

THESE
présentée à la
FACULTE DES SCIENCES DE L'UNIVERSITE
SCIENTIFIQUE ET MEDICALE DE GRENOBLE

par

Luis Brito FRAZAO

pour obtenir le grade de
DOCTEUR-ES-SCIENCES PHYSIQUES

*CONTRIBUTION A L'ETUDE DE L'ANISOTROPIE
DES MATERIAUX FERROMAGNETIQUES*

Soutenu le 17 septembre 1971 devant la Commission d'Examen

MM. L. NEEL Président
G. AUBERT
G. EVERETT Examineurs
J. WINTER

UNIVERSITE SCIENTIFIQUE
ET MEDICALE DE GRENOBLE

LISTE DES PROFESSEURS

Président : Monsieur Michel SOUTIF
Vice-Président : Monsieur Gabriel CAU

PROFESSEURS TITULAIRES

MM.	ANGLES D'AURIAC Paul	Mécanique des fluides
	AUBERT Guy	Physique
	ARNAUD Georges	Clinique des maladies infectieuses
	ARNAUD Paul	Chimie
	AYANT Yves	Physique approfondie
Mme	BARBIER Marie-Jeanne	Electrochimie
MM.	BARBIER Jean-Claude	Physique expérimentale
	BARBIER Reynold	Géologie appliquée
	BARJON Robert	Physique nucléaire
	BARNOUD Fernand	Biosynthèse de la cellulose
	BARRA Jean-René	Statistiques
	BARRIE Joseph	Clinique chirurgicale
	BENOIT Jean	Radioélectricité
	BESSON Jean	Electrochimie
	BEZES Henri	Chirurgie générale
	BLAMBERT Maurice	Mathématiques Pures
	BOLLIET Louis	Informatique (IUT B)
	BONNET Georges	Electrotechnique
	BONNET Jean-Louis	Clinique ophtalmologique
	BONNET-EYMARD Joseph	Pathologie médicale
	BONNIER Etienne	Electrochimie Electrométallurgie
	BOUCHERLE André	Chimie et Toxicologie
	BOUCHEZ Robert	Physique nucléaire
	BRAVARD Yves	Géographie
	BRISSENEAU Pierre	Physique du Solide
	BUYLE-BODIN Maurice	Electronique
	CABANAC Jean	Pathologie chirurgicale
	CABANEL Guy	Clinique rhumatologique et hydrologie
	CALAS François	Anatomie
	CARRAZ Gilbert	Biologie animale et pharmacodynamie
	CAU Gabriel	Médecine légale et Toxicologie
	CAUQUIS Georges	Chimie organique
	CHABAUTY Claude	Mathématiques Pures
	CHARACHON Robert	Oto-Rhino-Laryngologie
	CHATEAU Robert	Thérapeutique

MM.	CHENE Marcel	Chimie papetière
	COEUR André	Pharmacie chimique
	CONTAMIN Robert	Clinique gynécologique
	COUDERC Pierre	Anatomie Pathologique
	CRAYA Antoine	Mécanique
Mme	DEBELMAS Anne-Marie	Matière médicale
MM.	DEBELMAS Jacques	Géologie générale
	DEGRANGE Charles	Zoologie
	DESSAUX Georges	Physiologie animale
	DODU Jacques	Mécanique appliquée
	DOLIQUE Jean-Michel	Physique des plasmas
	DREYFUS Bernard	Thermodynamique
	DUCROS Pierre	Cristallographie
	DUGOIS Pierre	Clinique de Dermatologie et Syphiligraphie
	FAU René	Clinique neuro-psychiatrique
	FELICI Noël	Electrostatique
	GAGNAIRE Didier	Chimie physique
	GALLISSOT François	Mathématiques Pures
	GALVANI Octave	Mathématiques Pures
	GASTINEL Noël	Analyse numérique
	GERBER Robert	Mathématiques Pures
	GIRAUD Pierre	Géologie
	KLEIN Joseph	Mathématiques Pures
Mme	KOFLER Lucie	Botanique et Physiologie végétale
MM.	KOSZUL Jean-Louis	Mathématiques Pures
	KRAVTCHENKO Julien	Mécanique
	KUNTZMANN Jean	Mathématiques Appliquées
	LACAZE Albert	Thermodynamique
	LACHARME Jean	Biologie végétale
	LATREILLE René	Chirurgie générale
	LATURAZE Jean	Biochimie pharmaceutique
	LAURENT Pierre	Mathématiques Appliquées
	LEDRU Jean	Clinique médicale B
	LLIBOUTRY Louis	Géophysique
	LOUP Jean	Géographie
Melle	LUTZ Elisabeth	Mathématiques Pures
MM.	MALGRANGE Bernard	Mathématiques Pures
	MALINAS Yves	Clinique obstétricale
	MARTIN-NOEL Pierre	Seméiologie médicale
	MASSEPORT Jean	Géographie
	MAZARE Yves	Clinique médicale A
	MICHEL Robert	Minéralogie et Pétrographie
	MOURIQUAND Claude	Histologie
	MOUSSA André	Chimie nucléaire
	NEEL Louis	Physique du Solide
	OZENDA Paul	Botanique
	PAUTHENET René	Electrotechnique
	PAYAN Jean-Jacques	Mathématiques Pures

MM.	PEBAY-PEYROULA Jean-Claude	Physique
	PERRET René	Servomécanismes
	PILLET Emile	Physique industrielle
	RASSAT André	Chimie systématique
	RENARD Michel	Thermodynamique
	REULOS René	Physique industrielle
	RINALDI Renaud	Physique
	ROGET Jean	Clinique de pédiatrie et de puériculture
	SANTON Lucien	Mécanique
	SEIGