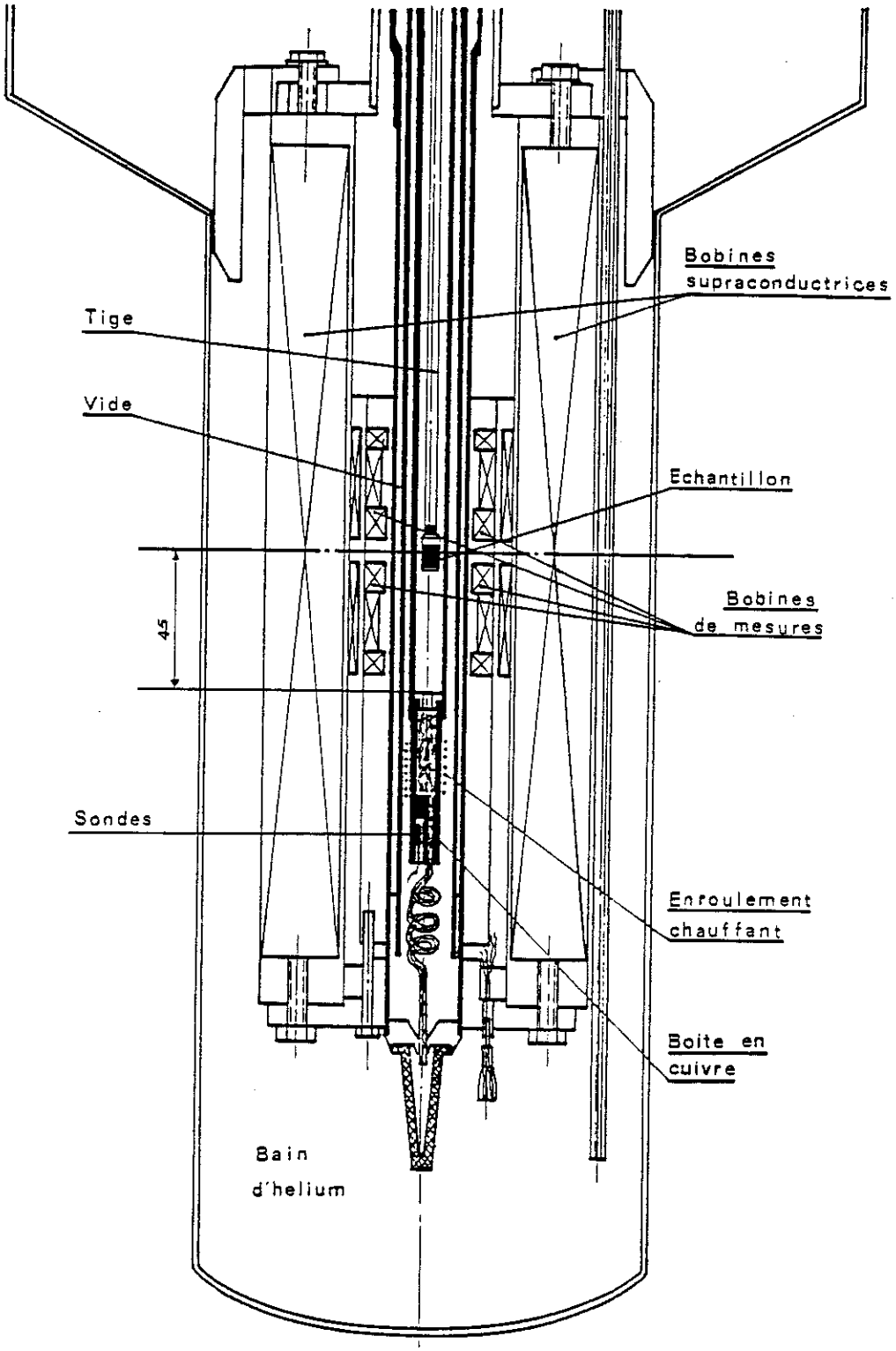


Figure III-10 : Schéma de l'installation de mesures d'aimantation par extraction en champ fixe dans une bobine supraconductrice.

Pour les mesures à des températures supérieures à 300 K, nous avons utilisé l'installation récemment construite au laboratoire. La production de champs magnétiques et la méthode de mesure sont similaires à celles utilisées à basses températures. L'échantillon suspendu à la tige d'extraction est placé dans un anticryostat sous atmosphère d'hélium. Pour minimiser les pertes par rayonnement qui deviennent très importantes à haute température, on interpose, entre le tube contenant l'échantillon et la paroi externe de l'anticryostat, deux écrans refroidis, l'un par une circulation d'alcool, l'autre par les vapeurs d'hélium. La température de l'échantillon est régulée entre 300 K et 850 K grâce à une résistance chauffante bobinée sur le tube contenant l'échantillon.

III-3 - CHAMP COERCITIF ET CYCLES D'HYSTERESIS

III-3-1 - Définition du champ coercitif

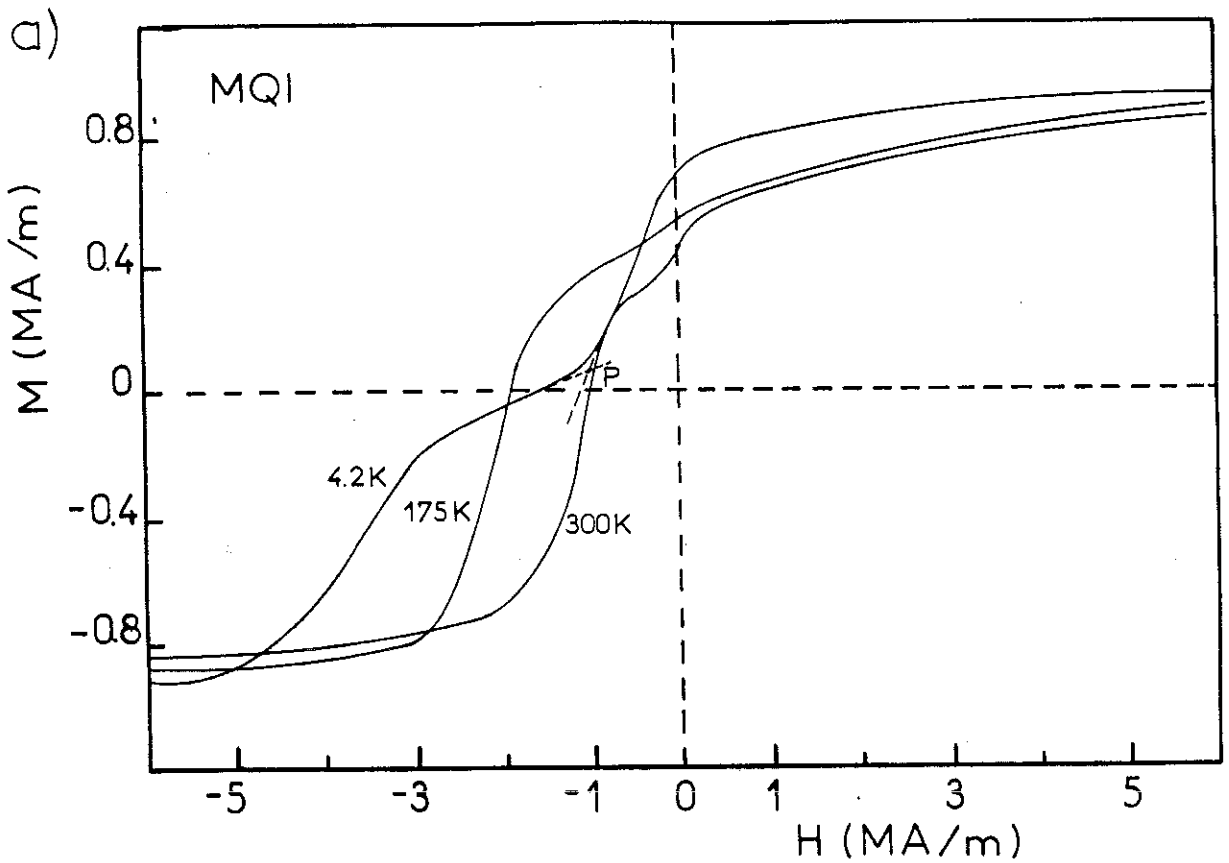
Dans une particule isolée, le champ coercitif représente le champ auquel se produit le retournement brutal de l'aimantation. Les aimants étudiés étant constitués d'un grand nombre de particules, le champ coercitif peut être défini comme le champ dans lequel la majorité des grains retournent leur aimantation ; il correspond au champ pour lequel la susceptibilité irréversible est maximale. Lorsque le champ est appliqué antiparallèlement à la direction de saturation initiale, cette définition du champ coercitif est, en général, équivalente à celle habituelle, selon laquelle l'aimantation s'annule à H_c. Nous verrons plus loin qu'à basses températures, ou lorsque le champ fait un certain angle avec l'axe facile moyen de l'échantillon, le champ auquel la susceptibilité irréversible est maximale représente toujours le champ moyen de retournement d'aimantation mais il diffère du champ dans lequel l'aimantation s'annule qui n'a pas alors de signification physique précise.

III-3-2 - Description des cycles d'hystéresis

Les cycles d'hystéresis à 4,2 K, 175 K et 300 K des aimants MQI, MQII et MQIII sont présentés sur les figures III-11a) 12a) et 13a). Les variations correspondantes de la susceptibilité irréversible en fonction du champ sont données sur les figures III-11b), 12b) et 13b). La susceptibilité irréversible est obtenue en soustrayant à la susceptibilité totale, la susceptibilité réversible calculée, correspondant à la rotation des moments magnétiques de leur direction de facile aimantation vers le champ.

A 300 K, sur les aimants MQI et MQII, l'aimantation rémanente vaut 0,41 MA/m et 0,64 MA/m, le champ coercitif 1,16 MA/m (14,5 kOe) et 1,2 MA/m (15 kOe) respectivement. La faible valeur de l'aimantation rémanente et la forte valeur de la pente de la droite de recul sont caractéristiques d'une absence d'orientation préférentielle. On mesure, pour l'aimant MQIII, une aimantation rémanente de 0,94 MA/m et un champ coercitif de 0,88 MA/m (11 kOe).

A 175 K, l'aimantation rémanente mesurée sur les aimants MQI, MQII et MQIII est 0,52 MA/m, 0,72 MA/m et 1 MA/m, le champ coercitif 1,97 MA/m (24,6 kOe), 2,06 MA/m (25,8 kOe) et 1,93 MA/m (24,1 kOe) respectivement. On remarque un léger "coude" sur les courbes de recul au voisinage de H = 0, révélant la présence d'impuretés magnétiques non coercitives.



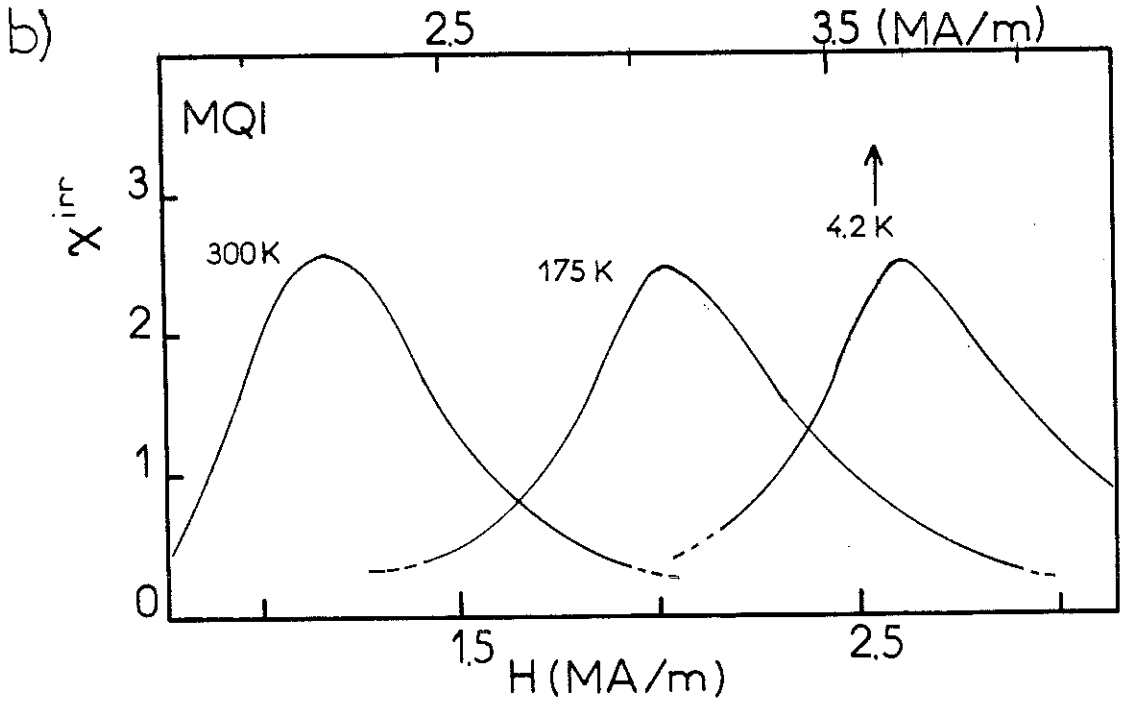


Figure III-11 : Cycles d'hystéresis obtenus à 4,2 K, 175 K et 300 K pour l'aimant MQI (figure III-11a). Susceptibilités irréversibles correspondantes (figure III-11b).

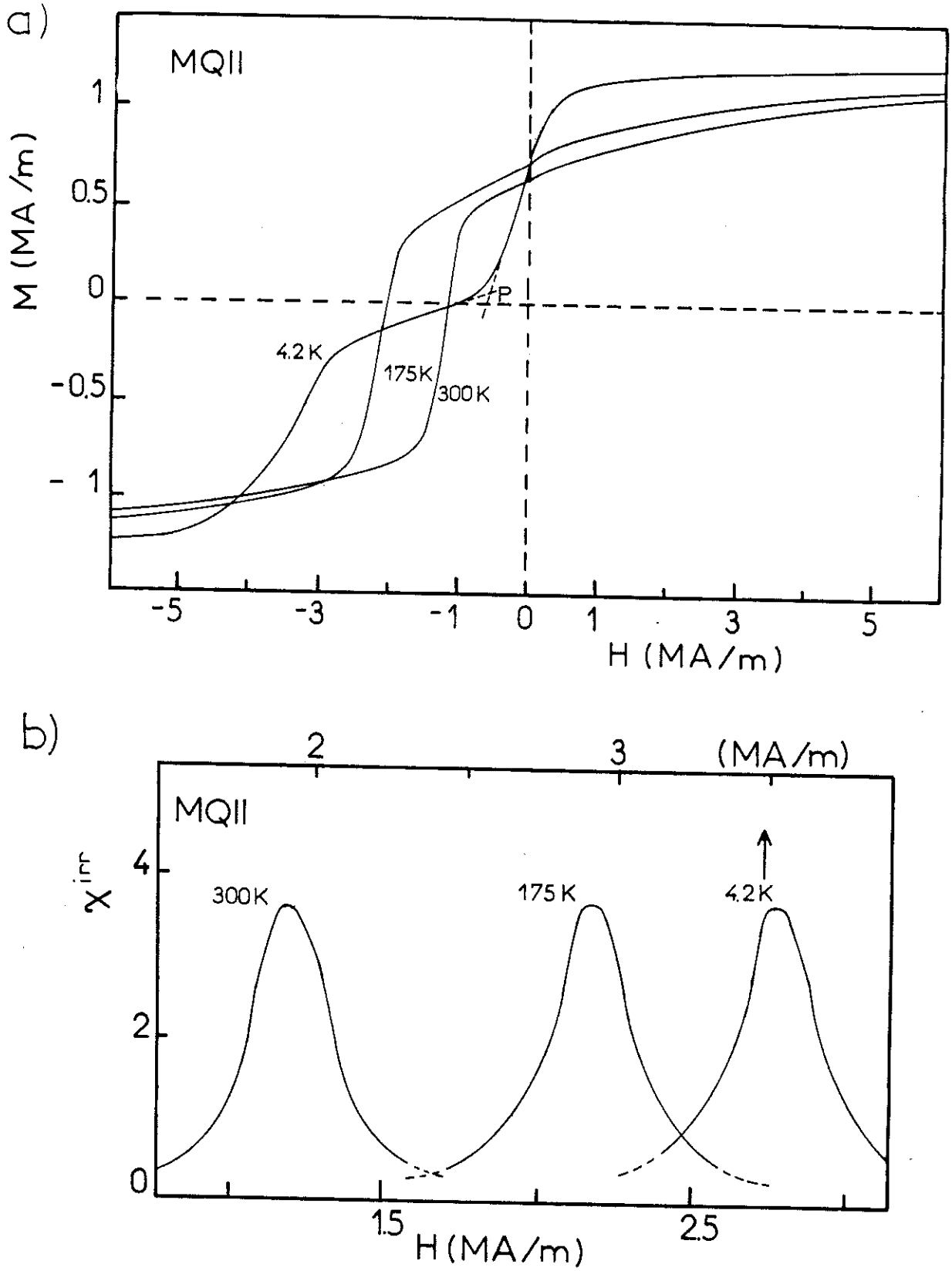
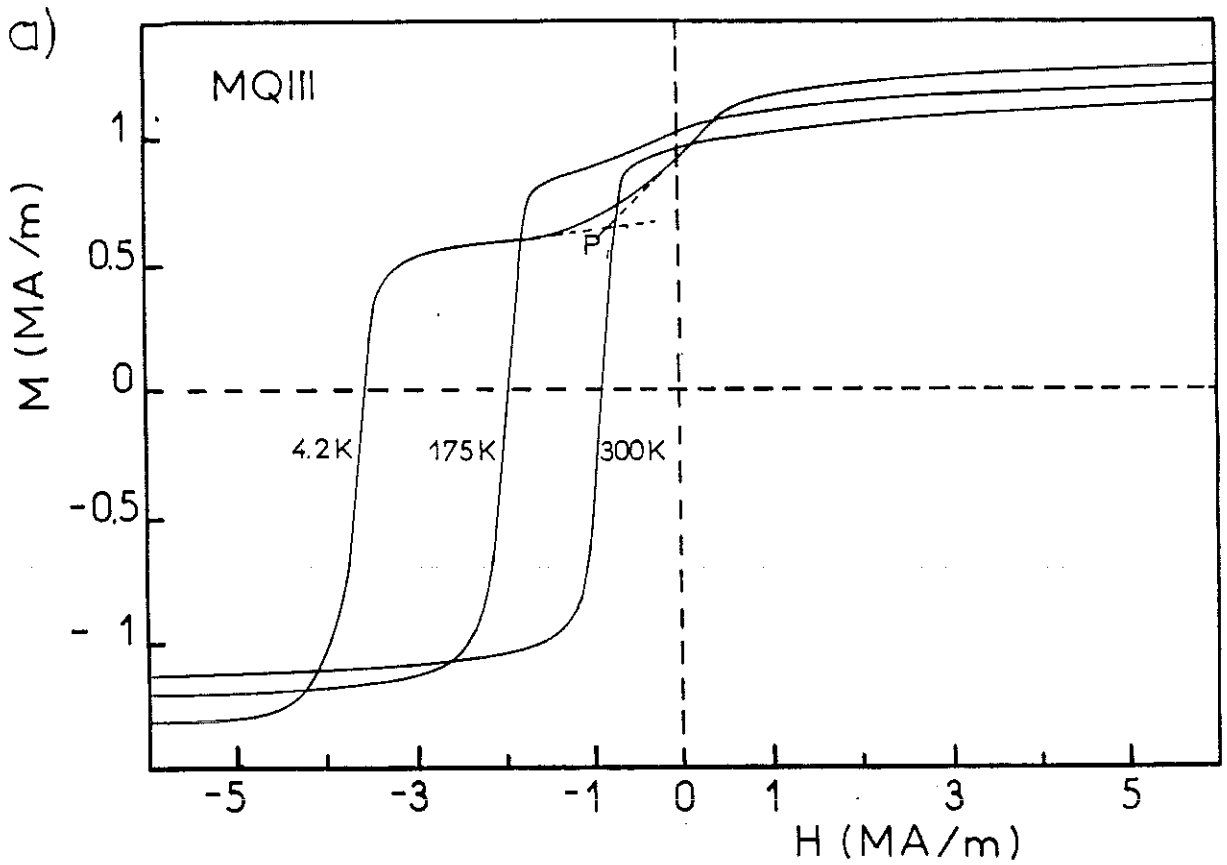


Figure III-12 : Cycles d'hystéresis obtenus à 4,2 K, 175 K et 300 K pour l'aimant MQII (figure III-12a). Susceptibilités irréversibles correspondantes (figure III-12b).



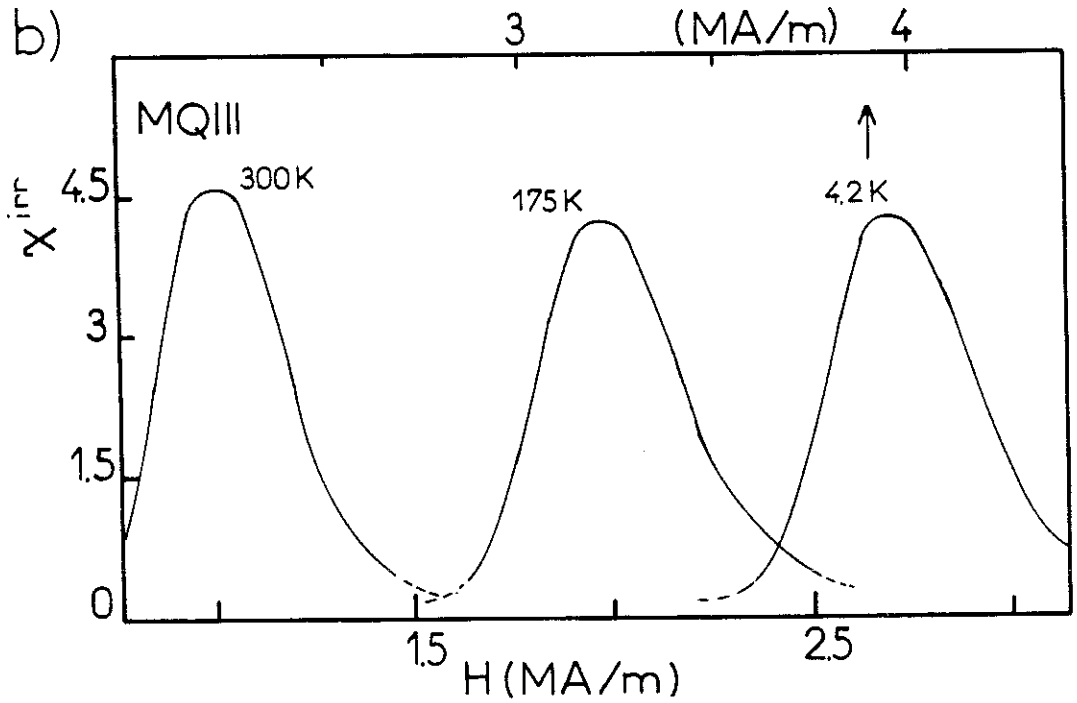


Figure III-13 : Cycles d'hystéresis obtenus à 4,2 K, 175 K et 300 K pour l'aimant MQIII (figure III-13a). Susceptibilités irréversibles correspondantes (figure III-13b).

A 4,2 K, le champ coercitif des aimants MQI, MQII et MQIII est respectivement 3,7 MA/m (46,2 kOe), 3,0 MA/m (38 kOe) et 3,9 MA/m (49,2 kOe). La forte décroissance de l'aimantation observée autour de la valeur H = 0 est associée à la réorientation d'aimantation survenant dès 150 K dans le composé $Nd_2Fe_{14}B$ [GIV 84b, CAD 88b].

A partir de cette température, l'axe de facile aimantation n'est plus l'axe $\vec{c}$; il existe quatre directions de facile aimantation placées sur un cône d'axe $\vec{c}$ et d'angle θ_R. A 4,2 K, θ_R vaut 30°. Quand le champ agissant localement sur un cristallite magnétique change de signe, l'aimantation du cristallite quitte la direction facile où il était pour une nouvelle, plus proche du champ. Ce champ local est la somme vectorielle du champ appliqué et du champ dipolaire. Ce dernier est le résultat de la compétition entre le champ démagnétisant macroscopique $-N\langle M\rangle$ (où N est le coefficient de champ démagnétisant de l'échantillon et $\langle M\rangle$ son aimantation moyenne), le champ démagnétisant local $-N'M$ (où N' est le coefficient de champ démagnétisant du cristallite et M son aimantation) et le champ de Lorentz (ou champ de cavité) $+N'\langle M\rangle$ créé par l'entourage du cristallite. La minimisation, en tout champ, de l'énergie du système ainsi décrit permet, en tenant compte de la distribution d'orientations, de rendre compte de cette partie de la courbe de recul ; en particulier, sa position par rapport à l'axe H = 0 dépend du coefficient de champ démagnétisant de l'échantillon [GIV 86].

Sur les courbes de recul présentées sur les figures III-11a), 12a) et 13a), l'aimantation au point P est obtenue lorsque les moments magnétiques dans chaque cristallite sont alignés selon celui des quatre axes pour lequel l'énergie dans le champ est minimum. Cette aimantation est directement reliée à la distribution des orientations dans le matériau. En effet, si $p(\theta)\sin\theta$ est le nombre de cristallites dont l'axe $\vec{c}$ fait un angle θ avec l'axe de l'aimant (voir paragraphe III-2), l'aimantation en P est donnée par :

$$M(P) = \int_0^{\pi/2} M_s\, p(\theta) \sin\theta \cos\left(\theta + \frac{\pi}{6}\right) d\theta \qquad \text{(III.2)}$$

Pour l'aimant MQI, et l'aimant MQII en première approximation, on a $p(\theta) = 1$ (distribution isotrope) ; $M(P) = 0{,}04\ M_s$, valeur voisine de celle mesurée sur les cycles d'hystéresis (figure III-12a) et 13a)). Pour l'aimant MQIII, $p(\theta) = 10{,}5 \exp(-\theta^2/2\sigma^2) + 0{,}2$ et on obtient $M(P) = 0{,}48\ M_s$, en accord avec la valeur obtenue sur la figure III-11a).

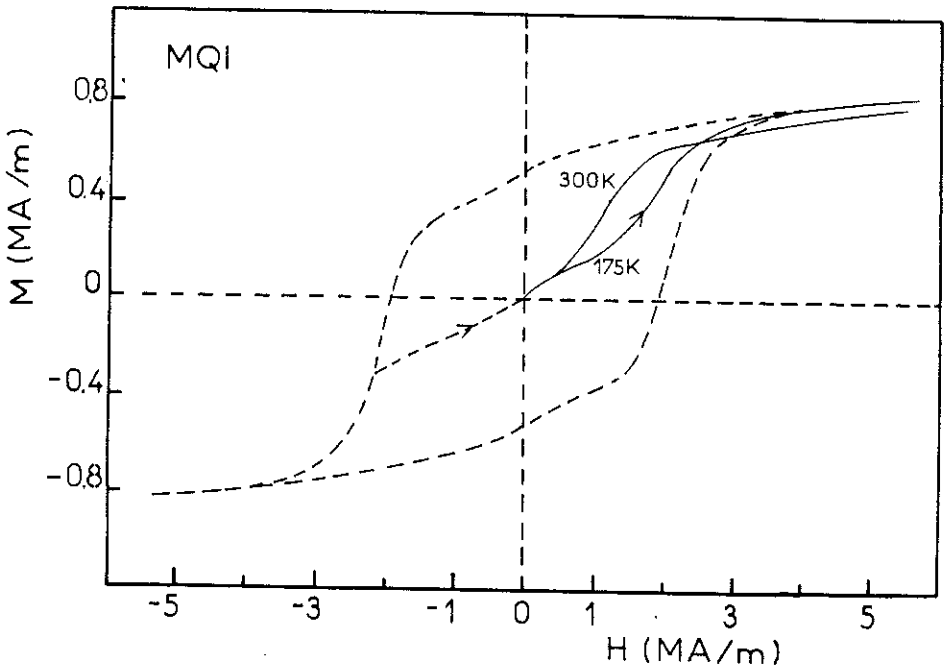
III-4 - COURBES DE PREMIERE AIMANTATION ET VARIATION DU CHAMP COERCITIF EN FONCTION DU CHAMP INVERSE APPLIQUE

Les courbes de première aimantation ont été étudiées sur des aimants MQI, MQII et MQIII à 175 K et 300 K (figures III-14a) à III-16a)). Ils ont été découpés sous forme de parallélépipède rectangle de dimensions 2,5 x 2,5 x 4 mm^3. L'axe de pressage est suivant la grande dimension. Suivant cet axe, le coefficient de champ démagnétisant vaut 0,15.

Sur l'aimant MQI, le comportement observé sur la courbe de première aimantation à 300 K et 175 K correspond à celui décrit par Pinkerton et al [PIN 86] (cf paragraphe I-6). En champs faibles, la susceptibilité est comparable à celle calculée pour une rotation réversible de moments magnétiques distribués de façon isotrope et caractérisés par les constantes d'anisotropie K_1 et K_2 (K_1 = 3.7 10^6, 3 10^6 J/m^3 ; K_2 = 0.85 10^6, 7.2 10^6 J/m^3 à 300 K et 175 K respectivement). Dans ce domaine de champs, les processus irréversibles sont relativement faibles. En champs supérieurs, des processus irréversibles se produisent comme le montre la différence entre les courbes de première aimantation et de recul, sur laquelle la valeur de la susceptibilité en champ positif correspond à celle calculée pour la rotation réversible des moments magnétiques. Le maximum de susceptibilité irréversible sur la courbe de première aimantation se produit en un champ légèrement inférieur au champ coercitif.

Les courbes de première aimantation mesurées sur l'aimant MQII sont qualitativement très similaires à celles observées pour l'aimant MQI. Cependant, la susceptibilité initiale en champs faibles est légèrement supérieure, processus traduisant un faible déplacement de parois.

Sur l'aimant MQIII, la forte susceptibilité en champs faibles sur la courbe de première aimantation traduit un déplacement important de parois, processus similaire à celui observé dans les aimants frittés. Au-delà, la susceptibilité décroit puis réaugmente pour une valeur de champ voisine de celle du champ coercitif. Le phénomène apparait très clairement à 175 K en raison de la forte valeur du champ coercitif. Dans cette zone de champs appliqués, le comportement est similaire à celui des aimants MQI et MQII. Les courbes de réaimantation obtenues après saturation puis application d'un champ inverse H_{inv} ont été mesurées à 175 K (figures III-14a) à 16a)). Elles sont tracées de manière complète pour l'aimant MQII. La susceptibilité en champs faiblement positifs est la même pour l'aimant MQI que celle observée sur la courbe de première aimantation, pour les aimants MQII et MQIII, elle est nettement inférieure. Le champ coercitif mesuré dans le premier quadrant augmente en fonction de l'intensité du champ inverse. Il est pratiquement égal au champ coercitif H_c quand H_{inv} vaut environ $2H_c$ (figures III-14b) à III-16b)).



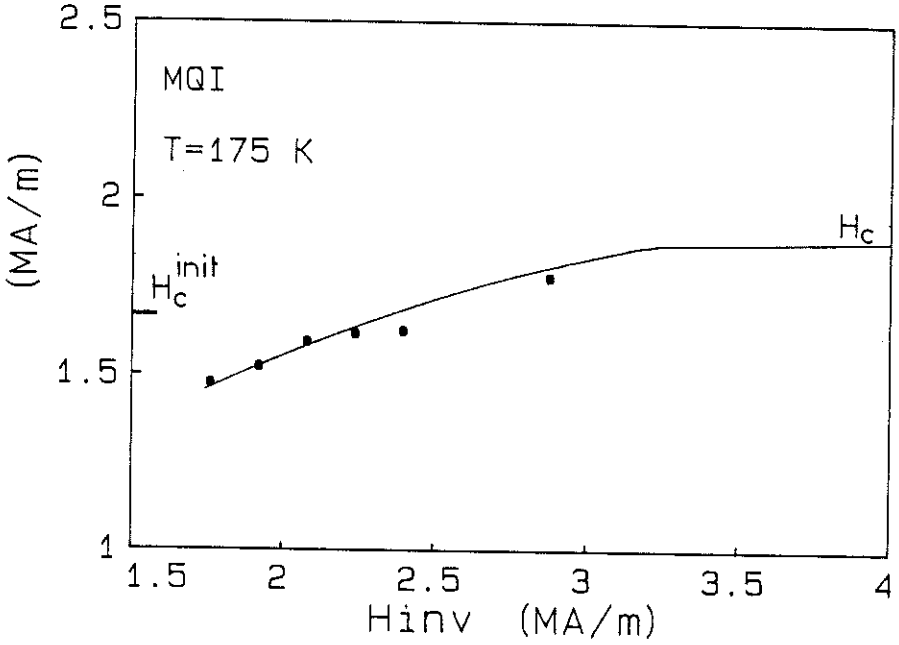
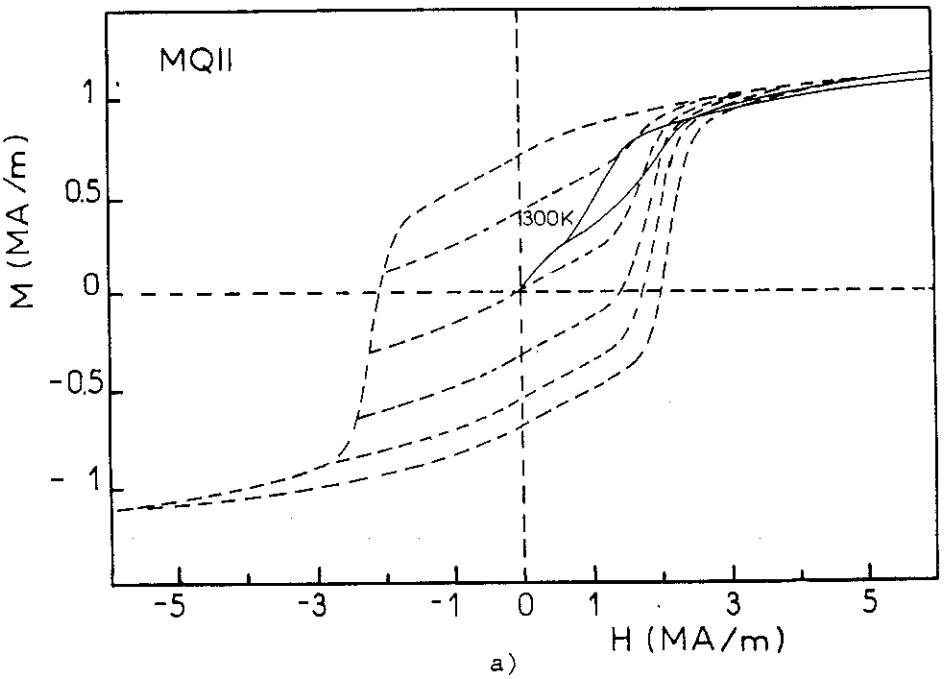
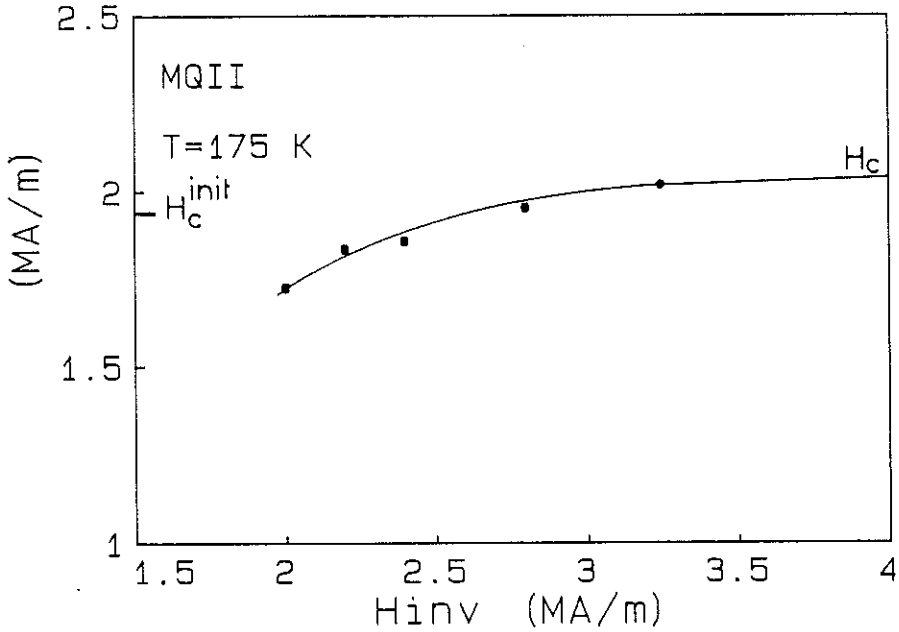


Figure III-14 : a) Courbe de première aimantation à 175 K et 300 K de l'aimant MQI. En pointillés sont tracés le cycle d'hystéresis et une courbe de réaimantation à 175 K.

b) Variation en fonction de H_{inv} (voir texte) de la position du maximum de susceptibilité irréversible mesurée dans le premier quadrant à 175 K.



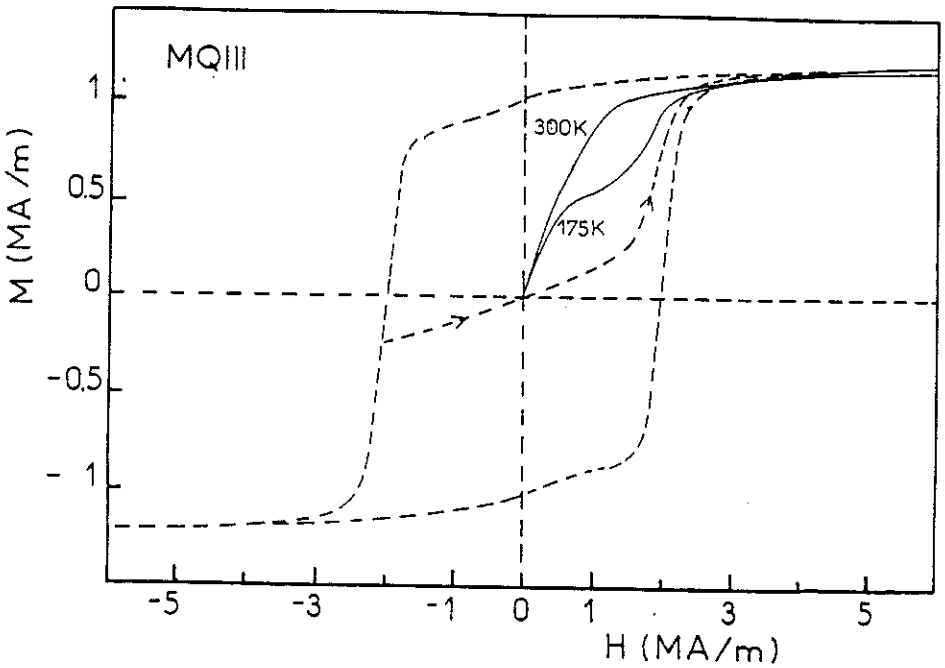
a)



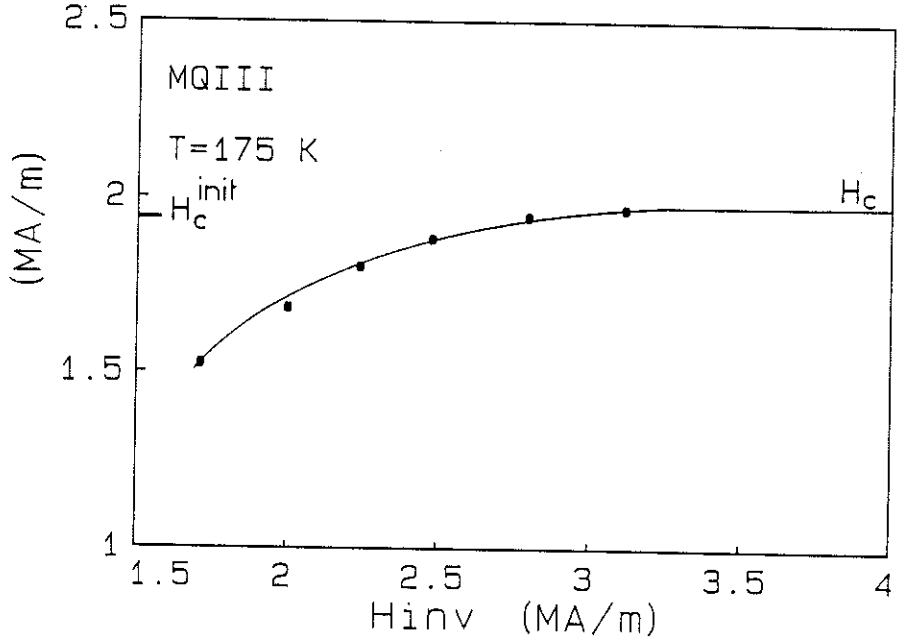
b)

Figure III-15 : a) Courbe de première aimantation à 175 K et 300 K de l'aimant MQII. En pointillés sont tracés le cycle d'hystéresis et les courbes de réaimantation à 175 K.

b) Variation en fonction de H_{inv} (voir texte) de la position du maximum de susceptibilité irréversible mesurée dans le premier quadrant à 175 K.



a)



b)

Figure III-16 : a) Courbes de première aimantation obtenues à 175 K et 300 K pour l'aimant MQIII. En pointillés sont tracés le cycle d'hystéresis et une courbe de réaimantation à 175 K.

b) Variation en fonction de H_{inv} (voir texte) de la position du maximum de susceptibilité irréversible mesurée dans le premier quadrant à 175 K.

III-5 - VARIATION THERMIQUE DU CHAMP COERCITIF

Nous avons mesuré la variation thermique du champ coercitif entre 4.2 K et 600 K, dans les aimants MAGNEQUENCH. Ces variations sont présentées sur la figure III-17.

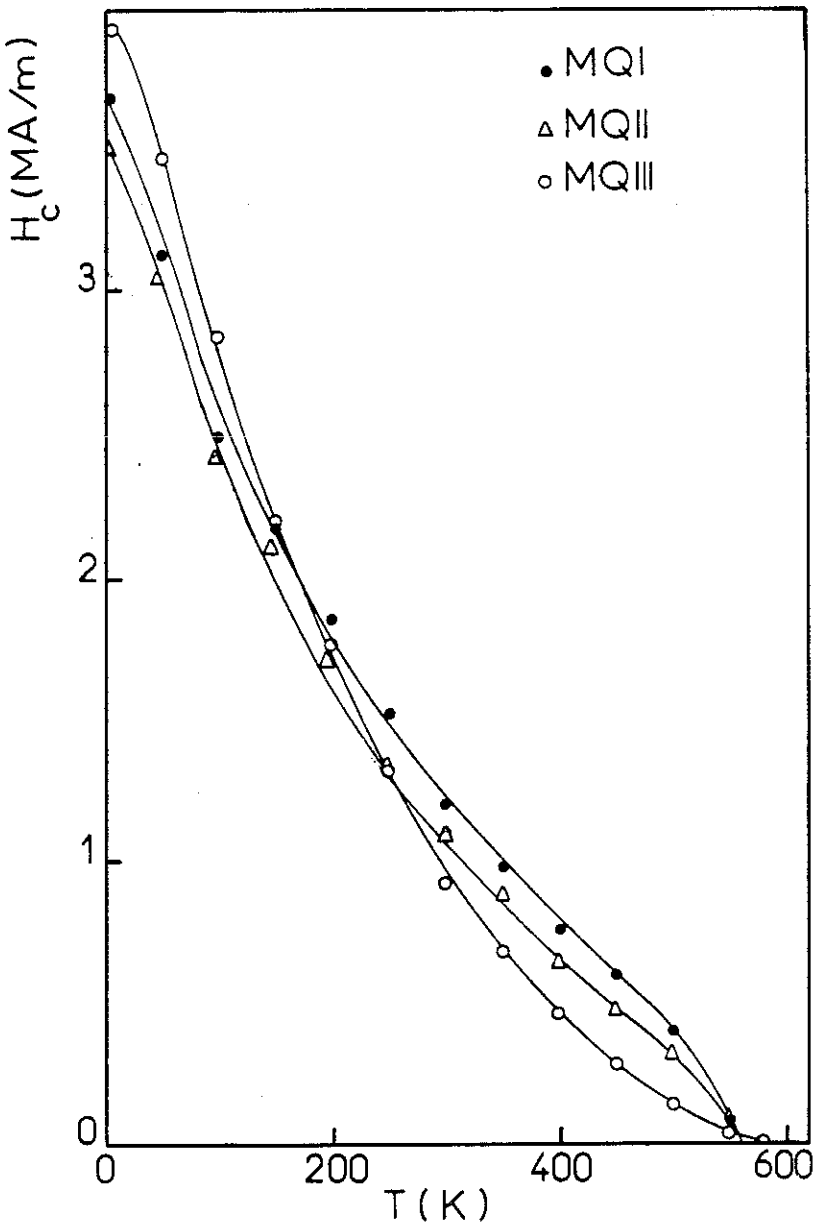


Figure III-17 : Variation thermique du champ coercitif des aimants MQI, MQII et MQIII.

Le champ coercitif de l'aimant MQI décroît de façon relativement régulière, de 3,7 MA/m (46.2 kOe) à 1,3 MA/m (16.4 kOe), entre 4.2 K et 300 K. La décroissance est plus douce de 300 K à 500 K, puis augmente de nouveau, le champ coercitif s'annulant à la température de Curie des rubans, 570 K, inférieure de 22 K à celle mesurée sur les composés massifs (voir paragraphe I-2).

Dans l'aimant MQII, le champ coercitif vaut à 4.2 K 3,5 MA/m (44 kOe). Sa valeur à 300 K, 1,27 MA/m (16 kOe), est proche de celle de l'aimant MQI. A toute température, la variation thermique du champ coercitif est pratiquement identique à celle observée dans ces derniers aimants.

Le champ coercitif de l'aimant MQIII décroît de 3,91 MA/m (49.2 kOe) à 1,11 MA/m (14 kOe) entre 4.2 K et 300 K. A plus haute température, sa variation thermique devient progressivement plus lente ; la coercitivité s'annule à 580 K, alors que la température de Curie des rubans de ces aimants est identique à celle du composé massif, 594 K. Ce comportement est similaire à celui observé dans les aimants frittés (voir chapitre II).

III-6 - VARIATION ANGULAIRE DU CHAMP COERCITIF

Nous avons mesuré, à température ambiante, la variation angulaire du champ coercitif sur l'aimant MQIII, celui-ci présentant une orientation préférentielle importante. Pour ces mesures, l'échantillon a été découpé par électroérosion en forme de cylindre (l = 6 mm, Ø = 5 mm). L'axe de ce cylindre est orthogonal à la direction moyenne de l'aimantation, $\vec{z}$. Selon une direction quelconque du plan de base, le coefficient de champ démagnétisant vaut 0,38. On sature l'échantillon en appliquant un champ de 76 kOe parallèlement à l'axe $\vec{z}$; l'aimant, placé dans un porte échantillon adapté est ensuite tourné afin que l'axe $\vec{z}$ fasse un angle θ_H avec le champ appliqué (figure III-18). La variation du champ coercitif en fonction de θ_H est indiquée sur la figure III-19.

H_c augmente d'abord faiblement avec θ_H puis rapidement pour valoir deux fois la valeur à $\theta_H = 0$, à $\theta_H = 90°$.

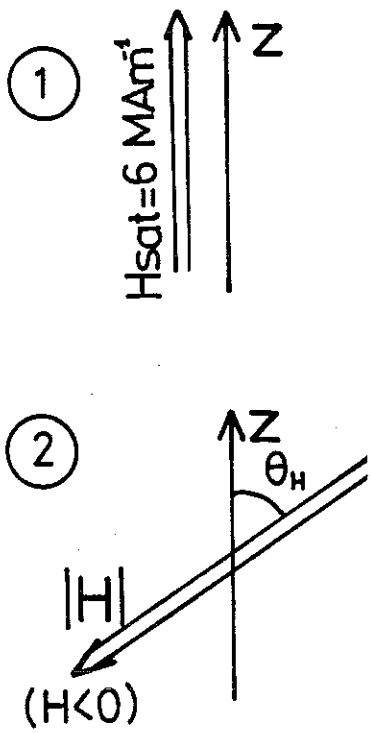


Figure III-18 : Représentation schématique de la procédure expérimentale.

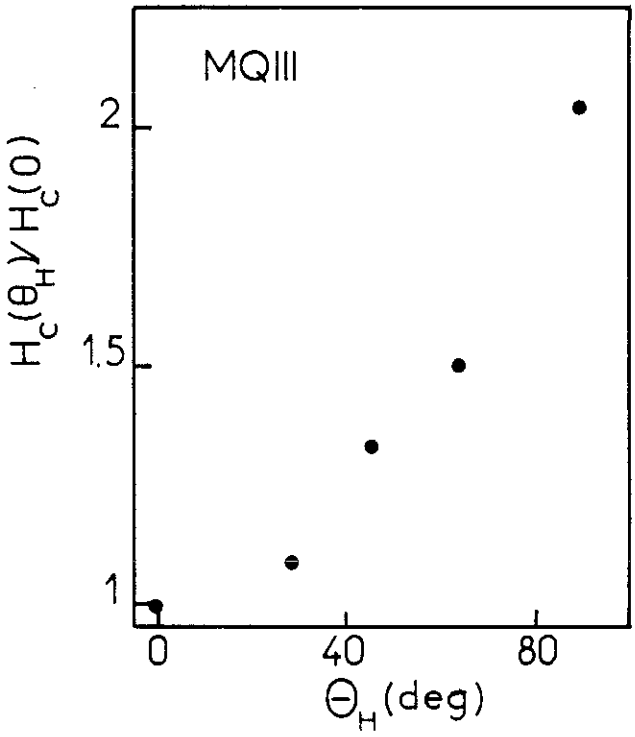


Figure III-19 : Variation du champ coercitif de l'aimant MQIII en fonction de l'angle θ_H.

CHAPITRE IV

TRAINAGE MAGNETIQUE A DIFFERENTES ECHELLES DE TEMPS DANS LES AIMANTS MAGNEQUENCH

IV-1 - FORMALISME DE L'ACTIVATION THERMIQUE

Sur un système à deux niveaux, semblable à celui décrit dans le paragraphe II-1, l'agitation thermique peut permettre le franchissement de la barrière d'énergie, et provoquer le retournement de l'aimantation . Ainsi, lorsque le champ interne d'un aimant permanent est dans un sens opposé à celui de l'aimantation macroscopique, l'état énergétique de cet aimant est métastable ; sous l'effet de l'activation thermique, l'échantillon tend à rejoindre son état d'énergie minimum : l'aimantation varie avec le temps. A l'échelle d'un grain, l'aimantation a une certaine probabilité de se retourner. Le temps de relaxation associé s'écrit pour une barrière d'énergie E :

$$\tau = \tau_0 \exp (E/kT) \qquad (IV.1)$$

où τ_0 représente le temps minimal de transition, de l'ordre de 10^{-11} s [STA 60]. En raison de la variation exponentielle de τ avec E, on peut écrire de façon schématique que seules les barrières d'énergie d'amplitude :

$$E = kT \ln t/\tau_0 \qquad (IV.2)$$

sont activées thermiquement au temps t [STR 49, PRE 80].

Ce formalisme permet de discuter la contribution du traînage au processus de retournement d'aimantation dans les aimants. Dans ce cas, un grand nombre de barrières d'énergie de hauteurs différentes sont présentes. Soit f(E) la fonction de distribution associée. Lorsqu'un ensemble de barrières d'énergie, dont la hauteur est comprise entre E et E+dE, est activé thermiquement, l'aimantation décroît de dM

$$dM = 2\ M_s\ f(E)\ dE \qquad (IV.3)$$

$2\ M_s$ étant l'amplitude de chacun des sauts d'aimantation et f(E)dE la proportion de barrières franchies. Dans cette relation, on a supposé que toutes les barrières d'énergie activées thermiquement correspondent à un retournement de l'aimantation par rapport à la direction initiale de saturation.

La viscosité magnétique S définie par la relation :

$$S = - dM / d\ln t \qquad (IV.4)$$

vaut

$$S = 2 M_s f(E) kT \qquad (IV.5)$$

Dans la mesure où la fonction de distribution des barrières d'énergie peut être schématisée par une fonction de distribution large [STR 49, STR 50], f(E) est une constante autour de E. Dans ces conditions, les relations (IV.4) et (IV.5) montrent que la variation d'aimantation est proportionnelle au logarithme du temps : ce comportement caractérise en général le traînage dans les aimants permanents [BAR 54]. De la relation (IV.3) on obtient également :

$$\frac{dM}{dH} = 2 M_s f(E) \left(\frac{\delta E}{\delta H}\right)_T \qquad (IV.6)$$

qui représente la susceptibilité irréversible χ^{irr}. Des relations (IV.5) et (IV.6), on déduit le coefficient de viscosité S_v :

$$S_v = \frac{S}{\chi^{irr}} = \frac{kT}{(\delta E/\delta H)_T} \qquad (IV.7)$$

qui est indépendant de la distribution f(E). Ainsi les mesures de traînage magnétique permettent un accès direct au paramètre $(\delta E/\delta H)_T$ caractéristique de la barrière d'énergie. Des études expérimentales, en particulier sur des aimants Nd-Fe-B frittés [GIV 87, MAR 88a, MAR 88b, STR 87, STR 88] ont montré qu'autour de H_c, S_v est indépendant du champ H ; l'énergie d'activation est donc une fonction linéaire du champ ; elle s'écrit :

$$E = E_0 - H (\delta E/\delta H)_T \qquad (IV.8)$$

où E_0 est l'énergie qui caractérise le processus coercitif.

Champ coercitif - champ coercitif intrinsèque

La relation IV.8 permet de définir le champ coercitif H_c qui est le champ dans lequel la barrière d'énergie est franchie par activation thermique :

$$E_0 + H_c(\delta E/\delta H)_T = kT \ln t/\tau_0 \qquad (H_c < 0) \qquad \text{(IV.9)}$$

H_c dépend du temps de mesure par l'intermédiaire du terme $kT.\ln t/\tau_0$. On peut définir un champ coercitif intrinsèque H_0 qui serait mesuré en l'absence d'activation thermique. Il est déduit de la relation :

$$H_c\ (T,t) = H_0(T) + S_v(T).\ \ln t/\tau_0,\ (H_0 \text{ et } H_c < 0) \qquad \text{(IV.10)}$$

où $S_v \ln t/\tau_0$ est le champ de fluctuation H_f positif, introduit par Néel [NEE 50, NEE 51] ; il s'ajoute au champ appliqué, aidant ainsi au franchissement de E_0.

Volume d'activation

Le volume sur lequel les effets de l'activation thermique sont observés, est appelé volume d'activation. Dans un aimant permanent, c'est le volume dans lequel le retournement de l'aimantation d'un grain est initié ; si l'on considère, d'après la relation (IV.8), que $H(\delta E/\delta H)_T$ représente l'énergie magnétostatique dans le volume d'activation v, on en déduit :

$$v = \frac{(\delta E/\delta H)_T}{\mu_0 M_s} \qquad \text{(IV.11)}$$

qui donne une estimation de la valeur de ce volume.

IV-2 - MESURES DE TRAINAGE SUR LA BOBINE SUPRACONDUCTRICE DU LABORATOIRE L. NEEL

TEMPS DE RELAXATION SUPERIEURS A 50 s

Nous avons mesuré la variation de l'aimantation des différents aimants MAGNEQUENCH en fonction du temps, sous champ appliqué et température fixes. Lorsque le champ appliqué est proche du champ coercitif, la variation d'aimantation en fonction du temps peut aisément être mesurée par la méthode d'extraction en champ fixe décrite au paragraphe III-2. Sur cette installation, la vitesse de montée du champ à l'approche du champ de mesure est de l'ordre de $\frac{\Delta H}{\Delta t} = 4$ kA/m.s (50 Oe/s). Les mesures de traînage étant effectuées au voisinage du champ coercitif, le champ désiré est atteint en quelques minutes. Les mesures qui commencent alors ne correspondent pas exactement au modèle déjà décrit où l'on suppose le champ appliqué de façon instantanée. Afin d'analyser quantitativement cette différence, il faut évaluer la variation du temps de relaxation pendant la montée du champ. Des relations (IV.1), (IV.8) et (IV.11), on obtient :

$$\tau = \tau_0 \exp\left[(E_0 - \mu_0 v M_s H) / kT\right] \qquad \text{(IV.12)}$$

Soit en différenciant :

$$d\tau = \frac{-\tau}{S_v} dH \qquad \text{(IV.13)}$$

En première approximation, il vient :

$$\Delta\tau = \frac{-\tau}{S_v} \Delta H \qquad \text{(IV.14)}$$

Soit :

$$\Delta\tau = \frac{-\tau}{S_v} \frac{\Delta H}{\Delta t} \cdot \Delta t \qquad \text{(IV.15)}$$

Le temps de relaxation minimum accessible étant égal au temps écoulé entre la stabilisation du champ et la première mesure, soit 50 s environ ici, on obtient en prenant $S_v \sim 9{,}6$ kA/m (cf. IV.4)

$$\Delta\tau = -20\ \Delta t \qquad \text{(IV.16)}$$

Cette relation signifie que le temps de relaxation des grains varie très rapidement pendant la période où H augmente. Ainsi, le traînage des grains concernés par la mesure est négligeable avant l'établissement des conditions expérimentales.

IV-3 - MESURES DE TRAINAGE SUR L'INSTALLATION DE CHAMPS PULSES DU NATUURKUNDIG LABORATORIUM - TEMPS DE RELAXATION COMPRIS ENTRE 5 ms et 1 s

Dans la gamme de temps compris entre quelques dizaines et quelques milliers de secondes après application du champ, la variation de l'aimantation en fonction du temps est bien décrite par une dépendance logarithmique. Cette loi est toutefois le résultat d'une approximation [STR 49] valable lorsque le temps t auquel est faite la mesure est grand par rapport à τ_0, temps caractéristique du système. Il peut être intéressant d'effectuer des mesures de trainage à des temps de plusieurs ordres de grandeur inférieurs à ceux considérés précédemment. Celles-ci ont été réalisées sur l'installation de champs pulsés du Natuurkundig Laboratorium de l'Université d'Amsterdam ; elles nous ont permis d'avoir accès à des temps de relaxation évoluant entre 5 ms et 1 s.

IV-3-1 - Description

L'installation de champs pulsés d'Amsterdam existe dans sa configuration actuelle depuis 1969 [GER 80]. Elle permet d'atteindre un champ magnétique de 32MA/m (400 kOe) et de le maintenir constant pendant environ 1 s. Son principe est intermédiaire entre celui des bobines résistives où de manière continue l'énergie électrique est amenée et l'énergie thermique évacuée, et les installations de champs pulsés où l'énergie est stockée dans un banc de capacités. A Amsterdam, l'énergie n'est pas stockée ; on utilise un banc de redresseurs à thyristors couplé au réseau. Chaque tir peut être décomposé en trois phases (figure IV-1). La première phase, qui dure 0,27 s, correspond à la montée du courant dans la bobine jusqu'à la valeur désirée ; le redresseur fournit alors une tension E, dix fois supérieure à sa tension nominale. Dans la deuxième phase, la tension de sortie du redresseur est régulée de manière à maintenir le champ constant ; elle augmente proportionnellement à la résistance de la bobine qui s'échauffe. Dans la troisième phase, le redresseur fournit une tension maximale négative et une partie de l'énergie, stockée pendant la montée du champ, est renvoyée dans le réseau. Entre deux tirs, la bobine est refroidie à sa température initiale de 25 K, opération dont la durée est plus de 1000 fois supérieure à celle du tir.

Cet appareillage présente un double avantage par rapport à une installation classique de champs pulsés ; d'une part, le champ magnétique désiré peut être maintenu constant pendant 1 s environ (contre 1 à 10 ms avec des champs pulsés) ; d'autre part la valeur du champ peut être régulée avec une précision relative de 10^{-3}. Le système de régulation permet aussi d'obtenir des profils de champs très variés comme l'indique la figure (IV-2).

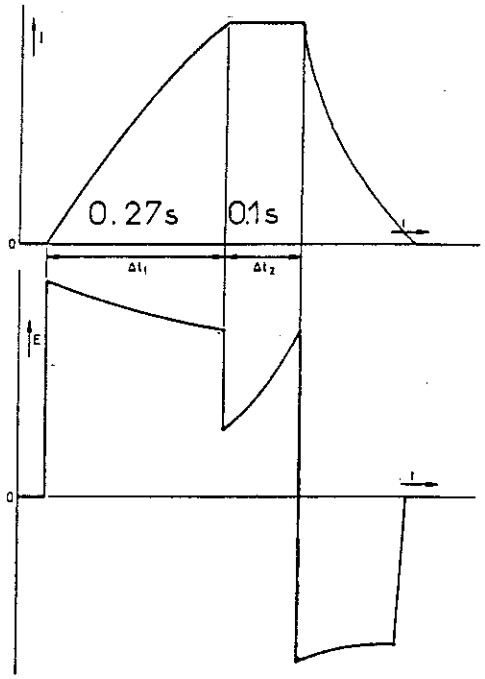


Figure IV-1 : Evolutions en fonction du temps de la tension aux bornes du banc de redresseurs à thyristors et du courant circulant dans la bobine (d'après [GER 80]).

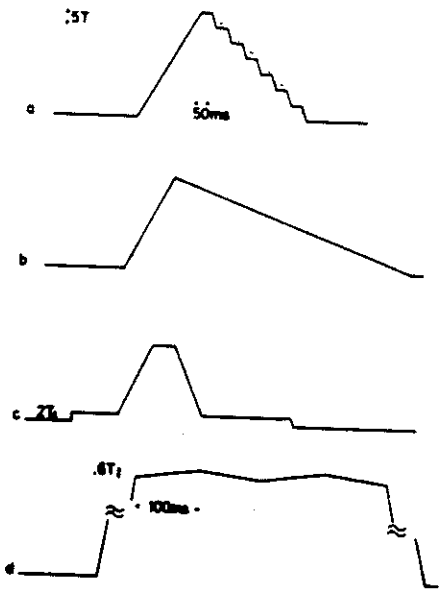


Figure IV-2 : Profils de champ magnétique obtenus avec l'installation de champs pulsés du Natuurkundig Laboratorium.

La mesure de l'aimantation se fait par induction du signal dans un bobinage de géométrie telle que les effets de courants de Foucault dans les pièces métalliques voisines et ceux du champ extérieur soient minimisés. Le signal est acquis tous les 1/300 s, intégré et digitalisé ; on en soustrait ensuite la dérive de l'intégrateur. La résolution de la mesure est de l'ordre de 2.10^{-5} Am^2 (2.10^{-2} uem).

IV-3-2 - Mesure du champ coercitif sur l'installation de champs pulsés

La connaissance du champ coercitif est nécessaire pour déterminer les conditions expérimentales des mesures de traînage. La valeur de H_c étant dépendante du temps auquel on fait la mesure (relation IV.10), nous avons déterminé cette valeur pour les temps mis en jeu. Le profil de champ choisi est présenté sur la figure IV-3 et montre que dans ces conditions, le champ coercitif des échantillons étudiés (typiquement 4 MA/m (50 kOe)), est atteint en environ 150 ms.

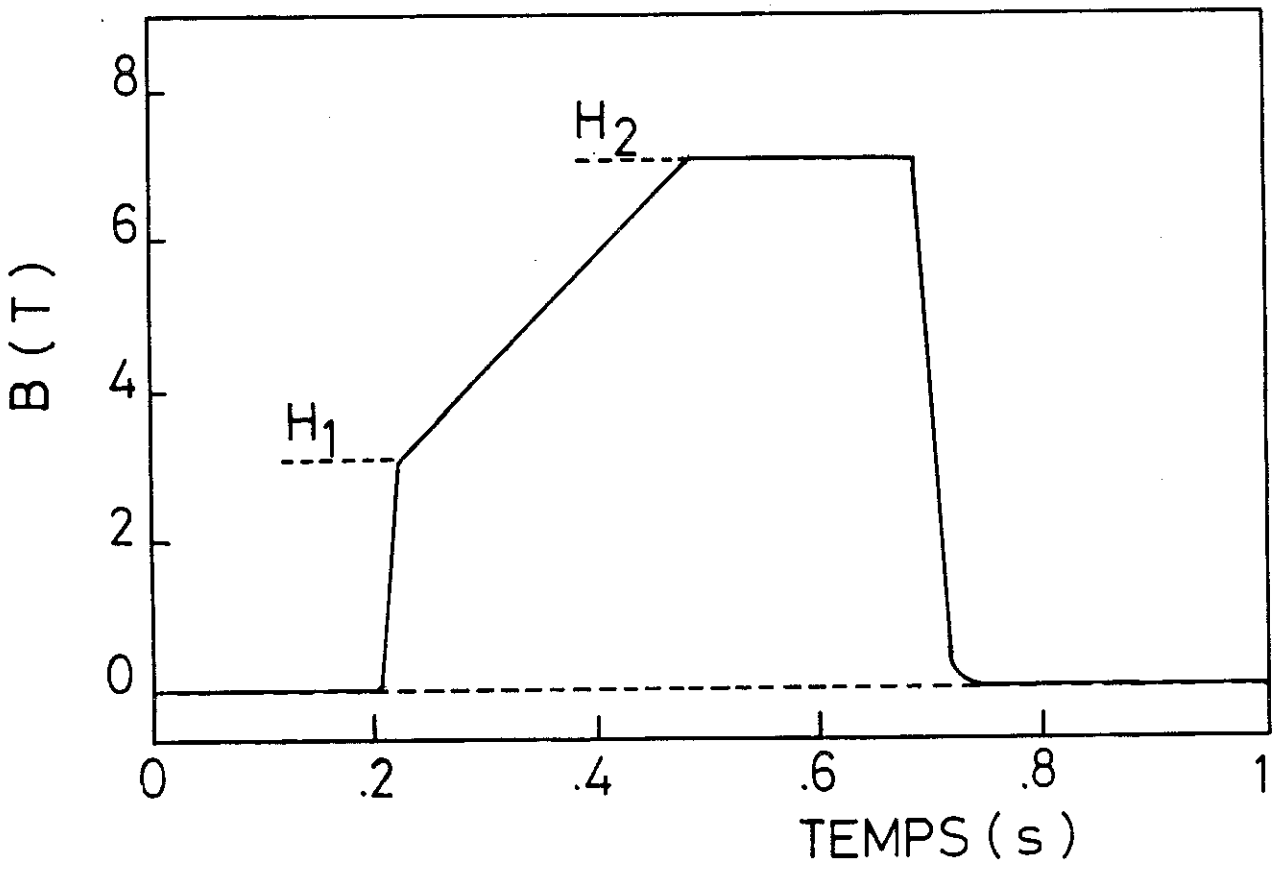


Figure IV-3 : Profil typique de champ magnétique utilisé pour la détermination du champ coercitif.

IV-3-3 - Mesure du traînage

L'appareillage de champs pulsés décrit ci-dessus, est bien adapté à la mesure du traînage magnétique en temps courts car il permet d'atteindre en quelques ms le champ magnétique désiré et, comme on l'a vu, de le maintenir constant à 10^{-3} près pendant plus d'une seconde.

Le profil de champ retenu est schématisé sur la figure IV-4.

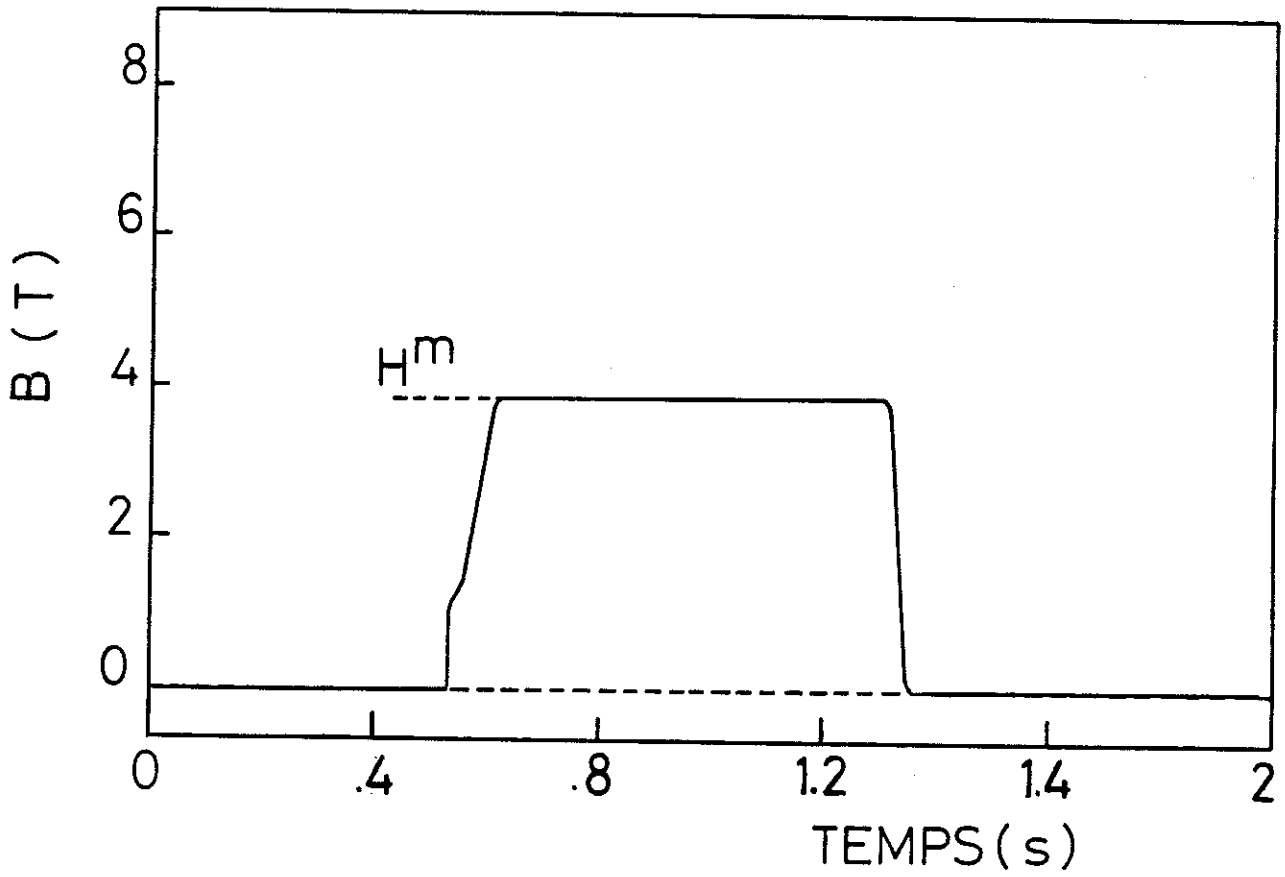


Figure IV-4 : Profil typique de champ magnétique utilisé pour les mesures de traînage magnétique.

Un champ de 1 T est appliqué selon le processus déjà décrit, au delà le champ est augmenté jusqu'à la valeur choisie à la vitesse de $\Delta H/\Delta t$ = 32 MA/m.s (400 kOe/s). Les mesures de traînage étant faites au voisinage du champ coercitif qui est de l'ordre de 4 MA/m (50 kOe) le champ de mesure est atteint en 100 ms environ. Un calcul similaire à celui effectué au paragraphe IV-2 donne pour la relation (IV.16) :

$$\Delta\tau = - 17\ \Delta t \qquad \text{(IV.17)}$$

pour les grains dont le temps de relaxation τ vaut 5 ms.

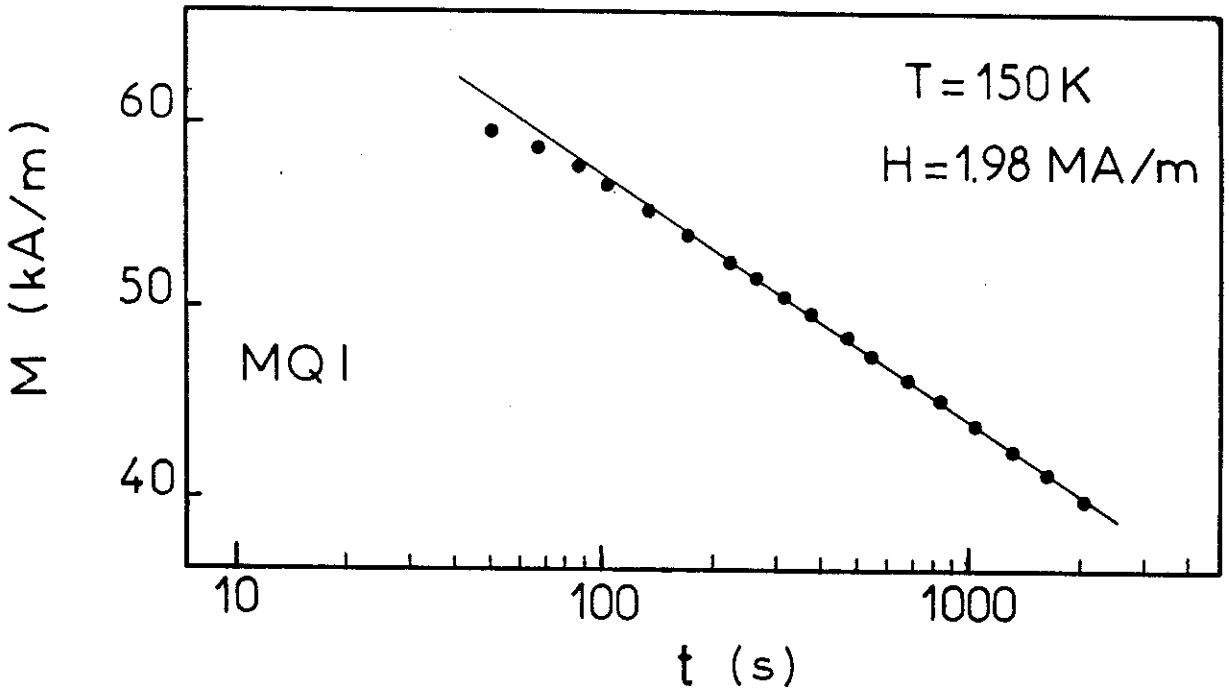
Pendant un intervalle de temps Δt durant lequel le champ a varié, le temps de relaxation de ces grains est passé de $\tau+\Delta\tau$ à τ. $\tau+\Delta\tau$ étant très supérieur à Δt, le traînage des grains concernés par la mesure est négligeable avant l'établissement des conditions expérimentales, comme lors des mesures faites en champ continu.

IV-4 - RESULTATS EXPERIMENTAUX

IV-4-1 - Variation de l'aimantation avec le temps

De manière générale, les mesures de traînage ont été effectuées au voisinage du champ coercitif, où la variation d'aimantation est la plus forte.

Sur l'installation du laboratoire Louis Néel, en-dessous de 25 K, les effets de traînage, trop faibles, n'ont pas pu être mis en évidence. A titre d'exemple, les résultats expérimentaux obtenus à 150 K et 400 K sur des échantillons MQI et MQII sont présentés sur les figures IV-5 et IV-6. A toutes températures, la variation de l'aimantation est proportionnelle au logarithme du temps. D'après la discussion du paragraphe IV-1, ce résultat indique que la distribution f(E) varie peu dans la gamme des énergies d'activation associées à nos temps de mesure.



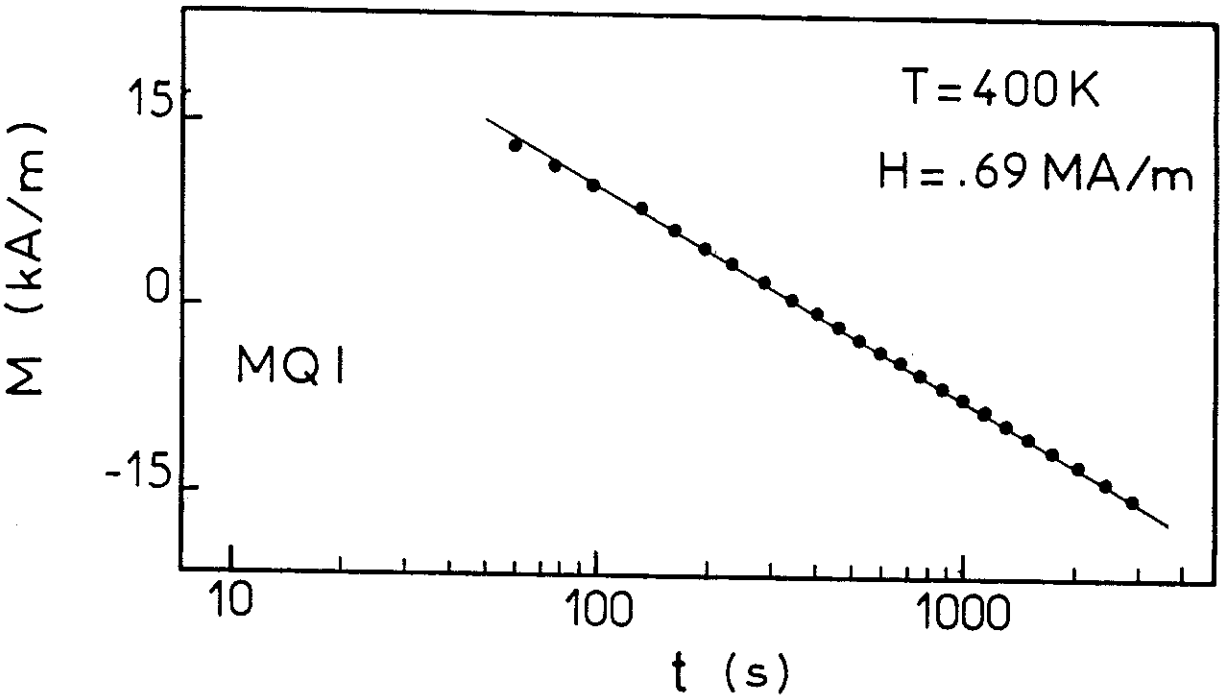
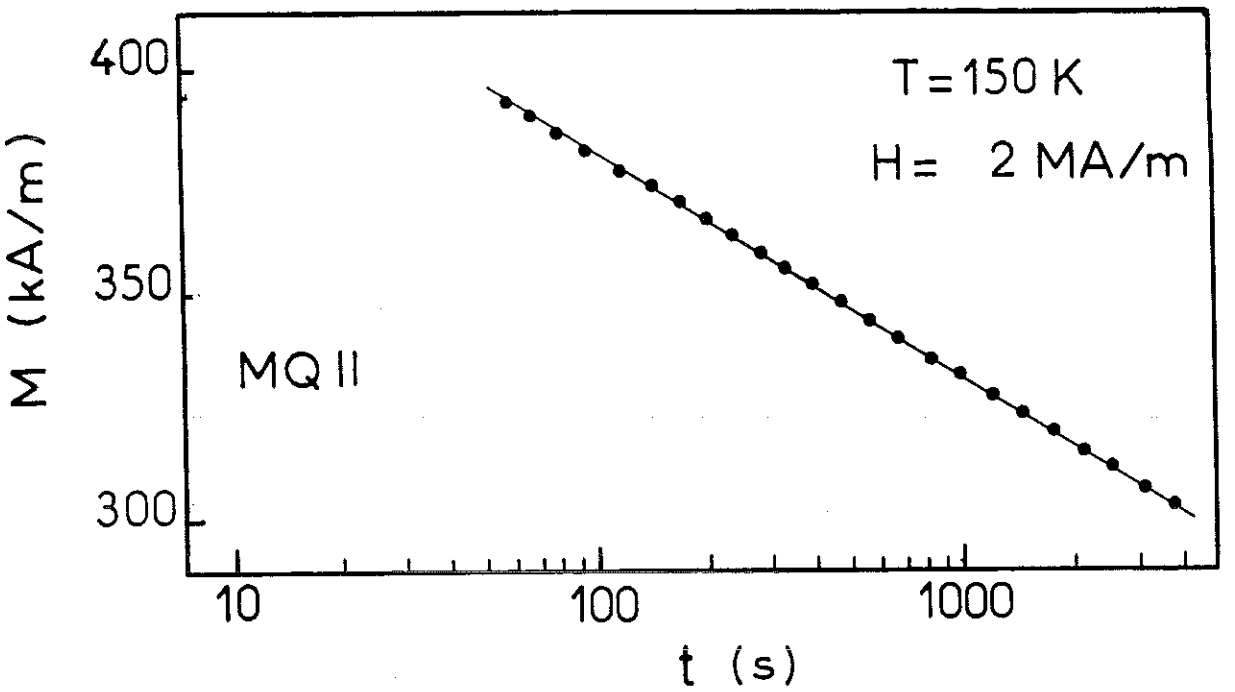


Figure IV-5 : Variation de l'aimantation d'un aimant MQI en fonction du temps à 150 K et 400 K.



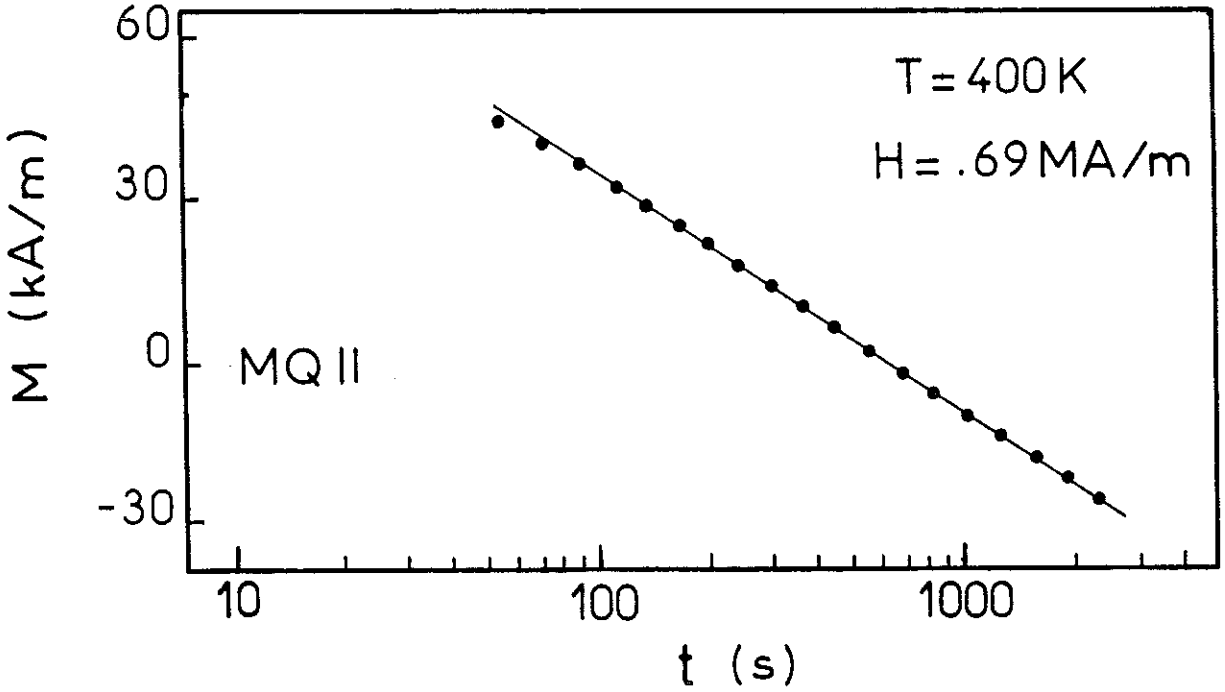


Figure IV-6 : Variation de l'aimantation d'un aimant MQII en fonction du temps à 150 K et 400 K.

Au Natuurkundig Laboratorium, les mesures peuvent être effectuées à 77 K et 4.2 K. A cette dernière température, le signal relatif aux effets du traînage n'a pu être extrait du bruit de fond que pour les aimants MQIII. Les figures IV-7 et IV-8 montrent pour un échantillon MQI à 77 K et MQIII à 4.2 K des résultats typiques. Bien que les temps mis en jeu soient 1000 fois plus faibles que lors des mesures en champ continu, une variation logarithmique de l'aimantation avec le temps est observée comme précédemment.

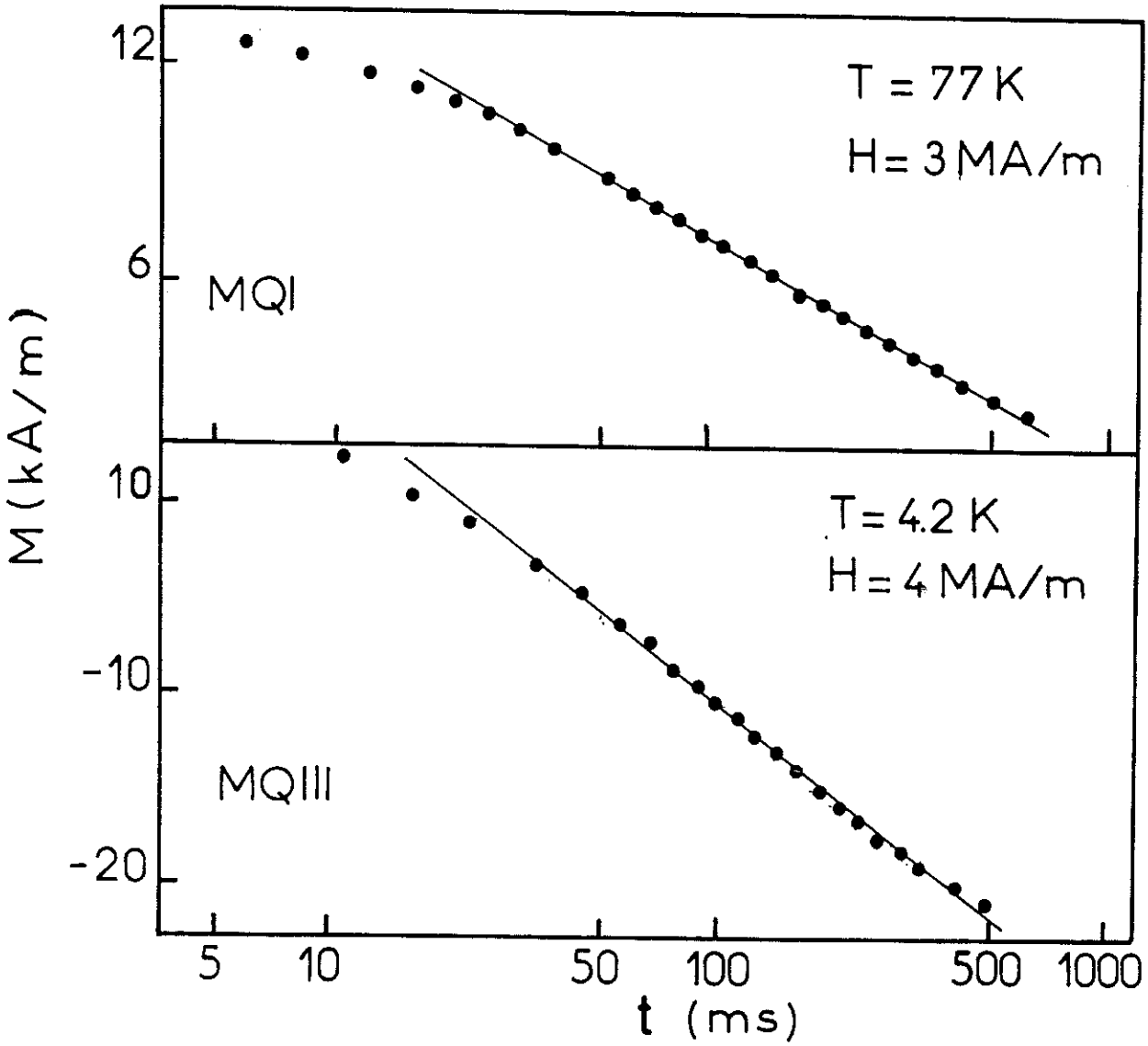


Figure IV-7 : Variation en fonction du temps de l'aimantation d'un aimant MQI à 77K et d'un aimant MQIII à 4,2K.

IV-4-2 - **Viscosité et coefficient de traînage**

La viscosité S = dM/dlnt est la pente des droites obtenues sur les figures IV-5 à IV-7. A titre d'exemple, elle est tracée pour l'aimant MQIII, en fonction du champ à température fixe sur les figures IV-9 a) et b). S est maximale lorsque le champ appliqué est proche du champ coercitif. La courbe $\chi^{irr}(H)$ est également portée sur ces figures. Dans la gamme des champs étudiés S et χ^{irr} étant proportionnelles, S_v (voir relation IV-7) peut être considéré comme une constante. A cette propriété correspond une variation linéaire de l'énergie d'activation thermique en fonction du champ (cf. relation IV.8).

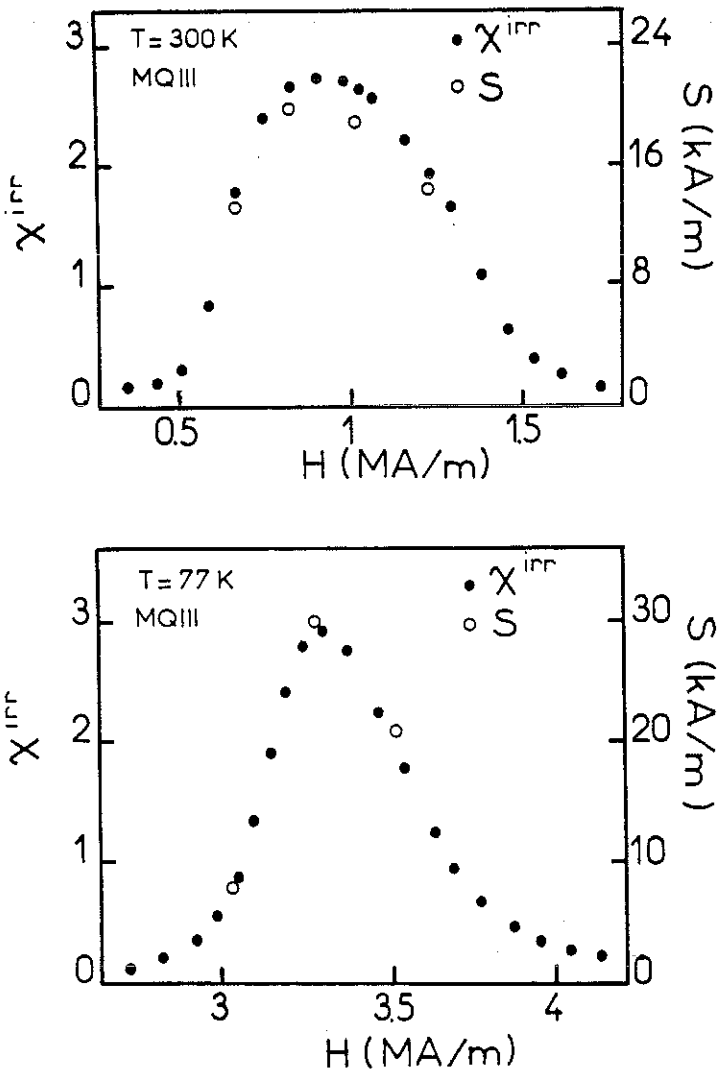


Figure IV-8 : Variation en fonction du champ de la susceptibilité irréversible χ^{irr} et de la viscosité S sur un aimant MQIII à 300 K sur l'installation du laboratoire Louis Néel (figure IV-8 a) et à 77 K sur l'installation du Natuurkundig Laboratorium (figure IV-8 b).

Les coefficients de traînage S_v^c obtenus en champs continus dans les différents échantillons étudiés sont tracés en fonction de la température sur la figure IV-9. Les valeurs de S_v^p obtenues en champs pulsés sont également portées sur la figure IV-9. Les résultats des deux types de mesure sont comparables.

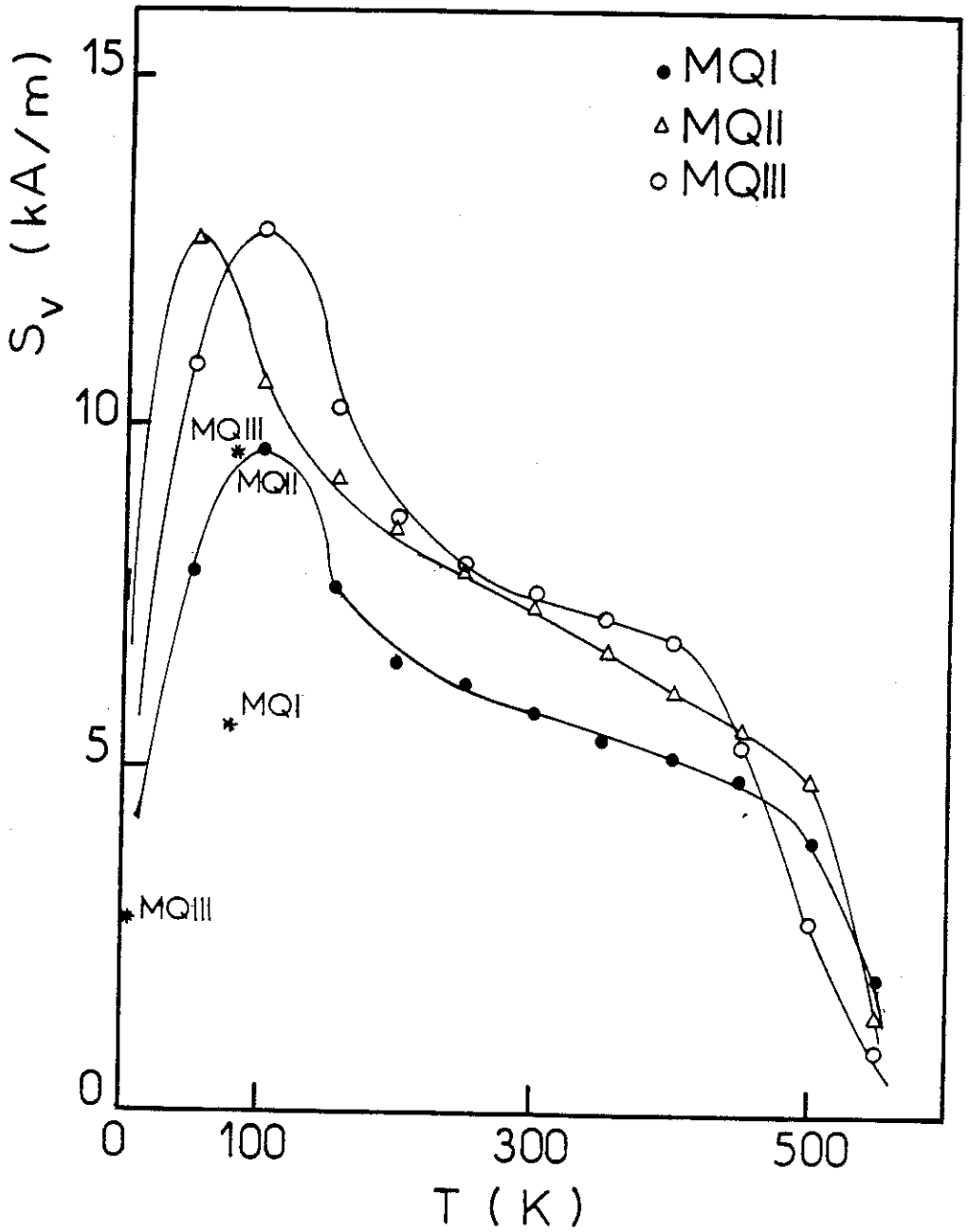


Figure IV-9 : Variation thermique du coefficient de traînage S_v mesuré sur les aimants MQI, MQII et MQIII (Δ,o,• = $S_{v_1}^c$ mesures effectuées en champs continus ; * = $S_{v_1}^p$, mesures effectuées en champs pulsés).

IV-4-3 - Le champ de fluctuation - Variation de H_c avec le temps de mesure

La comparaison des courbes $\chi^{irr}(H)$ (figure IV.10) obtenues, pour un échantillon donné, à une température donnée, sur l'installation du laboratoire Louis Néel et au Natuurkundig Laboratorium, indique un décalage dans la position du maximum de susceptibilité irréversible. Ce résultat, en accord avec la relation IV.10 indiquant que la valeur du champ coercitif dépend du temps auquel la mesure est effectuée, permet de mettre en évidence l'influence du champ de fluctuation.

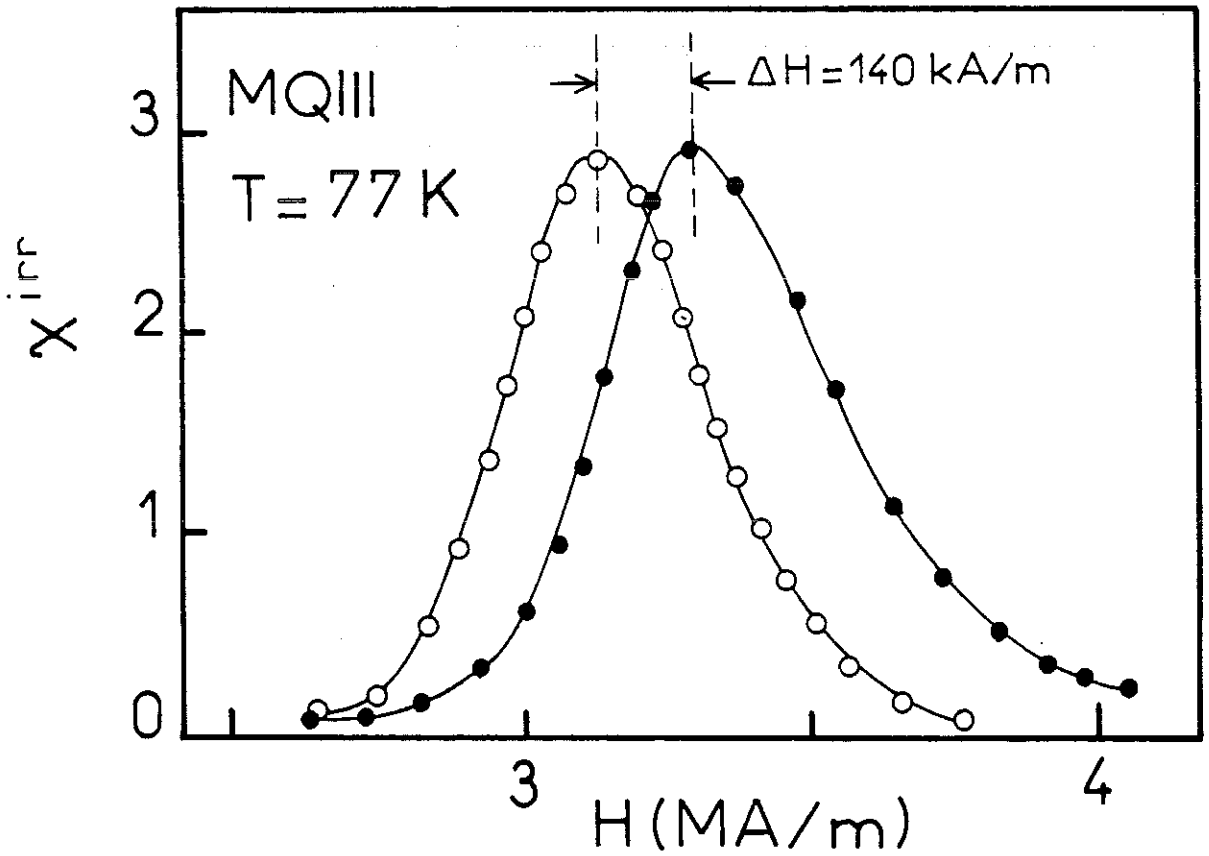


Figure IV-10 : Dépendance en champ de la susceptibilité d'un aimant MQIII, mesurée au laboratoire Louis Néel (champs continus (o)) et au Natuurkundig Laboratorium (champs pulsés (•)) à 77 K.

Sur l'installation du laboratoire Louis Néel, la courbe $\chi^{irr}(H)$ est obtenue à partir des valeurs de l'aimantation mesurée par extraction en champ fixe, le champ variant de 40 kA/m en 40 kA/m. Les effets du traînage sont surtout importants pendant la période de stabilisation du champ, avant de faire la mesure. Les grains dont l'aimantation se retourne sous l'effet de l'agitation thermique sont ceux dont les temps de relaxation sont inférieurs à $\tau^C \sim 50$ s (cf. paragraphe IV-2). On peut écrire (relation IV.10) :

$$H_0 = H_c^C - S_v^C \ln \tau^C / \tau_0 \qquad (H_0,\ H_c < 0) \qquad \text{(IV.18)}$$

où l'indice C désigne les résultats obtenus en champ continu.

Sur l'installation du Natuurkundig Laboratorium, la courbe $\chi^{irr}(H)$ est obtenue de la même façon. Toutefois, la mesure de l'aimantation est faite le champ ne cessant pas de varier à une vitesse de 12 MA/m.s (150 kOe/s) (figure IV-3). On peut écrire (relation IV.15) :

$$\Delta\tau \sim -1250.\tau.\Delta t \qquad \text{(IV.19)}$$

Les grains qui ne sont pas soumis à l'agitation thermique sont tels que $\Delta\tau$ varie plus vite que Δt, c'est-à-dire tels que leur temps de relaxation τ^P est inférieur à $\tau^P = 0{,}8$ ms.

On en déduit :

$$H_0 = H_c^P - S_v^P \ln \tau^P/\tau_0 \qquad \text{(IV.20)}$$

En égalant les relations (IV.18) et (IV.20), il vient :

$$H_c^P - H_c^C = - S_v \ln \tau^C/\tau^P \qquad \text{(IV.21)}$$

puisque $S_v^C \sim S_v^P$.

A 77 K, $S_v = 9{,}6$ kA/m (120 Oe) ; on obtient, vu les valeurs de τ^C et τ^P établies ci-dessus :

$$\Delta H = H_c^P - H_c^C = - 112 \text{ kA/m } (1{,}4 \text{ kOe}) \qquad \text{(IV.22)}$$

Ce décalage est en accord avec celui observé expérimentalement (figure IV-10).

CHAPITRE V

ANALYSE DES MECANISMES DE COERCITIVITE

V-1 - MISE EN EVIDENCE DE PHENOMENES DE PIEGEAGE

Comme on l'a décrit au chapitre I, les études de microscopie électronique, effectuées sur les aimants MAGNEQUENCH, ont permis de mettre en évidence des parois entre les cristallites de la phase $Nd_2Fe_{14}B$, révélant la présence d'intéractions d'échange entre ces cristallites.

Dans un aimant MQI, la susceptibilité initiale mesurée sur la courbe de première aimantation à 175 K et 300 K (figure III-14) révèle qu'il n'y a pas de déplacment de parois en champs faibles. En champs plus élevés, environ 0,8 MA/m (10 kOe) à 300 K, les parois se dépiégeant progressivement et la susceptibilité irréversible augmente fortement. Les maxima de cette susceptibilité se produisent en des champs voisins du champ coercitif donné par le maximum de la susceptibilité irréversible mesurée sur la courbe de recul. Le phénomène démontre que la coercitivité de ces aimants est déterminée par le piégeage des parois, initialement ancrées aux joints de grains.

Dans les aimants MQII, la susceptibilité réversible mesurée en champs faibles est plus forte, révélant un léger déplacement de parois. Toutefois, en champs plus élevés, le comportement est identique à celui décrit précédemment (figure III-15), indiquant que la coercitivité dans ces aimants est également déterminée par des mécanismes de dépiégeage.

Sur un aimant MQIII, la susceptibilité en champs faibles est forte. Le phénomène, analogue à celui observé dans les aimants frittés, traduit un fort déplacement des parois. Il est en accord avec les observations microscopiques (cf. chapitre I) qui indiquent que les parois traversent les cristallites. En champs plus élevés, le comportement est identique à celui décrit ci-dessus ; le maximum de la susceptibilité irréversible se produit dans un champ approximativement égal au champ coercitif (figure III-16). L'origine de la coercitivité est donc la même que dans les aimants MQI et MQII.

V-2 - COMPORTEMENTS DIFFERENTS SUR LE CYCLE D'HYSTERESIS ET SUR LA COURBE DE PREMIERE AIMANTATION

Après saturation, le retournement complet de l'aimantation nécessite le franchissement de toutes les barrières d'énergie dont la hauteur est distribuée autour d'une valeur moyenne caractérisant le champ coercitif. Un faible champ inverse H_{inv} n'agit que sur les pièges de faible énergie, expliquant que dans le premier quadrant, le maximum de susceptibilité irréversible se produit en un champ dont la valeur augmente en fonction de celle de H_{inv} (figures III-14b) à 16b)). Dans cette hypothèse, le maximum de susceptibilité devrait se produire, sur la courbe de première aimantation, en un champ égal au champ coercitif ; en effet, la saturation d'un échantillon désaimanté thermiquement nécessite le franchissement de barrières d'énergie réparties sur toute la largeur de la distribution. Pourtant, ce maximum a lieu dans un champ inférieur. Par analogie avec les études faites sur des grenats [MOL 87], ce phénomène peut être attribué à la structure en domaines particulière, présente dans un échantillon désaimanté thermiquement. Au voisinage du point de Curie, un grand nombre de parois se forment, leur énergie étant très faible [BUL 64]. A 300 K, cette structure en domaines ne correspond pas à un minimum d'énergie, l'énergie stockée dans les parois étant trop importante par rapport à l'énergie magnétostatique gagnée. La barrière d'énergie à franchir pour saturer l'échantillon est donc réduite.

V-3 - VARIATION ANGULAIRE DU CHAMP COERCITIF

Comme nous l'avons montré au paragraphe III-6, le champ coercitif de l'aimant MQIII augmente avec l'angle θ_H entre le champ appliqué et l'axe moyen d'orientation. Au niveau d'une paroi, on en déduit que le champ nécessaire pour la dépiéger dépend de l'angle entre l'aimantation en ce point et le champ appliqué.

L'analyse du comportement macroscopique observé nécessite donc, d'une part la connaissance de la loi de dépendance angulaire $h(\theta_{cH})$ du champ coercitif "local" et d'autre part la prise en compte de la distribution d'orientation dans l'aimant. Cette distribution est donnée par la relation III.1 :

$$p\ (\theta_{cz}) = A \exp\ (-\theta_{cz}^2/2\sigma^2) + B$$

avec $\sigma = 16°$.

Quand le champ appliqué fait un angle θ_H avec l'axe $\vec{z}$ de l'aimant, la proportion de cristallites $N_{\theta_H}(\theta_{cH})\ d\theta_{cH}$ étant à l'angle θ_{cH} du champ est :

$$N_{\theta_H}(\theta_{cH})\ d\theta_{cH} = \int_0^{2\pi} \sin\theta_{cH}\ P(\theta_{cz})\ d\theta_{cH}\ d\alpha \qquad (V.1)$$

où α désigne un angle dans un plan perpendiculaire à H. θ_{cz} est déduit de θ_{cH} et α par la relation :

$$\cos\theta_{cz} = \cos\theta_{cH} \cos\theta_H - \sin\theta_{cH} \sin\theta_H \sin\alpha \qquad (V.2)$$

A un champ H donné, la variation d'aimantation mesurée est associée au dépiégeage des parois dont le champ coercitif est égal à H. Cette variation d'aimantation s'écrit donc :

$$\Delta M = 2\ M_s\ .\ N_{\theta_H}(\theta_{cH})\ d\theta_{cH}\ .\ \cos\theta_{cH} \qquad (V.3)$$

On obtient la susceptibilité en dérivant par rapport au champ :

$$\chi_H^{irr} = 2\ M_s \cos\theta_{cH}\ N_{\theta_H}(\theta_{cH})\ \frac{d\theta_{cH}}{dH} \qquad (V.4)$$

En utilisant la relation V.1, il vient :

$$\chi_H^{irr} = 2\ M_s \cos\theta_{cH}\ \frac{d\theta_{cH}}{dH}\ [A \int_0^{2\pi} \sin\theta_{cH} \exp(-\theta_{cz}^2/2\sigma^2)\ d\alpha + B \int_0^{2\pi} \sin\theta_{cH}\ d\alpha] \qquad (V.5)$$

Si on suppose de plus une répartition gaussienne $p(h_c)$ (de largeur σ_H) des champs coercitifs intrinsèques h_c, en tout champ h une contribution du type de celle calculée dans la relation (V.5) sera associée à chaque groupe de cristallites pour lesquels $h_c(\theta_{cH})$ est le même. On obtient donc pour la susceptibilité irréversible :

$$\chi_H^{irr} = \int_0^H 2M_s \cos\theta_{cH}\ \frac{d\theta_{cH}}{dH}\ [A \int_0^{2m} \sin\theta_{cH} \exp(-\theta_{cz}^2/2\sigma^2)\ d\alpha + B \int_0^{2\pi} \sin\theta_{cH}\ d\alpha]\ x$$

$$p(h_c = h)\ dh \qquad (V.6)$$

Dans cette relation, θ_{cH} et h sont reliés par $h = H \cos\theta_{cH}$, seul n'est pas connu le terme $\frac{d\theta_{cH}}{dH}$, directement relié à la loi $h(\theta_{cH})$ mentionnée plus haut.

L'analogie de la dépendance angulaire du champ coercitif de l'aimant MQIII avec celle observée dans les aimants frittés (cf. chapitre II) nous suggère de considérer une loi du type :

$$h = \frac{h(\theta_{cH} = 0)}{\cos\theta_{cH}} \tag{V.7}$$

Dans ces conditions, le terme $\frac{d\theta_{cH}}{dH}$ s'écrit :

$$\frac{d\theta_{cH}}{dH} = \frac{\cos^2\theta_{cH}}{h(\theta_{cH}=0).\sin\theta_{cH}} \tag{V.8}$$

En remplaçant dans la relation (V.6) il vient :

$$\chi^{irr}_{(H)} = \int_0^H \frac{2Ms}{h} \cos^3\theta_{cH} \left[A \int_0^{2\pi} \exp\left(-\theta^2_{cz}/2\sigma^2\right) d\alpha + B \int_0^{2\pi} d\alpha\right] p(h_c=h)\, dh \tag{V.9}$$

Dans la relation (V.9), le premier terme de l'expression entre crochets représente la contribution à la susceptibilité irréversible de la partie orientée de l'échantillon, le second terme est associé à la partie isotrope. La figure V-1 indique qu'à θ_H donné, la position du maximum de susceptibilité irréversible est principalement déterminée par la contribution de la partie orientée. La variation angulaire du champ coercitif $H_c(\theta_H)$ déduite, est comparée aux résultats expérimentaux sur la figure V-2. L'accord, satisfaisant, justifie l'hypothèse initiale d'une dépendance en $1/\cos\theta$ du champ de dépiégeage d'une paroi. Ceci est en accord avec le résultat classique que dans un système anisotrope, seule la projection du champ selon la paroi agit sur celle-ci.

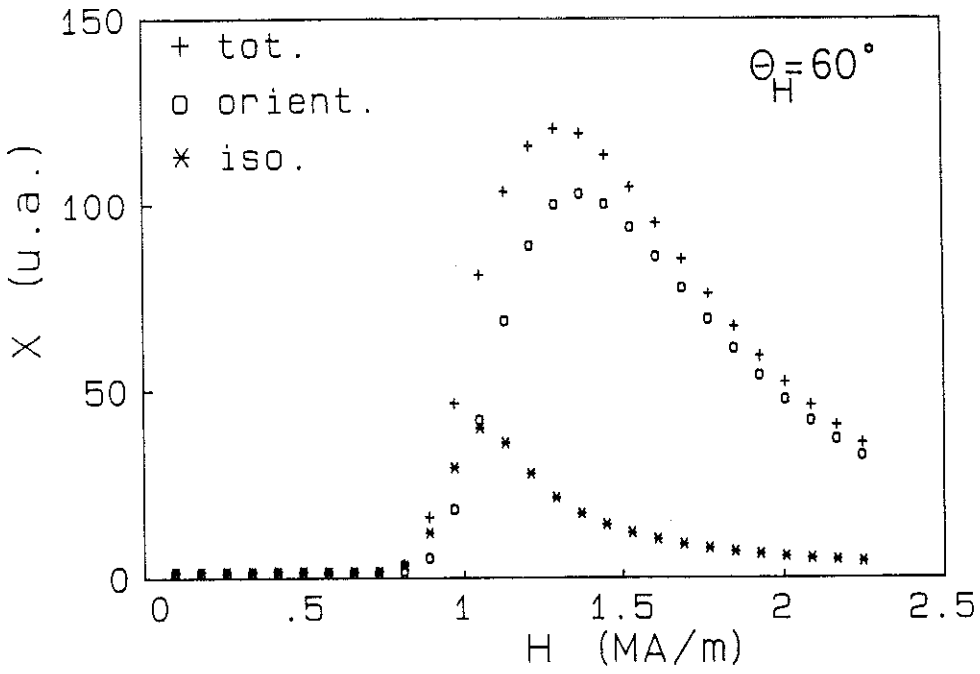


Figure V-1 : Variations en fonction du champ de la susceptibilité irréversible calculée totale (+) et des contributions à cette susceptibilité des parties isotropes (*) et orientées (o), pour θ_H = 60°.

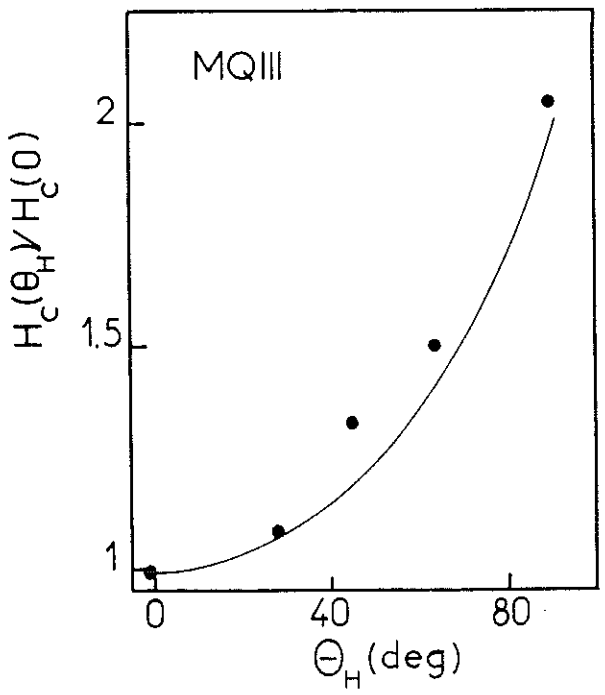


Figure V-2 : Variations expérimentales et calculées du champ coercitif d'un aimant MQIII en fonction de l'angle θ_H.

V-4 - MISE EN EVIDENCE DE PHENOMENES COLLECTIFS LORS DU RETOURNEMENT D'AIMANTATION

La susceptibilité irréversible est tracée en fonction du champ interne (figures V-3 à V-5), à partir des cycles d'hystéresis présentés sur les figures III-11 à III-13. Nous supposons dans un premier temps que les dépiégeages des parois se produisent indépendamment les uns des autres. Dans ce cas, la largeur de la courbe de susceptibilité irréversible traduit la distribution des champs coercitifs dans l'échantillon considéré. Cette distribution a deux origines, d'une part celle associée à la répartition des champs coercitifs intrinsèques dans la matière, d'autre part, celle résultant de la distribution d'orientations des cristallites à travers la loi en $1/\cos\theta$. La répartition des champs coercitifs intrinsèques a été supposée de forme gaussienne :

$$p\ (hc) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \cdot \frac{1}{\sigma_H} \cdot \exp\ [(h_c^0 - h_c)^2 / 2\sigma_H^2] \qquad \text{(V-10)}$$

La susceptibilité irréversible χ^{irr} a été calculée selon la relation V-9 avec $\theta_H = 0$, le seul paramètre intervenant dans le calcul étant la largeur σ_H de la gaussienne. Dans cette relation, le terme entre crochets est simplement égal à 2π pour les aimants isotropes MQI et MQII. En champs inférieurs à celui où se produit le maximum de χ^{irr}, la largeur de la courbe est essentiellement déterminée par la distribution des champs coercitifs intrinsèques. La dissymétrie intervenant en champs élevés, particulièrement importante pour les aimants isotropes, est due à l'influence du terme en $1/\cos\theta$.

Pour les aimants MQI et MQII, les meilleurs accords ont été obtenus pour les valeurs de σ_H indiquées sur la légende des figures. Les courbes calculées ne rendent pas compte des résultats expérimentaux au-delà du maximum de susceptibilité irréversible. Ce désaccord met en évidence l'importance des effets collectifs lors du retournement d'aimantation. En effet, dans ce cas, le dépiégeage de paroi en un point de faible ancrage, entraine le retournement d'aimantation dans un volume très supérieur à celui d'un cristallite. La coercitivité du système est donc essentiellement déterminée par les pièges de faible énergie. La susceptibilité irréversible expérimentale traduit donc la distribution des forces de points d'ancrage. La faible dissymétrie observée vers les grands champs indique cependant une certaine influence du terme en $1/\cos\theta$.

Pour les aimants MQIII, l'accord entre les courbes expérimentales et calculées est satisfaisant, bien qu'un certain effet collectif subsiste. Cette différence avec le cas précédent s'explique par les différences dans la microstructure (taille des grains plus importante, structure en domaines différente) et l'orientation préférentielle importante des cristallites.

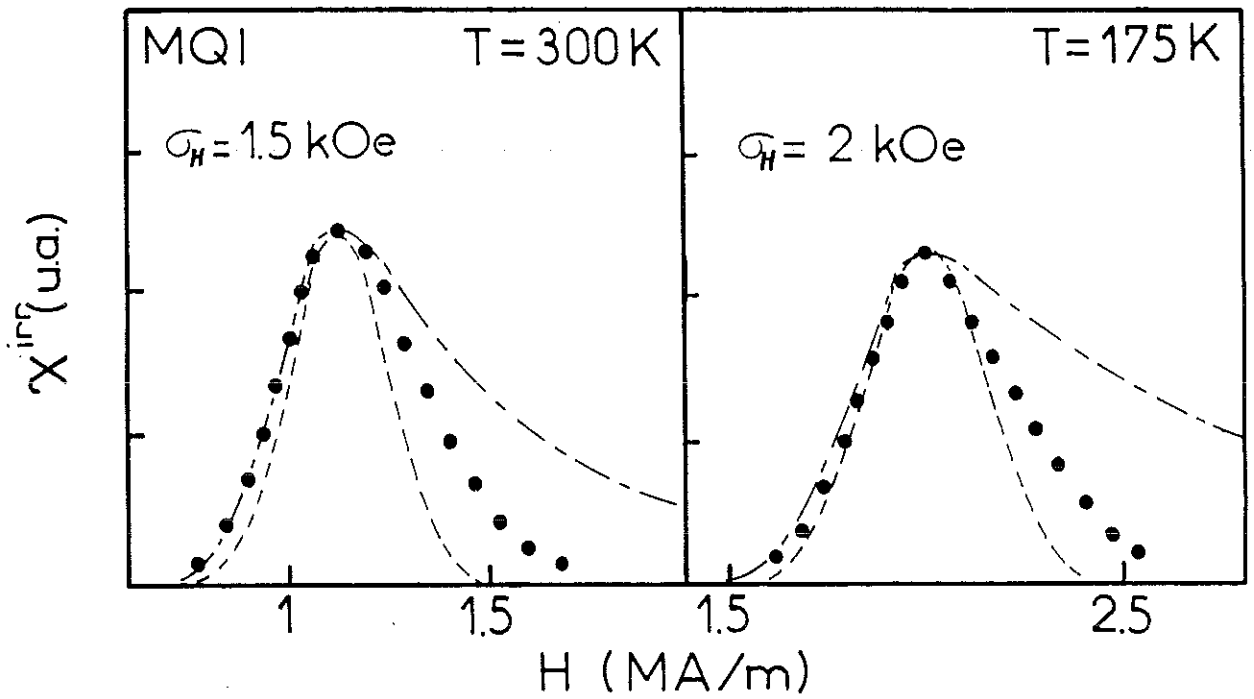


Figure V-3 : Variations en fonction du champ interne de la susceptibilité irréversible mesurée sur la courbe de recul d'un aimant MQI à 175 et 300 K. En pointillés est tracé le calcul de cette susceptibilité en ne tenant compte que de la répartition des champs coercitifs intrinsèques. En traits mixtes est tracé le calcul tenant compte, en plus, de la dépendance angulaire du champ coercitif.

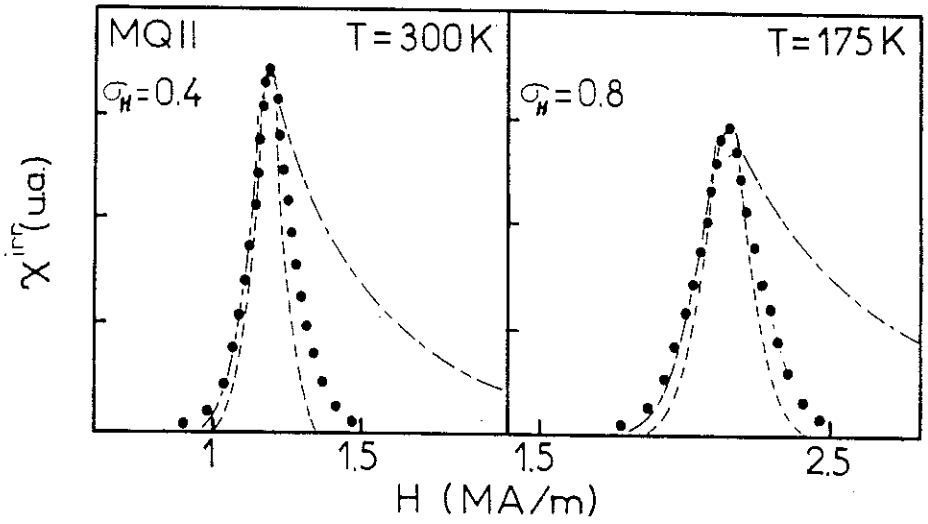


Figure V-4 : Variations en fonction du champ interne de la susceptibilité irréversible mesurée sur la courbe de recul d'un aimant MQII à 175 et 300 K. En pointillés est tracé le calcul de cette susceptibilité en ne tenant compte que de la répartition des champs coercitifs intrinsèques. En traits mixtes est tracé le calcul tenant compte, en plus, de la dépendance angulaire du champ coercitif.

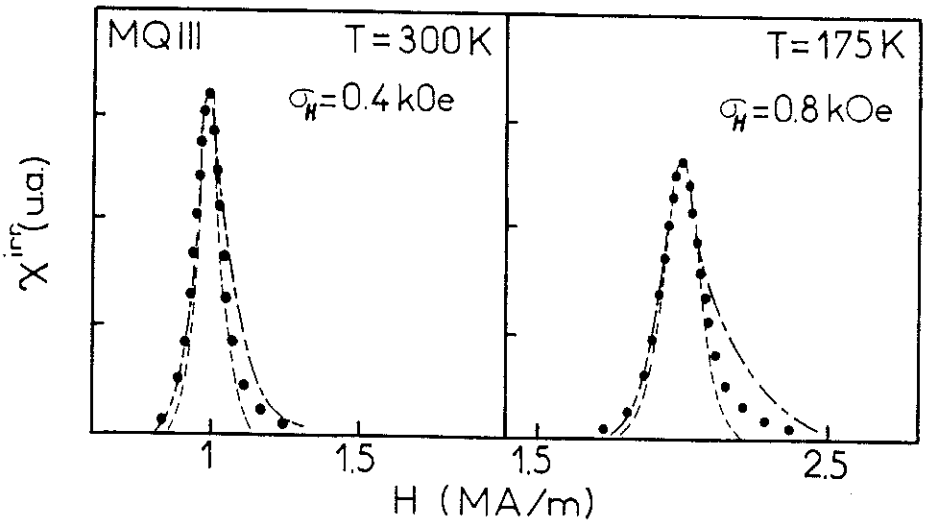


Figure V-5 : Variations en fonction du champ interne de la susceptibilité irréversible mesurée sur la courbe de recul d'un aimant MQIII à 175 et 300 K. En pointillés est tracé le calcul de cette susceptibilité en ne tenant compte que de la répartition des champs coercitifs intrinsèques. En traits mixtes est tracé le calcul tenant compte, en plus, de la dépendance angulaire du champ coercitif.

V-5 - MODELE PHENOMENOLOGIQUE POUR LES AIMANTS MAGNEQUENCH

Nous décrivons dans ce paragraphe une analyse quantitative des phénomènes de coercitivité dans les aimants MAGNEQUENCH à partir des résultats expérimentaux. Notre approche est, dans son esprit, très proche de celle suivie pour les aimants frittés [GIV 88, TEN 88].

Dans les aimants MAGNEQUENCH, la désaimantation est associée au dépiégeage des parois de Bloch. Ce dépiégeage, sous l'action du champ magnétique appliqué H et de l'activation thermique, s'accompagne d'un déplacement local de la paroi à travers un volume d'activation v caractéristique du processus de coercitivité. Si E_0 est l'énergie nécessaire pour dépiéger la paroi, on peut écrire :

$$E_0 = -\mu_0 v\vec{M}_s.\vec{H}_c + \mu_0 \alpha v M_s^2 + 25\ kT \qquad (V.11)$$

où $\mu_0 \alpha v M_s^2$ représente de façon schématique les interactions dipolaires au niveau du piège. Le terme 25 kT, représentatif de l'agitation thermique, est obtenu à partir de la relation IV-2 considérant $\tau_0 = 10^{-11}$s [STA 60] et t, temps de mesure, de l'ordre de quelques secondes. En tout état de cause, en raison de la dépendance logarithmique de Ln (t/τ_0), il varie peu en fonction de t. L'énergie E_0 à fournir est égale à la différence d'énergie de la paroi avant et après formation du volume v, soit :

$$E_0 = \gamma_f\ s_f - \gamma_i\ s_i \qquad (V.12)$$

A la formation du volume d'activation v est associé un changement de surface de la paroi qui passe de la valeur initiale s_i d'interaction avec le défaut, à la valeur finale s_f. γ_f est l'énergie de paroi dans la phase $Nd_2Fe_{14}B$. Avant le dépiégeage, l'énergie de paroi γ_i est évidemment inférieure à γ_f. A toute température, le champ coercitif est déterminé par la valeur de la barrière d'énergie E_0, fonction des énergies de paroi γ_f et γ_i.

Calcul des énergies de paroi

Dans un système uniaxial défini par la constante d'anisotropie K, l'énergie de paroi est en général considérée égale à $4\sqrt{AK}$, où A est l'interaction d'échange linéique. Dans une structure compacte, une bonne estimation de A à 0 K est obtenue par la relation [CHI 64] :

$$A = kT_c/2a \qquad (V.13)$$

où a est la distance moyenne entre atomes de fer soit 2,56 Å.

La valeur de A, dans $Nd_2Fe_{14}B$, est $A = 16 \cdot 10^{-12}$ J/m ; à plus haute température, A a été supposé proportionnel à $[M_s(T)/M_s(0)]^2$. A 300 K, la valeur de γ obtenue est 0,028 J/m^2, proche des valeurs déduites de l'analyse de la structure en domaines sur des monocristaux de $Nd_2Fe_{14}B$ [SZY 87, DUR 86, COR 88]. Dans le composé $Nd_2Fe_{14}B$, le formalisme ci-dessus ne peut pas être appliqué à basses températures en raison de l'importance des termes d'ordre supérieur dans l'anisotropie qui conduisent à la réorientation d'aimantation déjà citée (cf. I-2). Nous avons utilisé l'approche numérique développée par Barbara [BAR 73].

Nous schématisons la paroi par une chaine de N atomes. L'énergie de l'atome n s'écrit :

$$\gamma_n = K_1 a^3 (\sin^2\theta_n - \sin^2\theta_R) + K_2 a^3 (\sin^4\theta_n - \sin^4\theta_R) + 2Aa \left[1 - \frac{\cos(\theta_{n+1}-\theta_n) + \cos(\theta_{n-1}-\theta_n)}{2}\right] \quad (V.14)$$

où θ_n est l'angle du moment n avec l'axe $\vec{c}$, θ_R la direction de facile aimantation, K_1 et K_2 les constantes d'anisotropie (figure I-7). L'énergie par unité de surface de la paroi est donnée par :

$$\gamma_p = \frac{1}{a^2} \sum_n \gamma_n \quad (V.15)$$

La configuration d'énergie minimum est donnée par la minimisation de γ_p par rapport à tous les moments :

$$\frac{d\gamma_p}{d\theta_n} = K_1 a \sin 2\theta_n + 4K_2 a \sin^3\theta_n \cos\theta_n - \frac{A}{a} [\sin(\theta_{n+1}-\theta_n) + \sin(\theta_{n-1}-\theta_n)] = 0 \quad (V.16)$$

pour tout n.

La variation thermique de γ_p est tracée sur la figure V-6a). γ_p croît lorsque la température décroît jusqu'à 100 K, puis présente une faible décroissance associée à la réorientation d'aimantation, comportement déjà signalé [GIV 87]. A 300 K, la valeur de γ_p obtenue est 0,029 J/m^2, proche de la valeur déduite de la relation simple $4\sqrt{AK}$.

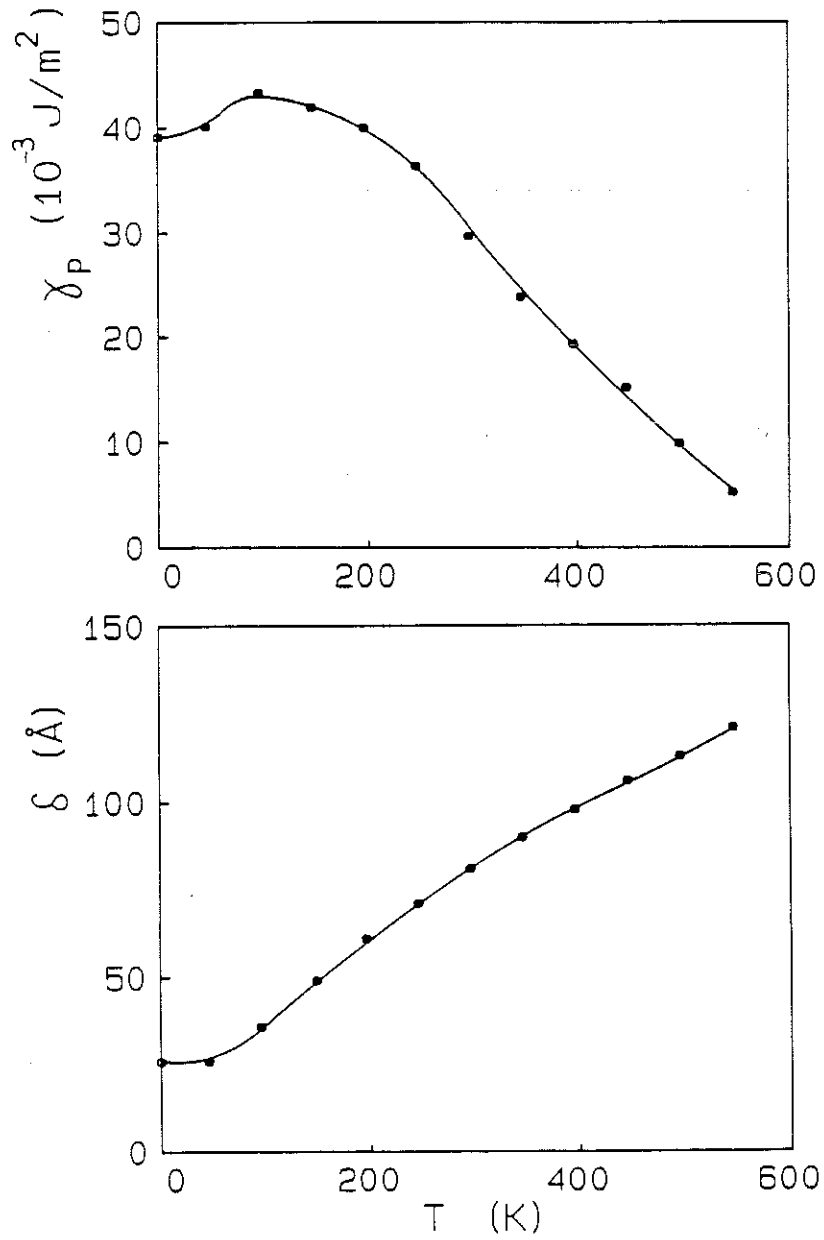


Figure V-6 : a) Variation thermique de l'énergie de paroi γ_p calculée.

b) Variation thermique de la largeur de paroi δ_p calculée.

La variation thermique de la largeur de paroi δ_p a été évaluée (figure V-6b). Les bords de paroi ont été définis comme les endroits où la déviation des moments par rapport à l'axe de facile aimantation est égale à l'angle entre moments au centre de la paroi. De 4.2 K à la température d'ordre, δ_p augmente de 25 Å à 120 Å environ. La largeur de paroi calculée est de l'ordre de grandeur de l'épaisseur de la phase intergranulaire, indiquant a priori, la possibilité du piégeage des parois dans ces régions.

Lorsque la paroi est piégée sur un joint de grains, on peut schématiser sa situation physique à partir des observations microstructurales faites dans les aimants MAGNEQUENCH. Les joints de grains, de largeur 20 Å environ, contiennent des phases magnétiques à température ambiante. On peut supposer que les interactions d'échange sont les mêmes que dans la phase $Nd_2Fe_{14}B$ mais que l'anisotropie magnétocristalline est nulle. La rotation d'aimantation dans la paroi a tendance à se produire dans le joint de grain où la perte d'énergie magnétocristalline est nulle. Une telle description est en accord avec les observations de Mishra révélant la minceur des parois dans les aimants MAGNEQUENCH [MIS 86a]. Toutefois, en raison de la faible largeur du défaut, le retournement d'aimantation n'est pas complet, la perte d'énergie d'échange serait trop forte. La paroi s'étend aussi dans la phase $Nd_2Fe_{14}B$ comme l'indique la figure V-7. A chaque température, nous avons déterminé numériquement la valeur de ϕ_0 pour laquelle l'énergie de paroi γ_d est minimale. A titre d'exemple, ϕ_0 vaut 60° à 300 K.

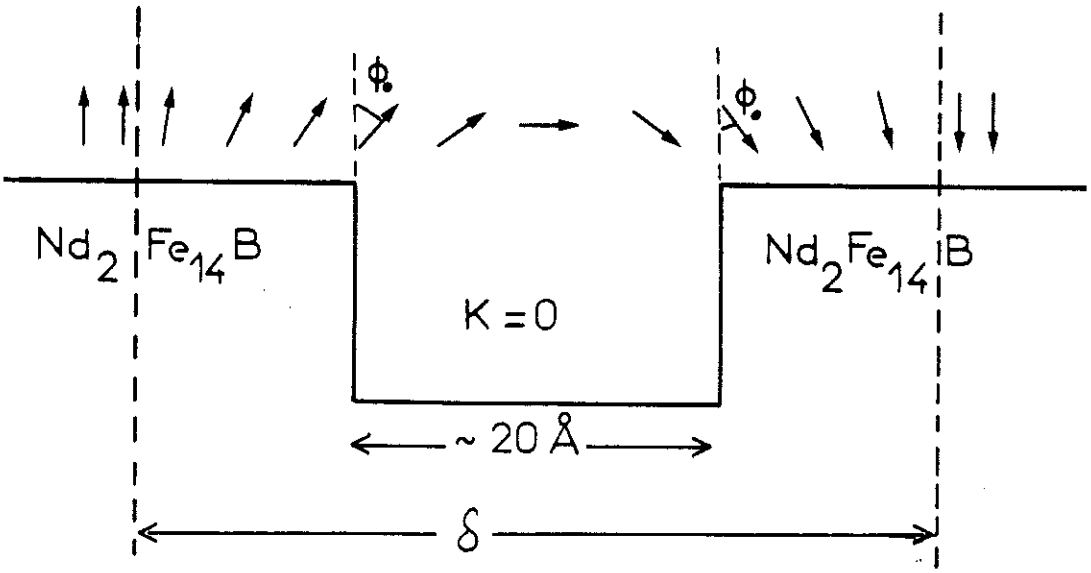


Figure V-7 : Représentation schématique d'une paroi de Bloch piégée sur un joint de grain.

La variation thermique de γ_d ainsi calculée est présentée sur la figure V-8. A basse température, γ_d est environ la moitié de γ_p, la différence entre ces deux valeurs diminue lorsque la température augmente en raison de la décroissance de l'anisotropie dans la phase $Nd_2Fe_{14}B$.

Pour la suite de l'analyse, on a supposé $\gamma_f = \gamma_p$ et $\gamma_i = \gamma_d$. Dans ces conditions, le champ coercitif H_c s'écrit :

$$H_c = - \frac{\gamma_f \, s_f - \gamma_i \, s_i}{\mu_0 v M_s} + \alpha \, M_s + 25 \, S_v \qquad (V.17)$$

Il est naturel de supposer que lors du processus de formation du volume d'activation, la surface finale s_f est proportionnelle à la surface initiale s_i, soit :

$$s_f = \lambda \, s_i \qquad (V.18)$$

De plus, nous avons supposé que la surface finale s_f était proportionnelle à $v^{2/3}$. Il en résulte pour l'expression de H_c :

$$H_c = - \beta \, \frac{(\gamma_f - \frac{1}{\lambda} \gamma_i)}{\mu_0 \, M_s v^{1/3}} + \alpha \, M_s + 25 \, S_v \qquad (V.19)$$

qui dépend donc des trois paramètres α, β et λ.

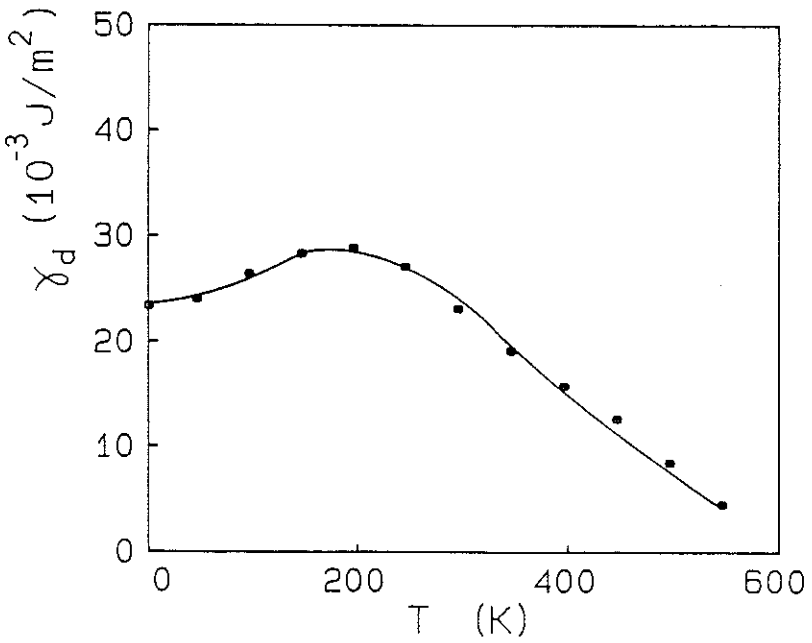


Figure V-8 : Variation thermique de l'énergie γ_d d'une paroi piégée.

V-6 - CONFRONTATION DU MODELE AUX RESULTATS EXPERIMENTAUX

Pour l'analyse de la variation thermique du champ coercitif, nous avons utilisé les valeurs de M_s de la phase $Nd_2Fe_{14}B$ présentées sur la figure I-6. Le coefficient de viscosité S_v a été déduit des mesures de traînage (figure IV-9) ; le volume d'activation $v = kT/M_sS_v$ a été déduit (figure V-9). Dans les trois catégories d'aimants, la valeur et la variation thermique du volume d'activation sont similaires ; v augmente jusqu'à 450 K approximativement comme le cube de l'épaisseur de paroi. Un tel résultat est conforme au fait qu'une paroi magnétique correspond au retournement d'aimantation qui coûte le minimum d'énergie.

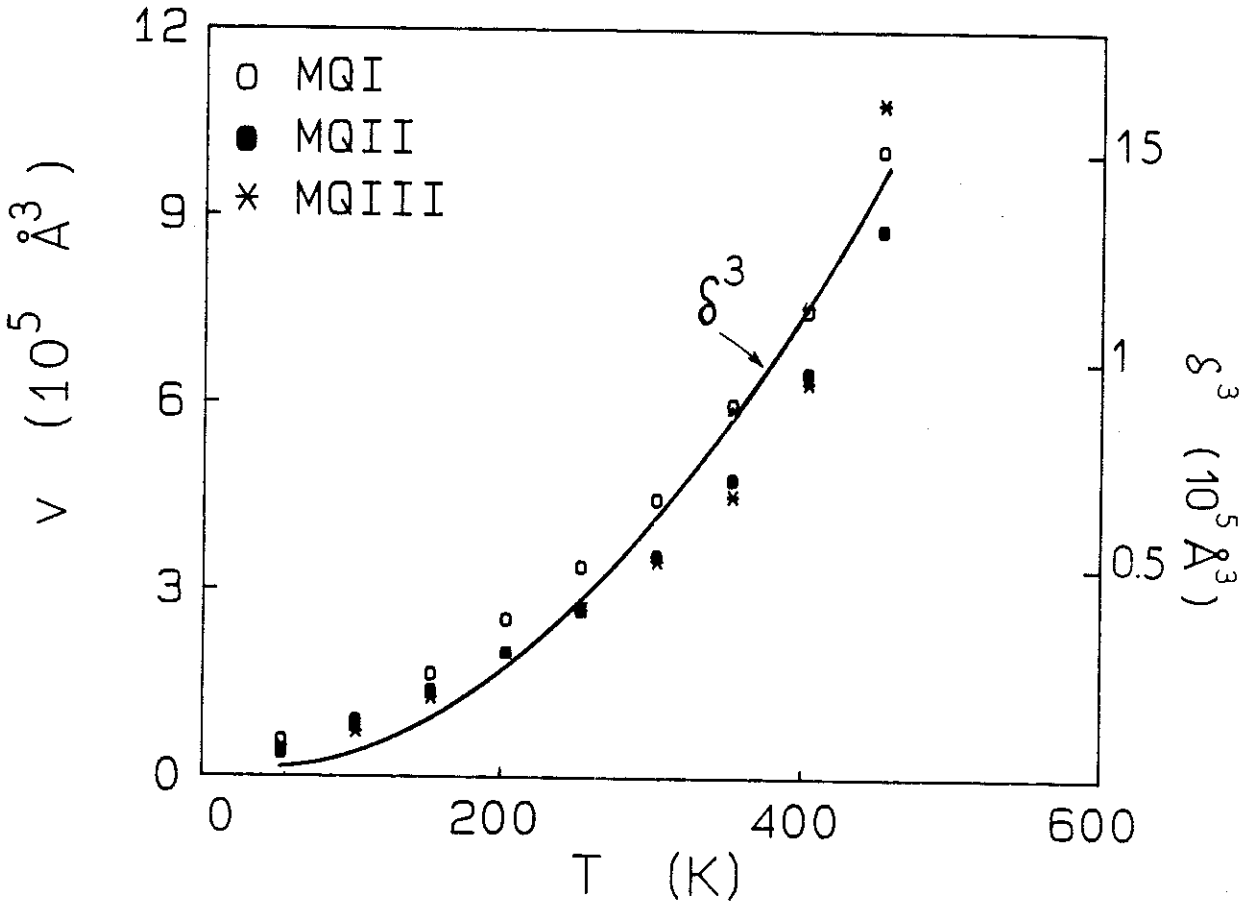


Figure V-9 : Variation thermique du volume d'activation v pour les aimants MQI, MQII, MQIII.

Pour les trois sortes d'aimant les paramètres α, β et λ, indépendants de la température, ont été ajustés afin que la variation du champ coercitif corresponde à la variation expérimentale (tableau V-1).

	α	β	λ
MQI	-0,15	0,6	3
MQII	-0,18	0,49	3
MQIII	0,24	0,73	3

Tableau V-1 : Valeurs des paramètres α, β et λ utilisés pour le calcul du champ coercitif.

Les figures V-10 à V-12 montrent que dans tous les cas, l'accord entre le calcul et l'expérience est très satisfaisant.

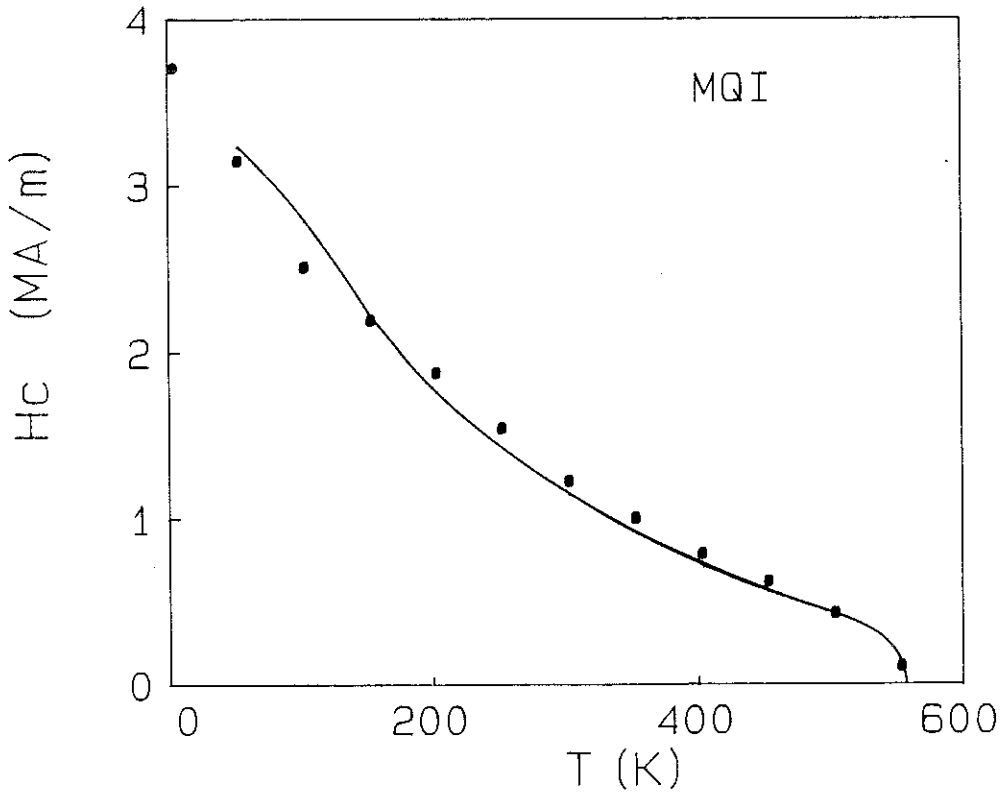


Figure V-10 : Variations thermiques expérimentales (•) et calculées du champ coercitif d'un aimant MQI.

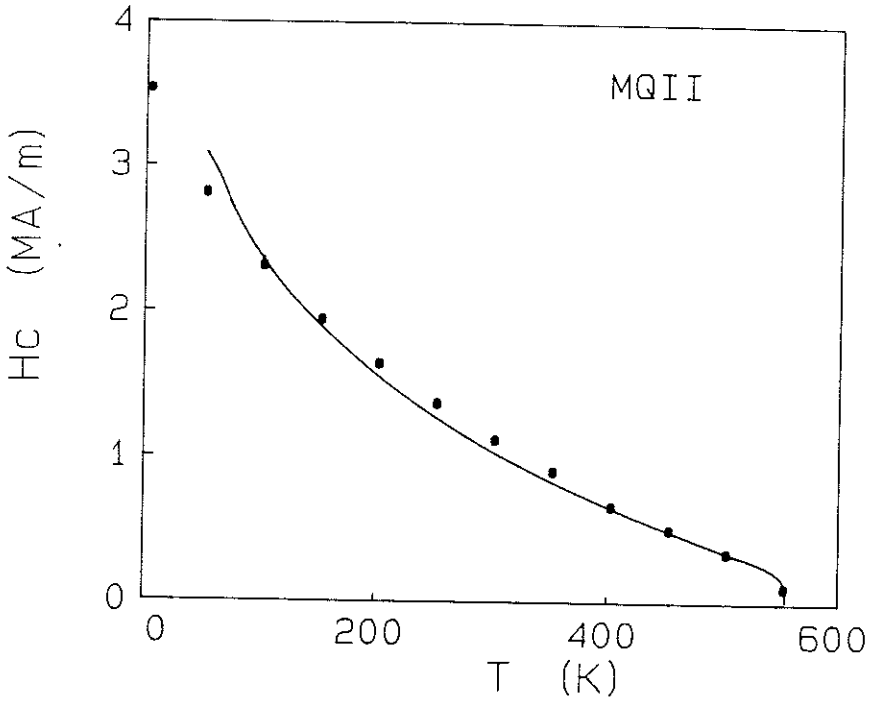


Figure V-11 : Variations thermiques expérimentales (•) et calculées du champ coercitif d'un aimant MQII.

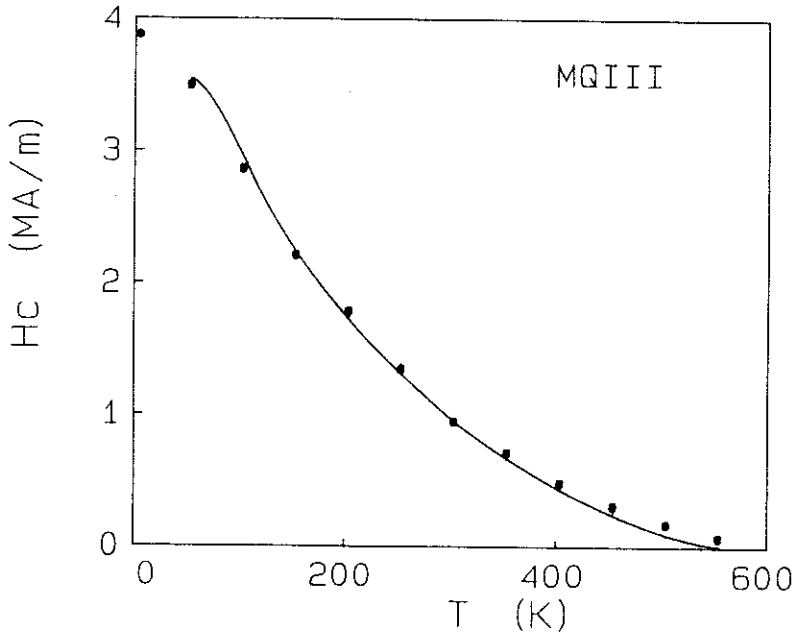


Figure V-12 : Variations thermiques expérimentales (•) et calculées du champ coercitif d'un aimant MQIII.

Le paramètre λ qui représente le rapport entre les surfaces finale et initiale de la portion de paroi dépiégée, vaut 3 dans tous les échantillons. Une telle valeur illustre bien l'image donnée des phénomènes de dépiégeage. Le paramètre β est environ égal à 0,6 pour tous les aimants ; ceci indique que les défauts à l'origine du piégeage des parois sont similaires. Le paramètre α, de l'ordre de 0,2, signifie que les interactions magnétostatiques ne sont pas très importantes. Cependant, α est positif pour les aimants MQIII et négatif pour les aimants MQI et MQII ; les interactions dipolaires interviennent donc de manière opposée dans les mécanismes de coercitivité. Ceci explique les comportements très différents des variations thermiques de H_c, en particulier à hautes températures. Dans les aimants MQIII, les interactions magnétostatiques aident au franchissement de la barrière E_0 et la décroissance thermique du champ coercitif est plus rapide que dans les aimants MQI et MQII.

P A R T I E B

PROJET D'UN MAGNETOMETRE

PARTIE B

PROJET D'UN APPAREILLAGE PERMETTANT LA REALISATION DE SAUTS DE CHAMP MAGNETIQUE

I - INTRODUCTION

Dans les expériences de traînage magnétique, comme on l'a discuté au chapitre III, la variation de l'aimantation en fonction du temps est généralement logarithmique. Toutefois, en accord avec le formalisme décrit au paragraphe III.1, cette dépendance est observée lorsque le temps t auquel est effectuée la mesure après application du champ est grand devant τ_0, temps caractéristique du retournement de l'aimantation. Nous avons montré que pour des valeurs de t de l'ordre de quelques dizaines de ms, cette approximation est toujours valable. En raison de la dépendance logarithmique de l'aimantation, pour avoir accès à des régimes de traînage éventuellement différents, il est nécessaire de réduire la valeur du temps où débutent les mesures de plusieurs ordres de grandeur. C'est dans ce but que nous avons entrepris la conception puis la réalisation d'un magnétomètre permettant, en un temps le plus court possible, d'installer un champ magnétique donné sur un échantillon.

De telles conditions expérimentales peuvent être obtenues à l'aide d'un dispositif de champ pulsé, l'énergie étant stockée dans un banc de capacités. Outre sa lourdeur, cet appareillage a l'inconvénient de ne pas pouvoir maintenir le champ constant dans des limites satisfaisantes (précision relative 10^{-2} à 10^{-3}) pendant plusieurs secondes. Pour pallier cet inconvénient, nous nous sommes orientés vers l'utilisation d'un écran de champ magnétique en matériau supraconducteur de type II.

II - ECRAN DE CHAMP MAGNETIQUE EN MATERIAU SUPRACONDUCTEUR

II-1 - Principe et modélisation

Le principe de l'utilisation d'un écran supraconducteur dans le but d'obtenir les caractéristiques de champ décrites précédemment est le suivant : une pièce creuse, un tube par exemple, en matériau supraconducteur est placée à l'intérieur d'une source de champ magnétique (figure II-1). Quand le champ augmente, des courants se développent à la surface du supraconducteur de telle manière que l'induction reste nulle dans le matériau. Un corps placé dans la cavité à l'intérieur de l'écran ne voit donc pas le champ extérieur varier. Dans un matériau supraconducteur de type II, la densité j de courants induits permet d'empêcher la pénétration du champ jusqu'à la valeur critique H_{c_1}, égale à quelques kA/m. Au-delà, des zones tubulaires normales appelées vortex apparaissent à la surface extérieure de l'écran. Les courants induits circulant dans les zones supraconductrices créent, à l'intérieur de ces vortex, un champ magnétique égal au champ extérieur, mais l'induction demeure nulle au centre de l'écran. Une force proportionnelle au gradient d'induction $dB/dr = \mu_0 j$ existe dans la zone de pénétration du champ et tend à faire migrer les vortex vers la surface intérieure, permettant au flux de pénétrer dans le supraconducteur. Conjointement, l'épaisseur de matériau parcourue par les courants induits augmente.

Dans le cas où les vortex sont libres de se déplacer, le passage de la surface extérieure à la surface intérieure de l'écran est quasi instantané et la différence maximale de champ que l'écran peut tolérer entre ses parties interne et externe correspond à la valeur du champ critique H_{c_1}. Toutefois, la métallurgie des supraconducteurs de type II permet d'induire des défauts structuraux qui jouent le rôle de points d'ancrage pour les vortex. Ainsi piégés, ils résistent dans des matériaux tels que Nb-Ti ou Nb_3Sn, à des forces correspondant à des gradients dB/dr de l'ordre de 1T/mm. Ils se dépiègent lorsque $\frac{dB}{dr}$ atteint la valeur :

$$\frac{dB}{dr} = \mu_0 \, j_c \, (B) \qquad \text{(II.1)}$$

où j_c est le courant critique, dépendant de l'induction qui règne dans le matériau. Les vortex se propagent alors à l'intérieur de l'écran et d'autres vortex se nucléent sur la surface extérieure. Ce phénomène provoque une diminution du gradient dB/dr et les vortex se piègent à nouveau. La pénétration de l'induction se produit par sauts de flux successifs de très faible amplitude jusqu'à ce que les vortex atteignent la surface interne de l'écran.

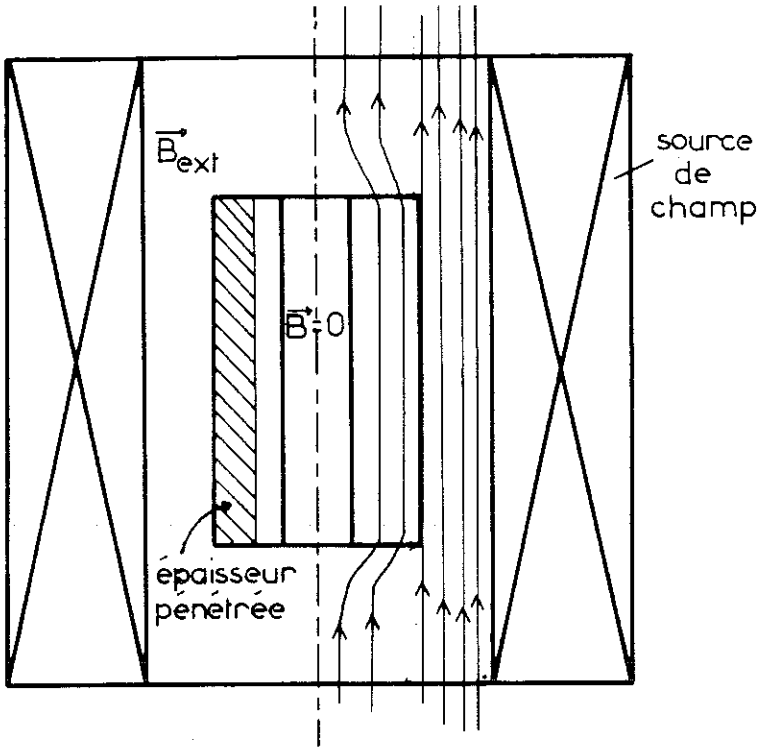


Figure II-1 : Représentation schématique d'un écran de champ magnétique en matériau supraconducteur.

Haebel et Witzeling [HAE 77] ont modélisé la pénétration de l'induction dans un système tel que décrit ci-dessus. Ils ont adopté pour la réduction du courant critique quand l'induction augmente, l'expression établie par Kim et al [KIM 63] :

$$j_c = \frac{\alpha_s}{B+\beta} \qquad \text{(II.2)}$$

où α_s et β sont caractéristiques du matériau. Il vient en combinant les relations (II.1) et (II.2) :

$$\frac{\mu_0 \alpha_s}{B+\beta} = \frac{dB}{dr} \qquad \text{(II.3)}$$

Si r_e est le rayon externe de l'écran, r le rayon de la zone pénétrée, B_e l'induction à l'extérieur de l'écran, on obtient en intégrant la relation (II.3) :

$$\int_B^{B_e} (B + \beta)\ dB = \int_r^{r_e} \mu_0\ \alpha_s\ dr \qquad \text{(II.4)}$$

$$(B_e + \beta)^2 - (B(r) + \beta)^2 = 2\ \mu_0\ \alpha_s\ (r_e - r) \qquad \text{(II.5)}$$

L'induction B en tout point du matériau est donnée par la relation :

$$B(r) = [(B_e + \beta)^2 - 2\,\mu_0\,\alpha_s\,(r_e - r)]^{1/2} - \beta \qquad (II.6)$$

On obtient la profondeur d de pénétration du champ en écrivant dans la relation (II.6) que $B(r) = 0$ pour $r_e - r = d$. Soit :

$$d = \frac{(B_e + B)^2 - \beta^2}{2\,\mu_0\,\alpha_s} \qquad (II.7)$$

A 4,2 K, on a pour Nb-Ti [HAE 77] $\alpha_s = 2.10^9$ A.T./m^2 et $\beta = 1$ T.

La relation (II.6) indique que l'induction dans le supraconducteur ne dépend que de $(r_e - r)$ et est indépendante du rayon de l'écran. Ceci vient du fait que le calcul de B effectué, suppose l'écran infiniment long. Les figures II-2 et II-3 montrent la pénétration de l'induction et la répartition du courant dans le matériau.

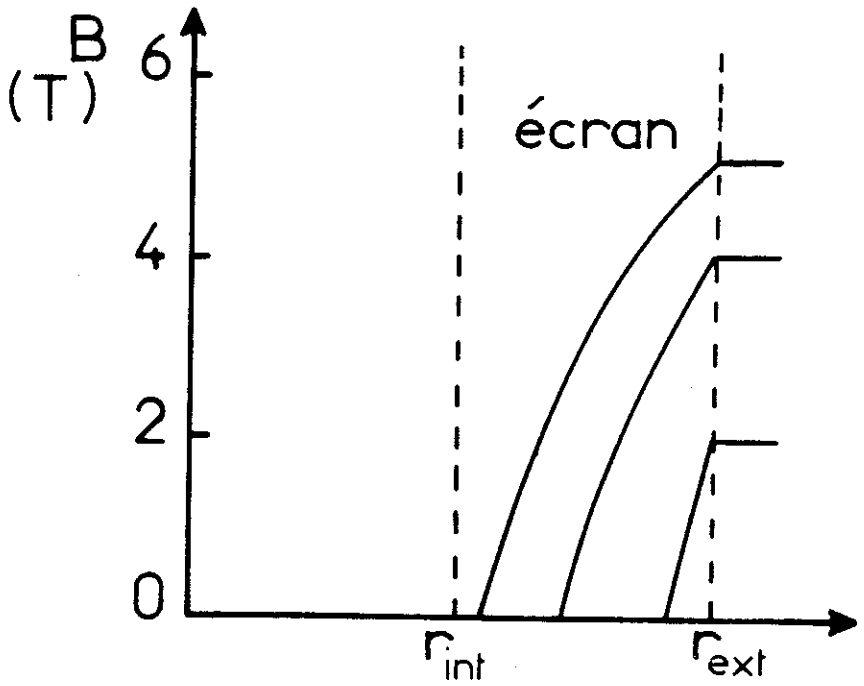


Figure II-2 : Répartition de l'induction magnétique dans l'épaisseur de l'écran supraconducteur pour différentes valeurs de l'induction extérieure.

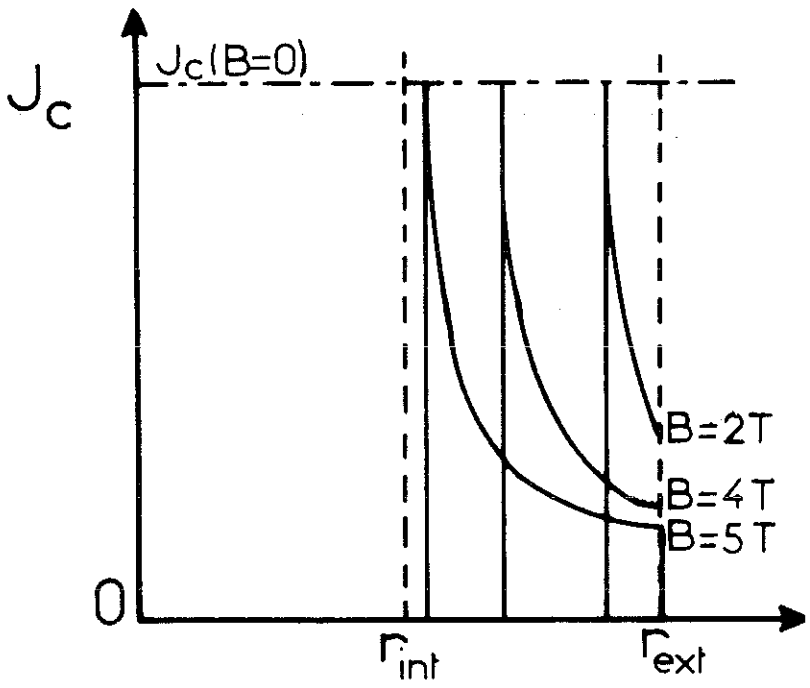


Figure II-3 : Répartition des courants induits dans l'épaisseur de l'écran supraconducteur.

A un champ donné, l'utilisation optimale de l'écran correspond à d = e, épaisseur de l'écran. Dans ces conditions de fonctionnement, la variation de l'induction au centre de l'écran $B_{écr}$ en fonction de l'induction à l'extérieur B_{ext} est schématisée sur la figure II-4. Jusqu'à la valeur B_{ext}^{crit}, B_{ecr} est nul. Elle augmente ensuite progressivement et se rapproche de la valeur B_{ext} en raison de la diminution du courant critique.

II-2 - Effet d'avalanche

La description de la pénétration de l'induction faite au paragraphe précédent est trop schématique ; elle ne tient pas compte en particulier des échanges thermiques. Au déplacement des vortex correspond localement une transition de l'état supraconducteur à l'état normal, lorsque la densité de courant atteint la valeur critique j_c. Ce phénomène provoque un échauffement par effet Joule. Si le refroidissement est insuffisant, l'échauffement se propage aux régions voisines qui transitent à leur tour en raison de l'abaissement du courant critique. Par effet d'avalanche, l'ensemble de l'écran peut ainsi transiter vers l'état normal, permettant à l'induction de pénétrer jusqu'au centre dès le premier saut de flux. La pénétration de l'induction lorsque B_{ext} augmente se produit alors par sauts successifs comme indiqué sur la figure II-4.

Un tel effet est souvent observé dans les dispositifs réels constitués d'un écran massif dont le coeur n'est pas en contact direct avec le bain d'hélium. La prise en compte de ce phénomène est essentielle dans la conception d'un écran de champ magnétique

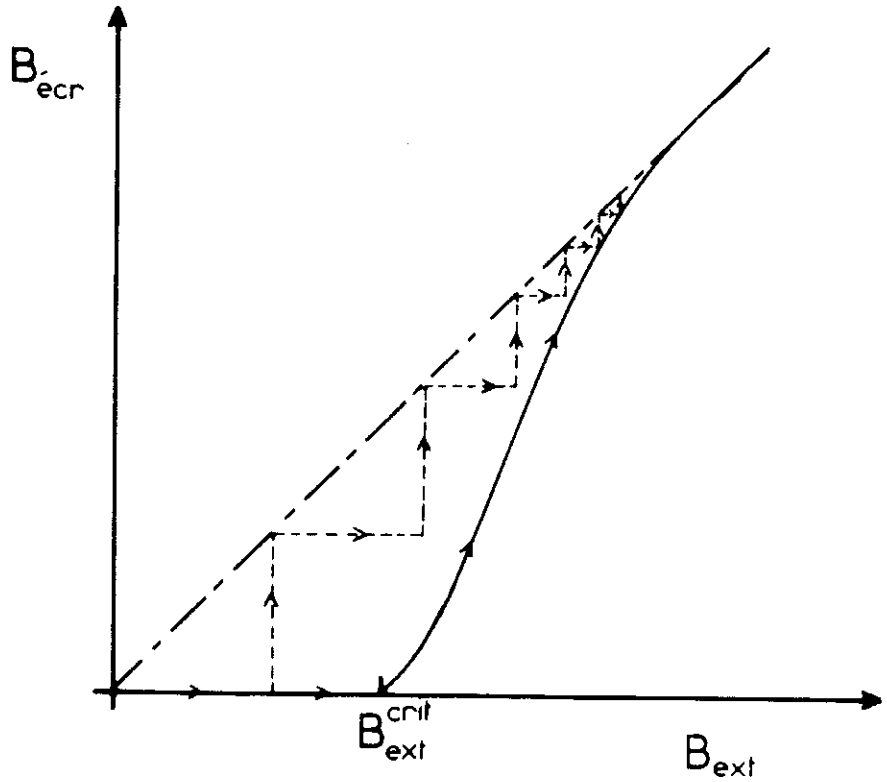


Figure II-4 : Evolution de l'induction $B_{écr}$ à l'intérieur de l'écran en fonction de l'induction à l'extérieur B_{ext}, dans le cas optimum (—) et dans le cas où l'effet d'avalanche se produit (---).

III - REALISATION DE L'ECRAN SUPRACONDUCTEUR

III-1 - Définition de l'écran

Différentes solutions ont été proposées pour la réalisation d'écrans de champs magnétiques. En particulier, Corsan [COR 64] et Goldsmid et Corsan [GOL 64] ont réalisé des tubes de Nb_3Sn frittés de faibles densités. L'augmentation de la porosité permet à l'hélium de baigner l'ensemble du matériau. La chaleur spécifique de l'hélium étant à 4,2 K d'un ordre de grandeur supérieure à celle de Nb_3Sn, l'échauffement de l'écran est considérablement réduit. Ces auteurs ont montré que sur de tels échantillons aucun saut de flux ne survenait jusqu'à des différences de 5 T entre les inductions à l'intérieur et à l'extérieur de l'écran.

Firth et al [FIR 70] ont développé un système différent. L'écran est composé de fines feuilles (1/10 mm) de Nb-Ti séparés par une feuille d'aluminium ultra-pur (1/10 mm) et du grillage en laiton (1/10 mm) (figure III-1).

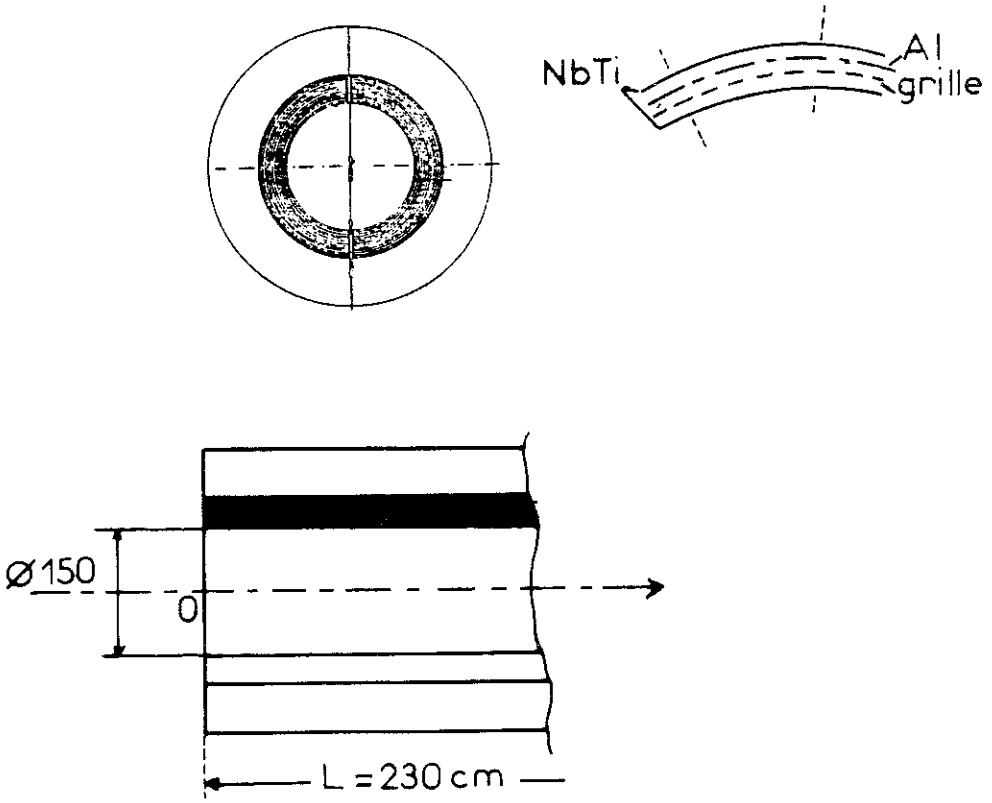


Figure III-1 : Schéma de l'écran de champ magnétique utilisé par Firth et al [FIR 70].

Le grillage en laiton assure l'écoulement de l'hélium sur toute la surface des feuilles, permettant ainsi un très bon refroidissement du système. L'aluminium a pour but de limiter les sauts de flux dans le supraconducteur ; en effet, quand un saut de flux survient, il induit des courants dans l'aluminium plus conducteur que le matériau devenu normal ; la variation d'énergie magnétique apparue lors du saut, est dissipée par effet Joule dans l'aluminium. Ce système a été utilisé pour isoler les particules de faible énergie des fortes inductions magnétiques, lors de leur introduction dans les chambres à bulles. Il s'est révélé efficace jusqu'à 2 T (figure III-2). Dans une étude ultérieure, ces auteurs ont adapté le système décrit ci-dessus pour des champs longitudinaux. L'écran, formé de disques de supraconducteur, d'aluminium et de grillage en laiton, a été utilisé pour le piégeage de champ magnétique.

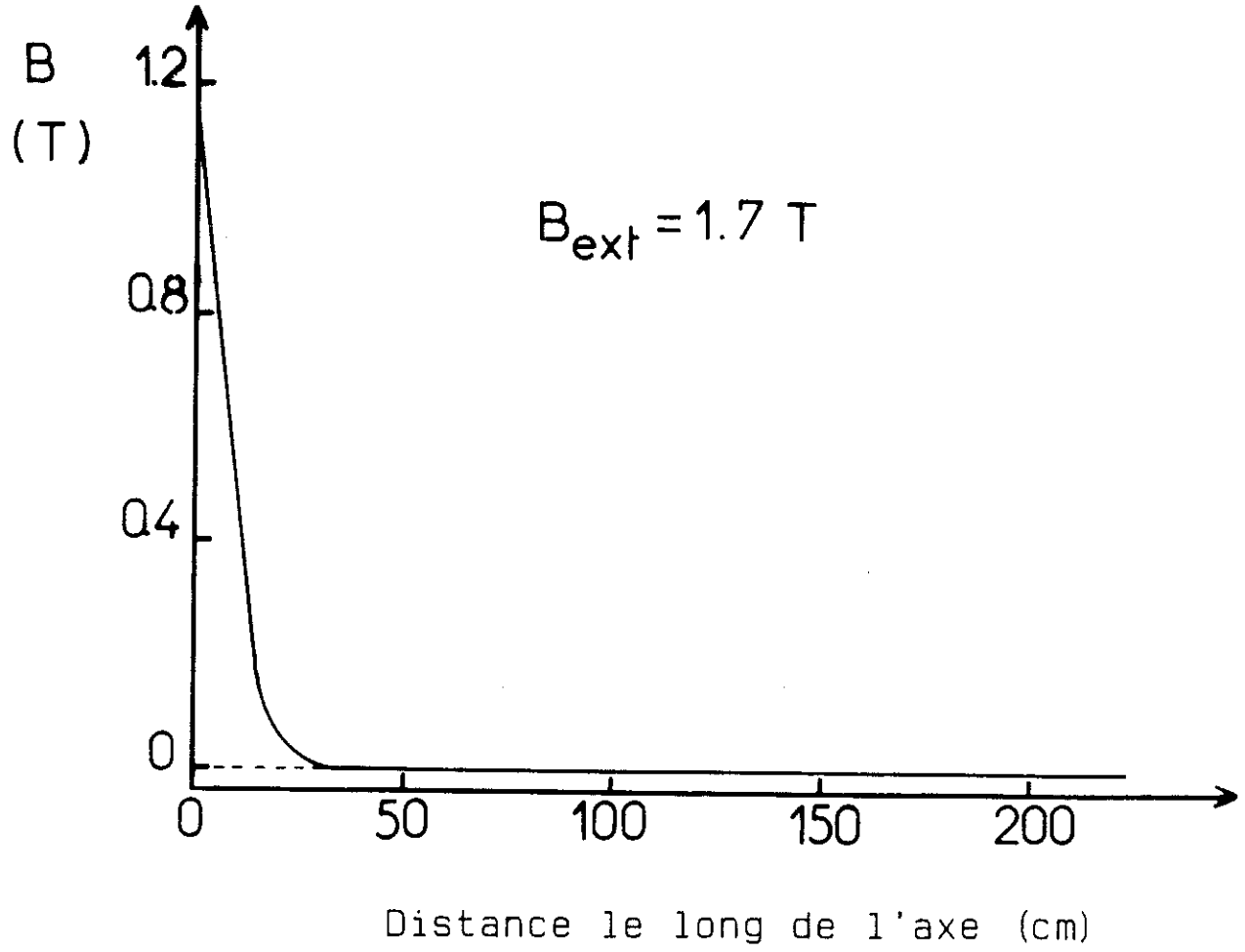


Figure III.2 : Evolution de l'induction le long de l'axe, à l'intérieur de l'écran utilisé par Firth et al.

III-2 - Ecran utilisé pour notre installation

Mettant à profit les travaux de Firth et al, nous avons utilisé des disques (1/10 mm) de Nb-Ti séparés par des disques de Cu-Be (0.5/10 mm) rainurés de manière à faire apparaître des petits canaux nécessaires à l'écoulement de l'hélium (figure III-3). Cette modification permet, tout en gardant un matériau bon conducteur entre deux feuilles de Nb-Ti, de réduire l'inductance de l'écran, paramètre essentiel dans l'obtention d'un temps de transition le plus court possible (cf. paragraphe VI).

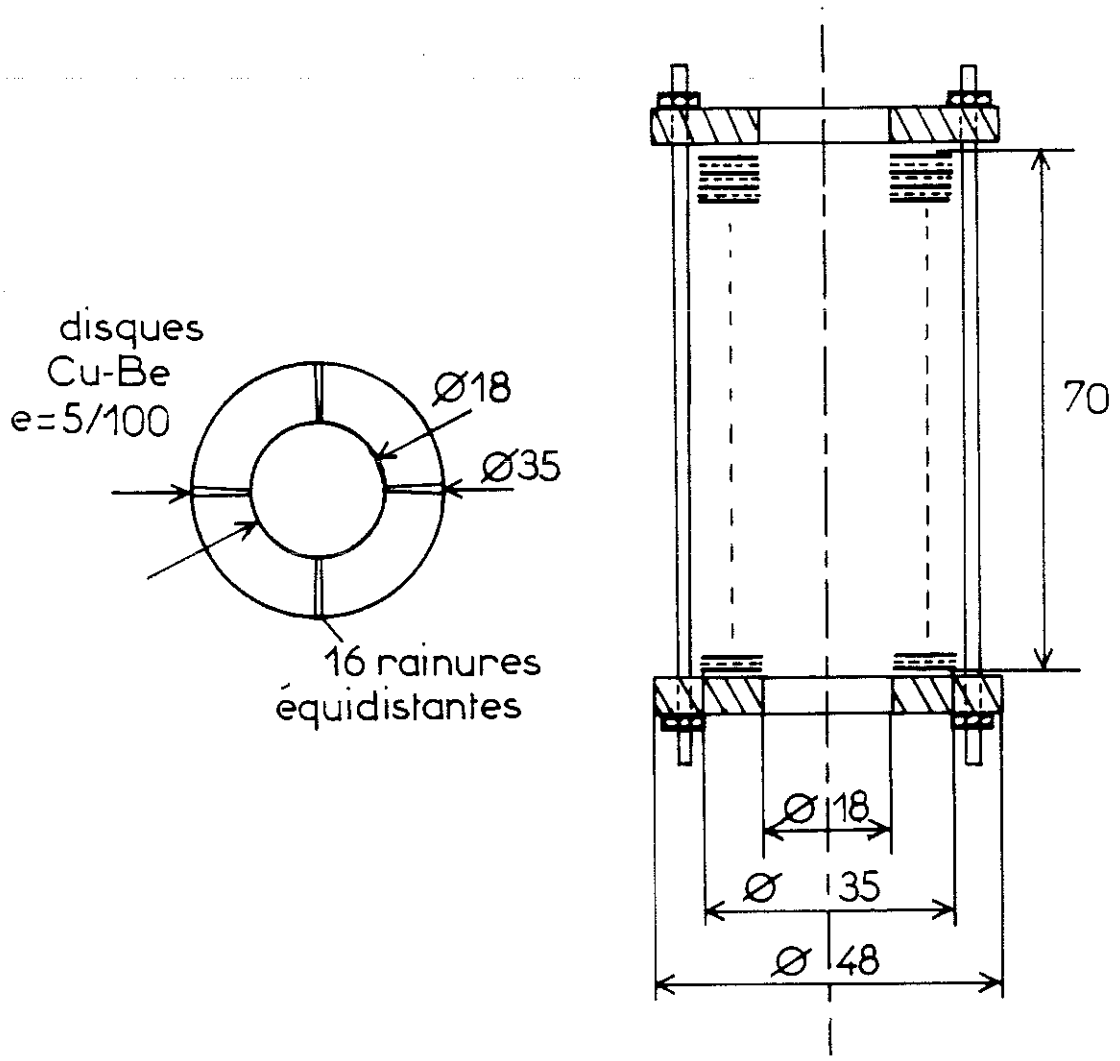


Figure III-3 : Schéma de l'écran conçu pour cette étude.

IV - TESTS DES PROPRIETES D'ECRAN

Dans ce paragraphe, la description de l'appareillage reste schématique ; les détails techniques relatifs aux différents éléments de l'installation sont donnés plus loin.

L'écran a été placé dans une bobine supraconductrice. Une sonde à effet Hall a été fixée à l'intérieur de l'écran, une autre à l'extérieur, entre la bobine et l'écran (figure IV-1). La mesure du champ appliqué donnée par cette dernière sonde diffère de celle déduite de l'intensité circulant dans la bobine ; en effet, la conservation du flux magnétique impose à celui-ci d'être plus concentré entre l'écran et la bobine. La propriété d'écran de ce dispositif est représentée par la différence entre l'induction initiale (valeur nulle ou égale à celle de l'induction à l'intérieur de l'écran après une transition précédente) et l'induction après une transition.

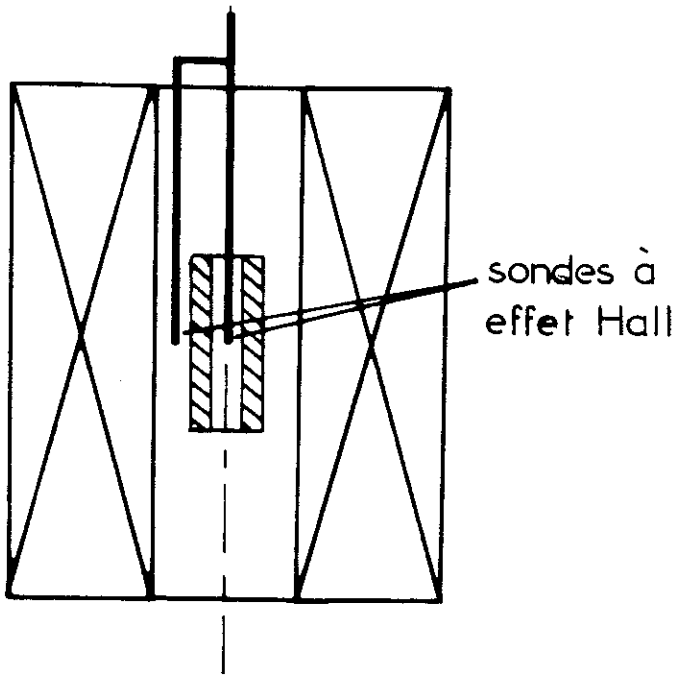


Figure IV-1 : Schéma du dispositif de test des propriétés de l'écran supraconducteur.

Nous avons étudié les propriétés de cet écran dans une induction extérieure augmentant à la vitesse de 0,1 T/mn. La variation de l'induction $B_{écr}$ en fonction de B_{ext} est représentée sur la figure IV-2. La pénétration par sauts successifs indique que l'écran n'est jamais utilisé au maximum de ses possibilités, l'effet d'avalanche déjà décrit intervenant toujours. En champs faibles, la différence maximale de l'induction entre l'intérieur et l'extérieur de l'écran est de l'ordre de 0.5 T. Elle atteint 1.2 T lorsque l'induction extérieure vaut 3 T. Cette amélioration des propriétés d'écran résulte de la décroissance du courant critique lorsque le champ augmente ; ainsi lors d'un saut de flux, l'échauffement du matériau est moindre, limitant le risque d'avalanche.

Des tests analogues ont été effectués pour des vitesses de montée de l'induction différentes. Aux vitesses inférieures à 0.1 T/mn, les propriétés d'écran sont invariantes ; les phénomènes d'avalanche sont uniquement déterminés par les propriétés du matériau et la structure de l'écran. A partir de 0.2 T/mn, la réduction de ces propriétés indique qu'en raison d'un refroidissement insuffisant, le temps de retour à l'équilibre du système après un saut de flux, est plus long que le temps séparant deux sauts de flux.

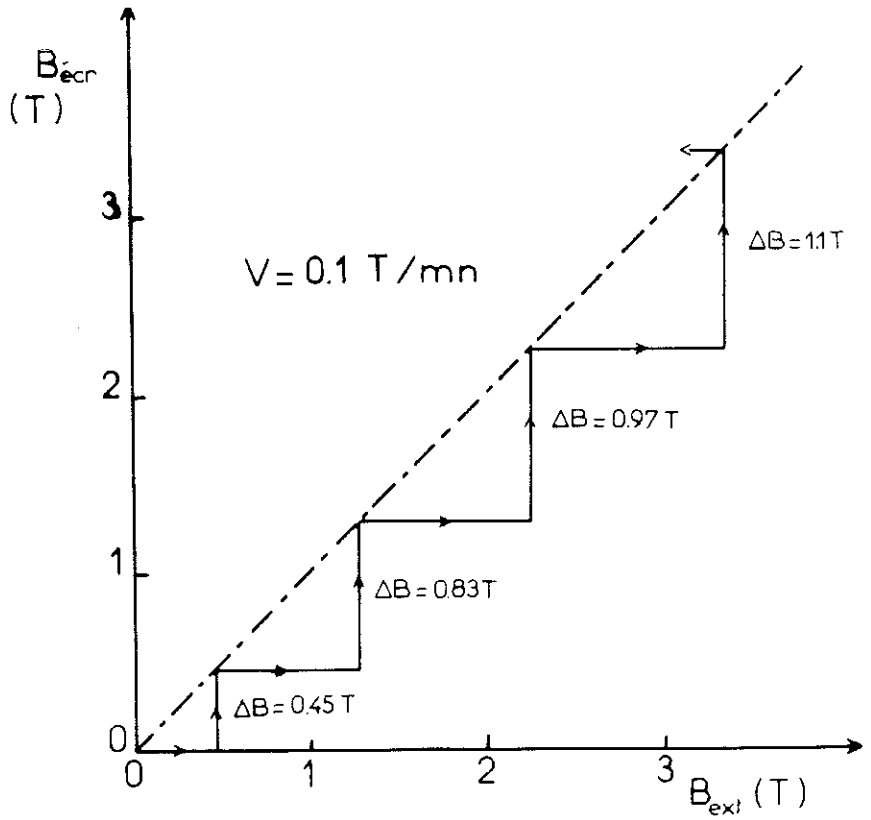


Figure IV-2 : Evolution de l'induction à l'intérieur de l'écran en fonction de l'induction à l'extérieur, pour différentes vitesses d'application de celui-ci.

V - TRANSITION DE L'ECRAN

Jusqu'à présent, nous n'avons évoqué que des transitions spontanées du système pour lesquelles l'utilisateur n'est pas maître du moment et du champ auquel l'écran transite. Le problème est maintenant de provoquer cette transition, et d'une manière telle, que toute l'induction pénètre rapidement à l'intérieur de l'écran. Par chauffage, les temps de transition sont typiquement de l'ordre de la milliseconde. Afin d'obtenir des temps plus courts, nous avons choisi d'imposer au supraconducteur une excitation haute-fréquence en superposant au champ appliqué à l'écran un champ rapidement variable. Pour ce faire une capacité de 0,47 μF, chargée sous 1000 V, est branchée en court-circuit sur un tube en inox placé contre la surface intérieure de l'écran (figure V-1). La résistance du circuit ainsi constitué vaut environ 0,5 Ω, le temps de décharge calculé de la capacité est de l'ordre de 2,5 μ_s et le courant crête parcourant le cylindre vaut à peu près 5000 A. L'induction correspondante sur un rayon de 25 mm par rapport au centre de l'écran est égal au maximum à 0.02 T. La vitesse de variation de cette induction est de 1200 T/mn, très supérieure aux valeurs que peut supporter l'écran qui transite de façon quasi instantanée. L'induction pénètre alors dans la cavité ; les gorges longitudinales présentes sur le tube empêchent les courants de Foucault de se développer et de freiner ainsi sa pénétration.

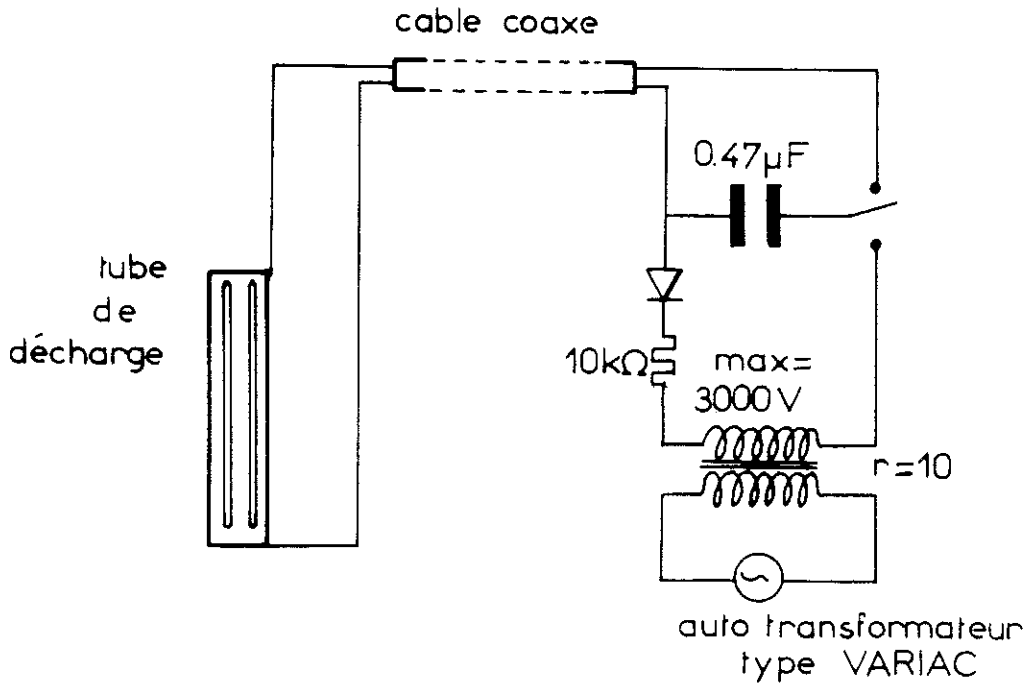


Figure V-1 : Schéma du dispositif utilisé pour la transition provoquée de l'écran de champ magnétique.

VI - TEMPS DE TRANSITION

Pour visualiser la transition de l'écran et la pénétration de l'induction, nous avons placé une bobine de fil de cuivre d'une vingtaine de tours à l'intérieur de l'écran. Le signal induit dans le bobinage est envoyé par l'intermédiaire de fils torsadés blindés et de câbles coaxes, sur un oscilloscope à mémoire dont le déclenchement est automatique au-delà d'un certain seuil de niveau de signal. Dans ces conditions, nous avons mesuré le signal relatif à la décharge seule de la capacité dans le tube, et ceux caractérisant des transitions provoquées et spontanées de l'écran. Les photographies du signal obtenu à l'oscilloscope sont présentées sur la figure (VI-1) et les conditions expérimentales dans lesquelles ont été faites ces mesures sont données dans le tableau (VI-1). La décharge de la capacité est très brève (figure VI-2) et après 4 μs, sa contribution au signal est noyée dans le bruit de fond ; ce résultat indique que cette décharge ne perturbera pas la mesure de l'aimantation de l'échantillon. Par ailleurs, la pénétration de l'induction à l'intérieur de l'écran est très légèrement plus rapide dans le cas où la transition est provoquée par la décharge de la capacité, de l'ordre de 0,8 à 1 ms.

Les temps de transition observés peuvent s'expliquer de la manière suivante. La pénétration de l'induction et la transition de ce supraconducteur correspondent à l'amortissement d'un courant électrique dans une bobine de Nb-Ti dont la conductivité est désormais de type métallique. Le temps d'amortissement est donc égal au rapport L/R de l'inductance à la résistance de la bobine. Pour un conducteur non magnétique cylindrique tel que décrit par le schéma (III-3), l'inductance est donnée par [ELE 77] :

$$L = \frac{\mu_0 \chi_1}{2\pi} \left(\ln \frac{2\chi_1}{r_2} - 1 + \Delta\xi\right) \qquad \text{(VI.1)}$$

où $\Delta\xi$ est un coefficient qui dépend du rapport r_1/r_2.

Pour χ_1 = 7 cm, r_1 = 9 mm, r_2 = 17.5 mm, $\Delta\xi$ vaut 0,164 et l'on en déduit $L = 1{,}8\ 10^{-8}$ H.

En première approximation, la résistance d'un tel barreau est donnée par :

$$R = \rho \frac{\pi}{\chi_1} \frac{(r_2 + r_1)}{(r_2 - r_1)} \qquad \text{(VI.2)}$$

Soit dans le cas particulier envisagé ci-dessus :

$$R \sim 200\ \rho \qquad \text{(VI.3)}$$

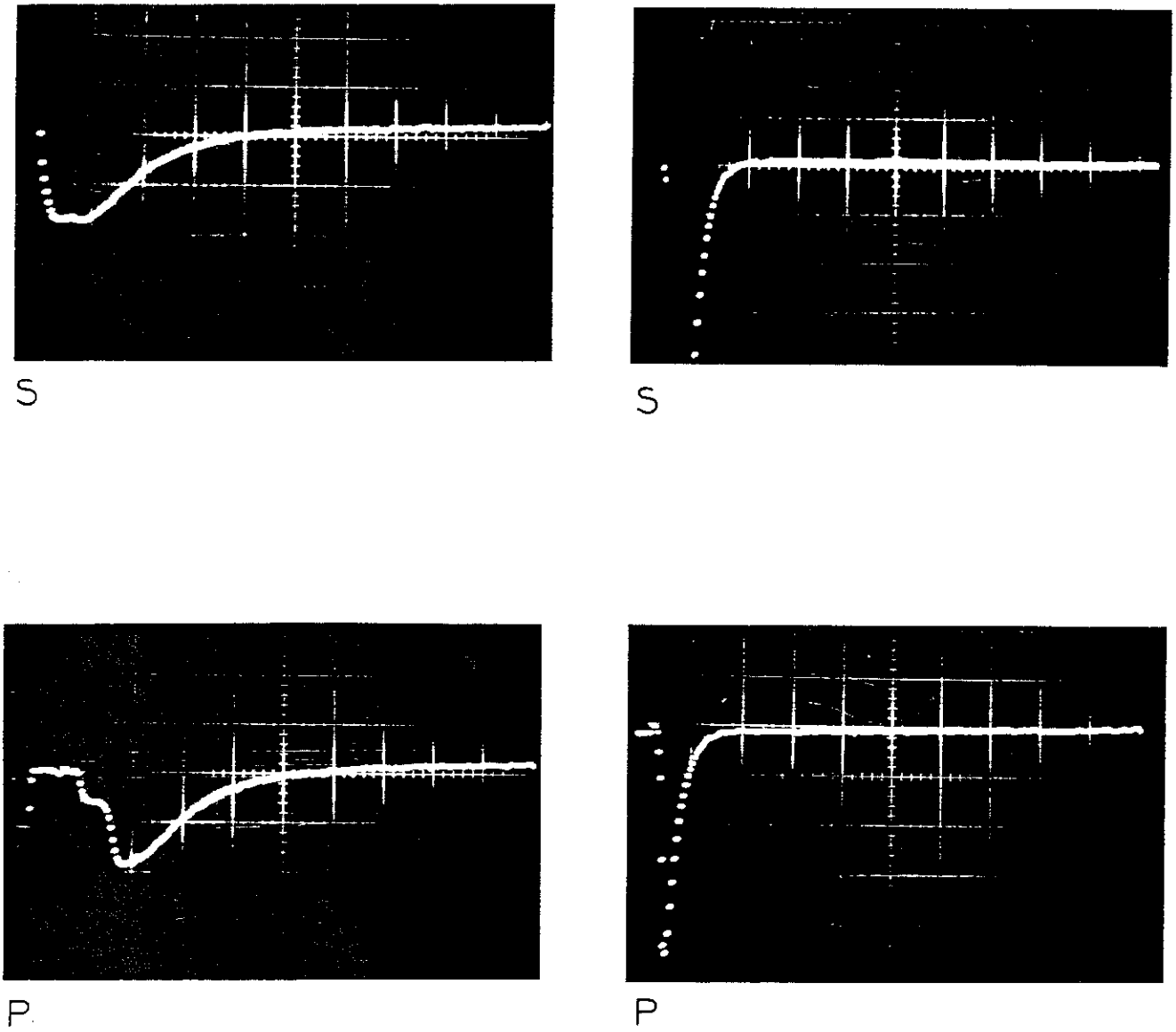


Figure VI-1 : Transitions spontanées et provoquées de l'écran.

n° photo.	1	2	3	4
nature * transition	S	S	P	P
charge capacité	—	—	1000 V	1000 V
échelle horiz.	1 ms/div	0.2 ms/div	1 ms/div	0.2 ms/div
échelle vert.	40 mV/div	1 V/div	0.4 V/div	1 V/div

*: s= spontanée p= provoquée

Tableau VI-1 : Conditions expérimentales des transitions de l'écran présentées sur les photographies de la figure VI-1.

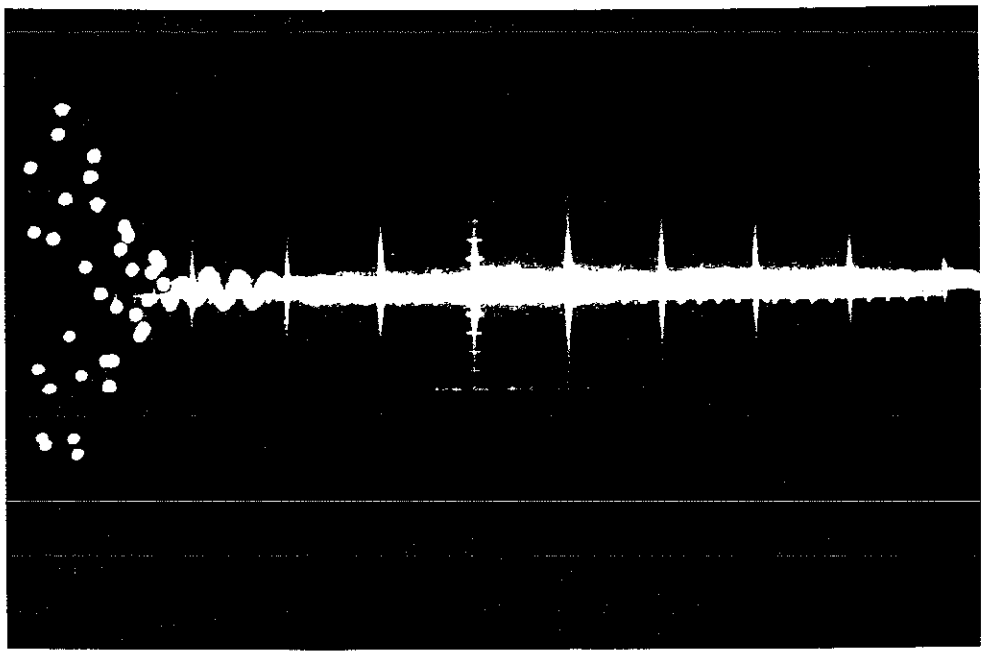


Figure VI-2 : Décharge du circuit R-C utilisé pour la transition de l'écran. (X: 1 μs/div, Y: 10 V/div).

On obtient pour le temps caractéristique :

$$\tau = L/R \sim 10^{-10}/\rho \qquad \text{(VI.4)}$$

La résistivité du Nb-Ti à basse température, dans l'état normal, est de quelques 10^{-8} Ω.m ; la valeur de τ alors déduite de la relation (VI.4) est environ 1 ms, en bon accord avec l'expérience.

D'après cette relation, il apparait difficile d'obtenir un temps de pénétration de l'induction de l'ordre de la microseconde avec des matériaux ayant des résistivités dont la valeur est typique, à basse température, de celle des métaux (10^{-7} à 10^{-10} Ω.m). Dans le but d'obtenir des temps de relaxation aussi courts, il faudrait s'orienter vers des matériaux supraconducteurs dont la résistivité est grande dans l'état normal. C'est le cas des phases de Chevrel tel le composé $PbMo_6S_8$ dont la résistivité est de l'ordre de quelques 10^{-5} Ω.m.

VII - DESCRIPTION DE L'APPAREILLAGE

VII-1 - Le cryostat

Le cryostat que nous avons utilisé a été fourni par la filiale de l'Air Liquide, SMC-TBT. Il est en aluminium avec col en fibre de verre et fonctionne sans azote liquide. Ses dimensions sont indiquées sur le schéma (VII-1).

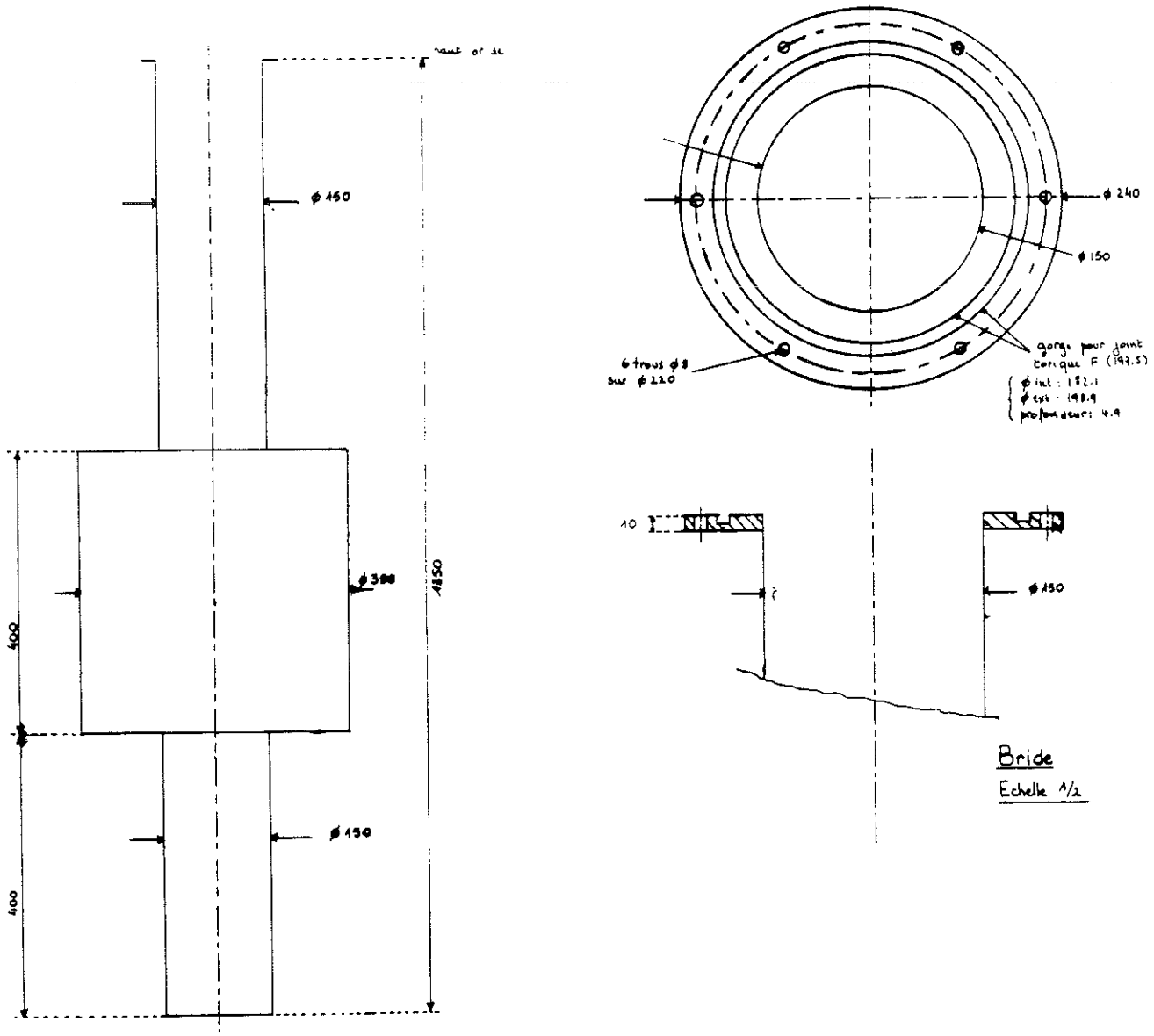


Figure VII-1 : Schéma du cryostat SMC-TBT.

VII-2 - Production du champ magnétique

La bobine (figure VII-2) que nous avons utilisée pour la production du champ magnétique est celle construite par Deportes et Rebouillat en 1971 [DEP 71]. Elle est bobinée avec du fil de Nb-Ti de 37/100 mm d'épaisseur, cuivré sur 11/100 mm d'épaisseur, lui-même recouvert de 2/100 mm d'isolant. Cette bobine permet d'obtenir un champ de 5,5 MA/m pour une intensité de 66 A.

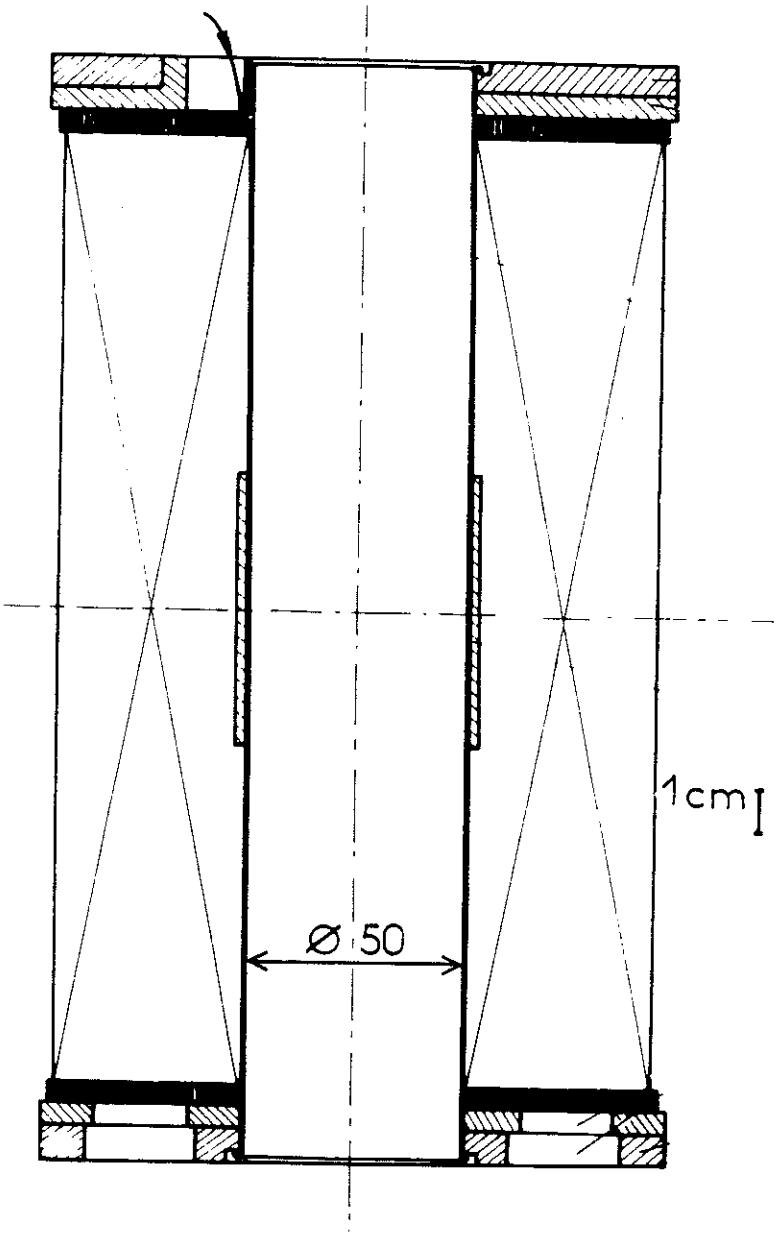


Figure VII-2 : Schéma de la bobine supraconductrice utilisée pour la création du champ extérieur à l'écran.

L'homogénéité du champ est présentée sur la figure (VII-3) pour diverses intensités.

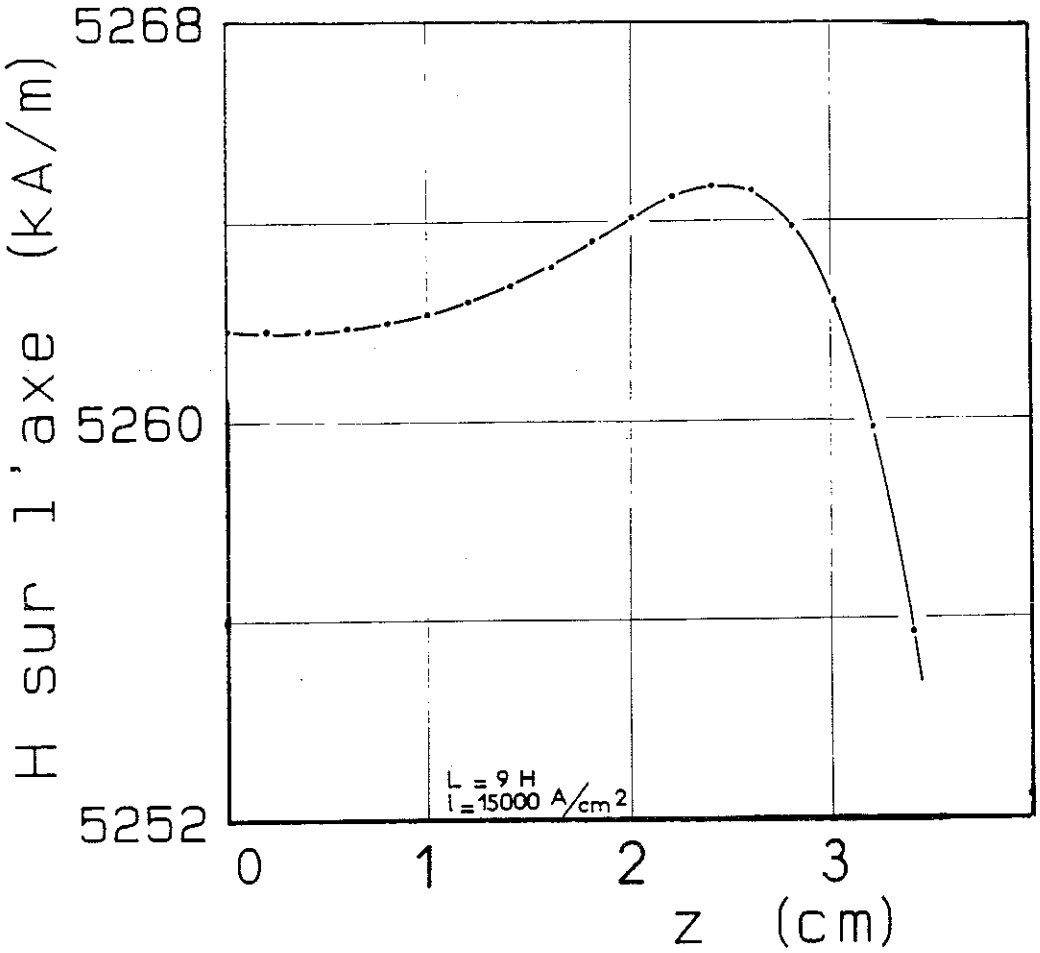


Figure VII-3 : Homogénéité du champ magnétique créé par la bobine supraconductrice utilisée.

L'alimentation en courant de cette bobine supraconductrice est de la marque A.T.N. Electronique, pouvant fournir jusqu'à 150 A. Le pilotage de cette alimentation peut s'effectuer de manière soit interne soit externe. En interne, on fixe une valeur de la tension aux bornes du circuit purement inductif que constitue la bobine ; cette tension e détermine la vitesse de montée du courant à travers la relation $e = L \frac{di}{dt}$. Ainsi, le courant augmente jusqu'à une valeur choisie au préalable. En pilotage externe, on impose une tension continue à l'alimentation dont la valeur détermine un palier d'intensité et la variation, la vitesse de montée du champ.

Nous avons opté pour la deuxième solution. Ainsi, les réglages du palier et de la vitesse de montée sont ajustables de manière plus fine ; il suffit pour cela de contrôler la tension injectée dans l'alimentation. En utilisant une des sorties numérique/analogique 12 bits d'une carte multifonctions insérée dans un microordinateur de type IBM PC, le résultat est entièrement satisfaisant.

VII-3 - Mesure du champ magnétique

On peut avoir accès à la valeur du champ magnétique produit, par la connaissance de l'intensité circulant dans le bobinage. A cet effet, nous avons placé un shunt(100 A - 0.01 V) dont la tension est lue par un voltmètre de résolution 10 μV. Toutefois, la présence de l'écran dans la bobine perturbe la répartition des lignes d'induction et la valeur de celle-ci ne peut donc pas être directement déduite de la valeur de l'intensité. Nous avons donc placé une sonde à effet Hall à l'intérieur et à l'extérieur de l'écran. Ces sondes dont la caractéristique $B = f(v_{Hall})$ est donnée sur la figure (VII-4) sont de type Bell FH520. Elles ont été étalonnées avec la mesure d'aimantation du laboratoire et la même caractéristique a été obtenue de 4.2 K à 300 K.

VII-4 - Anticryostat

Pour pouvoir effectuer des mesures entre 4.2 K et 300 K, nous avons prévu l'installation d'un anticryostat. Celui-ci est dans son principe similaire à ceux utilisés sur les mesures d'aimantation du laboratoire dans le paragraphe II-2 de la partie A. Toutefois, les tubes en inox concentriques ont été remplacés par deux tubes en fibre de verre (8 x 10 et 14 x 16), l'emploi de pièces en métal étant prohibé dans la zone où le champ varie brutalement. Le point délicat dans la réalisation de cet anticryostat est la jonction entre le tube interne en fibre de verre et le cylindre en cuivre faisant office de four. La solution nous a été donnée par M. Pilon du CRTBT ; il faut éfiler le tube en cuivre de manière conique (cf. schéma VII-5) et l'emmancher sur la partie en fibre de verre, la cohésion étant assurée par de la résine époxy.

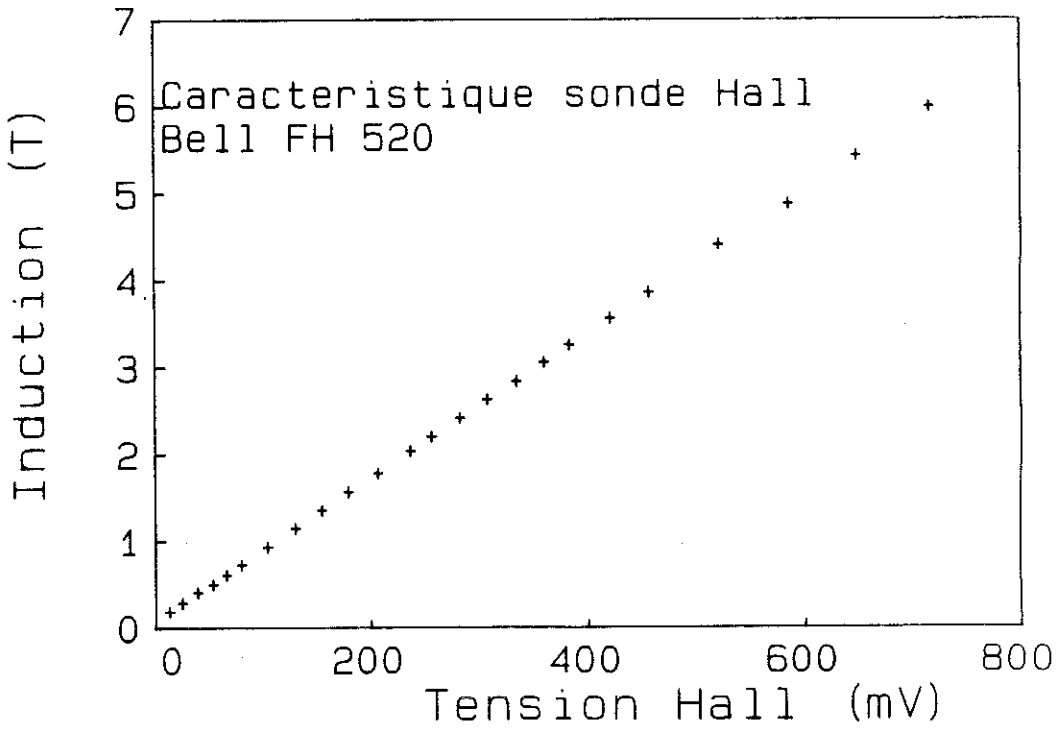


Figure VII-4 : Caractéristiques de la sonde à effet Hall Bell FH520.

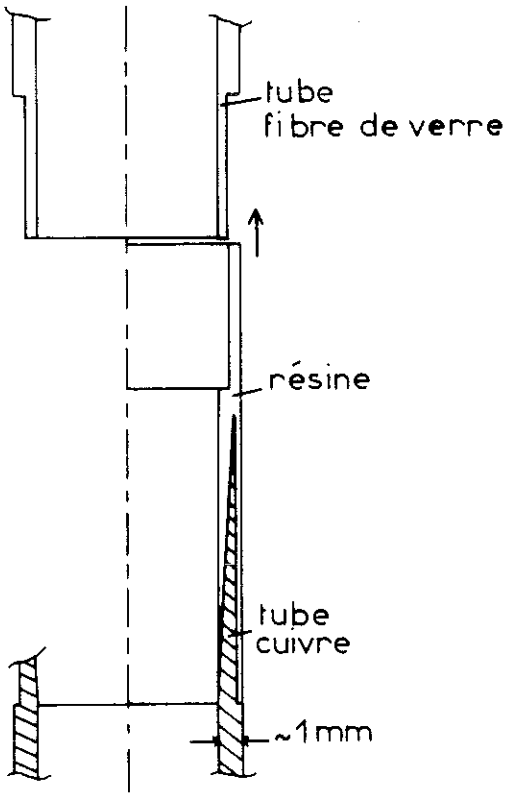


Figure VII-5 : Schéma de montage de la partie inférieure de l'anticryostat.

VII-5 - Mesure de l'aimantation

La mesure de l'aimantation de l'échantillon, telle que nous l'avons prévue, n'est par une mesure absolue, mais relative. Nous mesurons la tension induite dans un bobinage par la variation de l'aimantation.

Les dimensions de l'échantillon sont déterminées par l'espace disponible pour ce qui est de la longueur et de la largeur et par la profondeur de pénétration du champ magnétique pour ce qui est de l'épaisseur. Celle-ci est déterminée par la relation :

$$\delta = \frac{1}{\sqrt{\pi\mu\sigma f}} \qquad \text{(VII.1)}$$

où μ est la perméabilité du matériau, mesurée comme étant la pente maximum de la courbe B de H ; σ est la conductivité du matériau et f la fréquence.
Dans le cas d'un aimant Nd-Fe-B fritté, $\sigma = 1{,}8\ 10^6$ Siemens, et $\mu_r = 15$. Pour $f = 10^6$ Hz, on obtient $\delta = 0{,}1$ mm. L'épaisseur de l'échantillon peut donc être de 0,2 mm. Pour les deux autres dimensions, le diamètre intérieur de l'anticryostat étant de 8 mm, nous les avons fixées égales à 5 mm.

La mesure de la variation de l'aimantation d'un tel échantillon se fait (figure VII-6) par un système de 4 bobinages extra-plats autocompensés. Ces bobinages sont réalisés par dépôt de cuivre sur un substrat (verre, capton) selon le schéma VII-7. Leur géométrie et leur positionnement par rapport à l'échantillon ont été optimisés avec le programme de calcul tridimensionnel mis au point par J. Chavanne. Ces calculs qui donnent la valeur du champ en tout point de l'espace sont illustrés par la figure VII-8. Ce système présente l'avantage d'être disposé de telle façon que le champ magnétique n'est pas "vu" par les bobines, limitant ainsi le bruit dans les mesures. Le signal induit dans ces bobinages est amené par câbles torsadés blindés jusqu'au microordinateur ; il est acquis par un convertisseur ultra-rapide. Les données sont ensuite stockées dans une mémoire qui est lue par l'ordinateur. La mesure de la variation du champ magnétique à l'intérieur de l'écran se fait comme décrit au paragraphe II pour la mesure du temps de transition de l'écran. Le signal induit dans le bobinage subit ensuite le même traitement numérique que celui de l'aimantation.

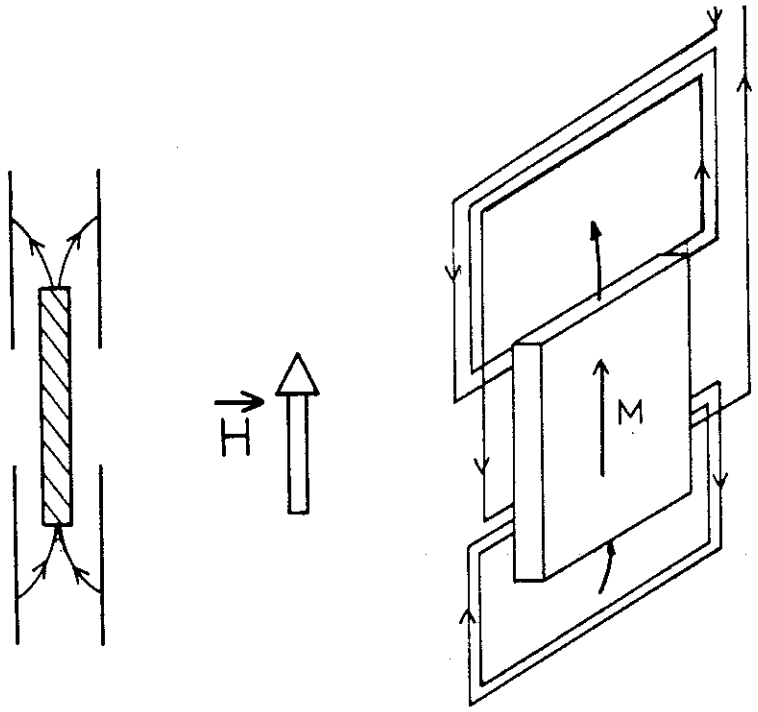


Figure VII-6 : Schéma de principe des bobinages de mesure de l'aimantation.

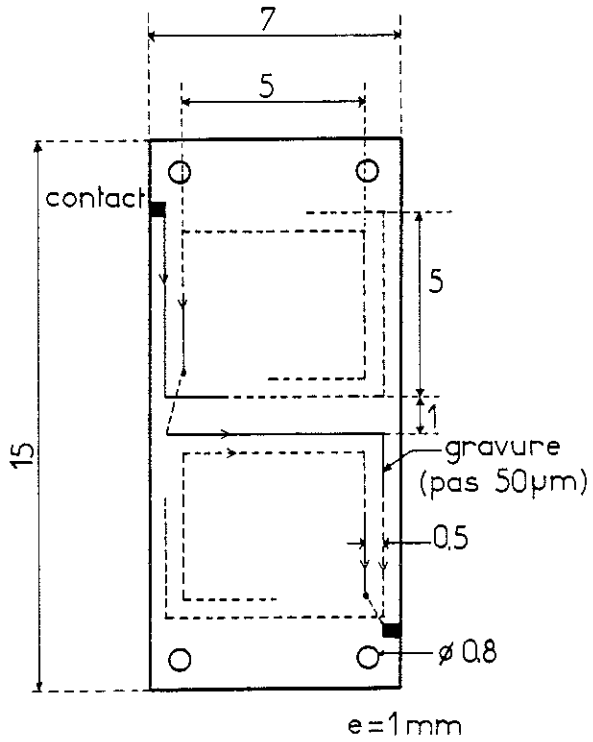


Figure VII-7 : Schéma d'une bobine de mesure de l'aimantation.

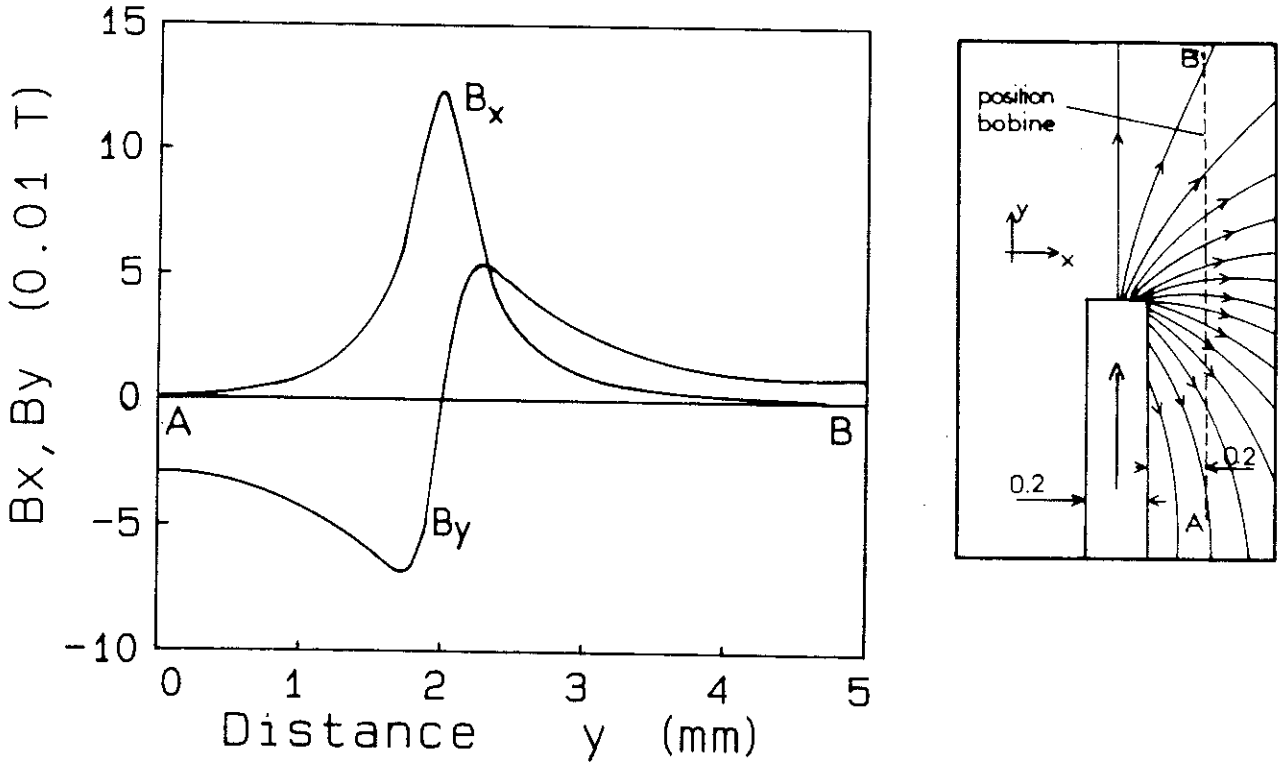


Figure VII-8 : Répartition des lignes de champ créé par l'échantillon et positionnement des bobinages de mesure.

VIII - PERSPECTIVES ET CONCLUSIONS

Pendant les deux dernières années, la conception de cette installation a été menée à bien, ainsi que la partie centrale de la réalisation. Nous pensons, à la lumière des expériences préliminaires que nous avons faites, et vu la compréhension que nous pouvons avoir des phénomènes mis en jeu lors de la transition, que l'obtention des buts fixés est possible à court terme.

L'écran de Nb-Ti utilisé jusqu'à présent transite en un temps de l'ordre de 1 ms. La vitesse associée de variation du champ est donc de 800 MA/m.s (10^4 kOe/s). Dans ces conditions en accord avec la discussion du paragraphe IV-4-3 de la première partie, les seuls grains soumis au traînage pendant la période de variation du champ sont ceux dont le temps de relaxation est inférieur à 0,1 μs. Avec un écran réalisé en phase de Chevrel, il devrait être possible d'éliminer les effets de l'activation thermique jusqu'à des temps de relaxation de l'ordre de la nanoseconde.

L'intérêt de ce type d'appareillage ne se limite pas à l'étude du traînage dans les aimants permanents. De façon plus générale, il devrait permettre d'aborder l'étude des phénomènes transitoires dans les transitions magnétiques (antiferro-ferro / para-ferro du 1er ordre,...).

CONCLUSION

Les propriétés magnétiques et les observations microstructurales montrent que dans les aimants Nd-Fe-B MAGNEQUENCH, la coercitivité résulte du piégeage des parois sur les zones intergranulaires dont l'épaisseur est précisément de l'ordre de grandeur de l'épaisseur des parois dans la phase $Nd_2Fe_{14}B$. La susceptibilité irréversible révèle l'importance des phénomènes collectifs lors du processus de retournement d'aimantation ; ceux-ci sont particulièrement évidents dans les aimants isotropes MQI et MQII. La variation angulaire du champ coercitif dans les aimants MQIII correspond à une loi en $1/\cos\theta$ signifiant que seule la projection du champ le long de l'aimantation intervient. Ce comportement indique que le champ d'anisotropie dans le volume d'activation est d'un ordre de grandeur supérieur au champ coercitif, donc proche du champ d'anisotropie de la phase $Nd_2Fe_{14}B$. Conformément à ceci, le volume d'activation déterminé expérimentalement est toujours bien supérieur au cube de la largeur des joints de grains, représentant le volume des défauts à l'origine du piégeage.

La barrière d'énergie franchie lors du retournement d'aimantation a été évaluée à partir d'un calcul de l'énergie de paroi avant et après formation du volume d'activation. Une analyse quantitative de la variation thermique du champ coercitif en a été déduite. Il apparaît en particulier que les interactions magnétostatiques locales renforcent le piégeage des parois dans les aimants MQI et MQII, alors qu'elles aident à leur dépiégeage dans les aimants MQIII.

Alors que les propriétés magnétiques des aimants Nd-Fe-B, frittés d'une part, MAGNEQUENCH d'autre part, apparaissent très différentes au premier abord, l'analyse développée dans notre travail révèle de profondes similitudes. En particulier, le volume d'activation dans lequel est initié le retournement d'aimantation a, à toutes températures, des valeurs très proches dans ces deux systèmes. Cette propriété indique que, même si la coercitivité est déterminée par des phénomènes différents dans ces deux catégories d'aimants (nucléation dans les aimants frittés ? Piégeage dans les aimants MQ ?), les mécanismes de retournement d'aimantation sont profondément similaires.

REFERENCES

BAR 54 J.C. Barbier
Ann. Phys. Paris 9 (1954) 84.

BAR 73 B. Barbara
J. de Phys., 34 (1973) 1039.

BEL 87 E. Belorizki, M.A. Fremy, J.P. Gavigan, D. Givord, H.S. Li
J. Appl. Phys. 61 (1987) 3971.

BRO 45 W.F. Brown
Rev. Mod. Phys. 17 (1945) 15.

BUL 64 L.N. Bulaevskii et L. Ginzburg
Sov. Phys. JETP, 18-2 (1964) 530.

BUS 69 K.H.J. Buschow, P.A. Naastepad, F.F. Westendorp
J. Appl. Phys. 47 (1969) 4029.

CAD 88a J.M. Cadogan, D.H. Ryan et J.M.D. Coey
Mat. Sci. Eng., 99 (1988) 143.

CAD 88b J.M. Cadogan, J.P. Gavigan, D. Givord et H.S. Li
J. Phys. F : Met. Phys. 18 (1988) 779.

CHI 64 S. Chikazumi
Physics of Magnetism
John Wiley & Sons, Inc. 1964.

COR 64 J.M. Corsan
Phys. Lett. 12 (1964) 85.

COR 88 W.D. Corner et M.J. Hawton
J. Magn. Magn. Mat., 72 (1988) 59.

CRO 80 J.J. Croat
Appl. Phys. Lett. 37 (1980) 1096.

CRO 82a J.J. Croat et F.J. Herbst
J. Appl. Phys. 53 (1982) 2294.

CRO 82b J.J. Croat
J. Appl. Phys. 53 (1982) 3161.

CRO 82c J.J. Croat et F.J. Herbst
J. Appl. Phys. 53 (1982) 2404.

CRO 84a J.J. Croat
Brevet General Motors Corporation
Numéro de publication 108 474 (1984).

CRO 84b J.J. Croat, J.F. Herbst, R.W. Lee et F.E. Pinkerton
Appl. Phys. Lett., 44 (1984) 148.

CRO 84c J.J. Croat, J.F. Herbst, R.W. Lee et F.E. Pinkerton
J. Appl. Phys., 55 (1984) 2078.

CUR 71 R.A. Mc Currie et G.P. Carswell
Phil. Mag. 23 (1971) 333.

DEP 71 J. Deportes
Thèse de 3ème cycle 1971
Université de Grenoble.

DUR 86 K.D. Durst et H. Kronmuller
J. Magn. Magn. Mat., 59 (1986) 86.

ELE 77 Electronic Designer's Hetbook 2nd Edition
edited by L.J. Giacoletto
Mc Graw-Hill Book Company.

FIR 70 M. Firth, L. Krempasky et F. Schmeissner
Int. Conf. on Magnet Technol. Hamburg 1970.

FIR 73 M. Firth, E.U. Haebel, L. Krempasky et F. Schmeissner
Int. Conf. on Instr. for High Energy Phys. May 1973.

GER 83 R. Gersdorf, F.R. de Boer, J.C. Wolfrat, F.A. Muller et L.W. Roelet
High Field Magnetism M. Date (editor)
North-Holland Publishing Company, 1983.

GIV 74 D. Givord et R. Lemaire
I.E.E.E. Trans. Mag., MAG-10 (2) (1974) 109.

GIV 84a D. Givord, H.S. Li, J.M. Moreau
Sol. Stat. Commun. 50(6) (1984) 497.

GIV 84b D. Givord, H.S. Li, R. Perrier de la Bâthie
Sol. Stat. Commun. 51 (1984) 857.

GIV 85 D. Givord, H.S. Li et F. Tasset
J. Appl. Phys., 57(1) (1985) 4100.

GIV 86 D. Givord, P. Tenaud et T. Viadieu
J. Appl. Phys., 60 (1986) 3263.

GIV 87 D. Givord, A. Liénard, P. Tenaud, T. Viadieu
J. Magn. Magn. Mat. 67 (1987) L 281.

GIV 88 D. Givord, P. Tenaud, T. Viadieu
I.E.E.E. Trans. Mag. 24 (1988) 1921.

GOL 64 H.J. Goldsmid et J.M. Corsan
Phys. Lett. 10 (1964) 39.

GOO 66 B.B. Goodman
Rep. Prog. Phys. (G.B.), 29 (1966) 445.

HAE 77 E.U. Haebel et W. Witzeling
Cryogenics, Feb. 1977, 119.

HAD 83 G.C. Hadjipanayis, R.C. Hazelton et K.R. Lawless
Appl. Phys. Lett. 43 (1983) 797.

HER 84 J.F. Herbst, J.J. Croat, F.E. Pinkerton et W.B. Yelon
Phys. Rev., B29 (1984) 4176.

KAM 87 J. Kamarad, Z. Arnold et J. Schneider
J. Magn. Magn. Mat., 67 (1987) 29.

KIM 63 Y.B. Kim, C.F. Hempstead, et R. Strnad
Phys. Rev., 129,2 (1963) 528.

KON 40 E. Kondorsky
J. Phys. (U.S.S.R.), 2 (1940) 161.

KOO 81 N.C. Koon et B.N. Das
Appl. Phys. Lett. 39 (1981) 840.

KRO 87 H. Kronmuller
Phys. Stat. Sol. (b) 144 (1987) 352.

LEE 85a R.W. Lee
Appl. Phys. Lett. 46 (1985) 790.

LEE 85b R.W. Lee, E.G. Brewer et N.A. Schaffel
I.E.E.E. Trans. Mag. Mag 21, 5 (1985) 1958.

LI 87 H.S. Li
Thèse de l'Université de Grenoble, Mai 1987.

LIV 85 J.D. Livingstone
J. Appl. Phys. 57 (1985) 4137.

MEN 35 K. Mendelssohn
Proc. Roy. Soc., A, 152 (1935) 34.

MIS 86a R.K. Mishra et R.W. Lee
Appl. Phys. Lett. 48 (1986) 733.

MIS 86b R.K. Mishra
J. Magn. Magn. Mat. 54-57 (1986) 450.

MIS 87a R.K. Mishra
J. Appl. Phys. 62 (1987) 967.

MIS 87b R.K. Mishra
in High Performance Permanent Magnet Materials
Mat. Reas. Soc., Symp. Proc. vol 96, p 83 (1987).

MOL 87 P. Molho, J.L. Porteseil, Y. Souche, J. Gouzerh et J.C.S. Levy
J. Appl. Phys. 61 (1987) 4188.

NEE 50 L. Néel
J. Phys. Radium, 11 (1950) 49.

NEE 51 L. Néel
J. Phys. Radium, 12 (1951) 339.

NES 68 E.A. Nesbitt, R.H. Willens, R.C. Sherwood, F. Buehler, J.H. Wernick
Appl. Phys. Lett. 12 (1968) 361.

NOZ 88 J.P. Nozières, R. Perrier de la Bâthie, J. Gavinet
à paraître dans J. de Phys.

PIN 86 F.E. Pinkerton et D.J. Van Wingerden
J. Appl. Phys. 60 (1986) 3685.

PER 87 R. Perrier de la Bâthie, J. Chavanne
Brevet PCT/FR 87/00175 (Mai 1987).

PRE 80 J.J. Préjean et J. Souletie
J. de Phys., 41 (1980) 1335.

SZY 87 R. Szymczak, D. Givord et H.S. Li
Act. Phys. Pol., A7 (1987) 113.

TEN 87 P. Tenaud, A. Chamberod et F. Vanoni
Sol. Stat. Com. 63 (1987) 303.

TEN 88 P. Tenaud
Thèse de l'Université J. Fourier Grenoble 1988.

SAG 84 M. Sagawa, S. Fujirama, M. Togawa, H. Yamamoto, Y. Matsuura
J. Appl. Phys. 55 (1984) 2083.

SHO 52 D. Shoenberg
Superconductivity (London, Cambridge Univ. Press) 1952.

STR 67 K.A. Strnat, G. Hoffer, J. Olseon, W. Ostertag et J.J. Becker
J. Appl. Phys. 38 (1967) 1001.

STR 49 R. Street et J.C. Woolley
Proc. Phys. Soc., A, 62 (1949) 562.

STR 50 R. Street et J.C. Woolley
Proc. Phys. Soc., B, 63 (1950) 509.

VEL 68 M. Velge et K.H.J. Buschow
J. Appl. Phys. 39 (1968) 1717.

TABLE DES MATIERES

Chapitre III : RESULTATS EXPERIMENTAUX

PARTIE B : PROJET D'UN APPAREILLAGE PERMETTANT LA REALISATION DE SAUTS DE CHAMP MAGNETIQUE

LISTE DES PUBLICATIONS ISSUES DE CE TRAVAIL

1/ Determination of crystallite orientation in permanent magnets by X-ray scattering and magnetic measurements
D. Givord, A. Liénard, R. Perrier de la Bâthie, P. Tenaud, T. Viadieu
J. de Phys. 46-C6 (1985) 313.

2/ Analysis of hysteresis loops in Nd-Fe-B magnets
D. Givord, P. Tenaud, T. Viadieu
J. Appl. Phys. 60 (1986) 3263.

3/ Magnetic properties of Pr2 (Fe1-xCox)14B compounds
F. Bolzoni, J.M.D. Coey, J. Gavigan, D. Givord, O. Moze, L. Pareti, and T. Viadieu
J.M.M.M., 65 (1987) 123.

4/ Magnetic viscosity in sintered Nd-Fe-B magnets
D. Givord, A. Liénard, P. Tenaud, T. Viadieu
J.M.M.M. 67 (1987) L 281.

5/ Magnetic viscosity in different Nd-Fe-B magnets
D. Givord, G. Hadjipanayis, P. Tenaud, T. Viadieu
J. Appl. Phys. 61 (1987) 3454.

6/ Magnetic Properties of R-Fe-B Magnets
J.P. Gavigan, D. Givord, H.S. Li, P. Tenaud (invité), T. Viadieu
Proc. of the 3th Int. Conf. on Phys. of Mag. Mat.
World Scient. Publish. Co., Singapore (1987) 201.

7/ Coercitivity mechanism in ferrites and RE-TM sintered magnets
D. Givord, P. Tenaud, T. Viadieu
I.E.E.E. Trans. Mag., 24 (1988) 1921.

8/ Dependence of coercive field and magnetic viscosity on the magnetic history in sintered magnets
D. Givord, C. Heiden, A. Hoehler, P. Tenaud, T. Viadieu, K. Zeibig
I.E.E.E. Trans. Mag., 24 (1988) 1918.

9/ Angular dependence of coercivity in sintered magnets
D. Givord, P. Tenaud, T. Viadieu
J.M.M.M. 72 (1988) 247-252.

10/ Magnetic after effect measurements at short time scales on Nd-Fe-B permanent magnets
F.R. de Boer, R. Verhoef, T. Viadieu
A paraître dans Journal de Physique.

11/ Experimental study of the coercivity in Nd-Fe-B MAGNEQUENCH (MQI, MQII, MQIII)
D. Givord, P. Tenaud, T. Viadieu.
A paraître dans Journal de Physique.

12/ N.M.R. investigation of the cobalt moment in ferromagnetic Y2Co14B compound
Y. Berthier, N. Nassar, T. Viadieu
A paraître dans Journal de Physique.

13/ Magnetic transitions and anomalous behaviour of praseodymium in $Pr_2(Fe_{1-x}Co_x)_{14}B$
J.P. Gavigan, H.S. Li, J.M.D. Coey, T. Viadieu, L. Pareti, F. Bolzoni and O. Moze
A paraître dans Journal de Physique.

14/ Development of coercivity as a function of the saturation field in sintered magnets
D. Givord, Q. Lu, P. Tenaud, T. Viadieu
A paraître.

A N N E X E

Caractéristiques physiques des aimants MAGNEQUENCH (d'après doc G.M.).

	MQI	MQII	MQIII
Produits énergétiques maxima (kJ/m^3)	64	104	256
Induction rémanente (T)	0,6	0,8	0,12
Champ coercitif intrinsèque (kA/m)	1200	1200	1050
Champ coercitif d'induction (kA/m)	430	520	850
Densité	6	7.5	7.5
Coefficient en température (%/°C)	0,192	0,157	0,157
Resistivité ($\mu\Omega$ cm)	18000	160	160
Dureté (Rockwell-B)	36-38	60	60

RESUME

Dans les aimants Nd-Fe-B MAGNEQUENCH, la coercitivité résulte du piégeage des parois sur les zones intergranulaires. Les propriétés magnétiques sont interprétées en considérant que le renversement d'aimantation débute dans un petit volume, dit volume d'activation, sous l'effet du champ appliqué et de l'activation thermique. La variation thermique du volume d'activation est approximativement proportionnelle à celle du cube de l'épaisseur de paroi, fluctuation d'énergie minimale permettant le retournement de l'aimantation. Des phénomènes collectifs apparaissent lors du processus de désaimantation ; ils sont particulièrement évidents dans les aimants isotropes MQI et MQII. La variation angulaire du champ coercitif dans les aimants MQIII correspond à une loi en $1/\cos\theta$ signifiant que seule la projection du champ le long de l'aimantation intervient. Ce comportement indique que le champ d'anisotropie dans le volume d'activation est d'un ordre de grandeur supérieur au champ coercitif, donc proche du champ d'anisotropie de la phase $Nd_2Fe_{14}B$. La barrière d'énergie franchie lors du retournement d'aimantation a été évaluée. Il apparait en particulier que les interactions magnétostatiques locales renforcent le piégeage des parois dans les aimants MQI et MQII, alors qu'elles aident à leur dépiégeage dans les aimants MQIII.

L'utilisation d'un écran supraconducteur est proposée pour l'établissement d'un champ magnétique en des temps inférieurs à la milliseconde. Le projet d'un magnétomètre basé sur ce principe et une partie de sa réalisation sont décrits.

MOTS CLES

- Aimants permanents
- Coercitivité
- Trainage magnétique
- Nd-Fe-B
- Ecran de champ magnétique
- Champs magnétiques ultra-rapides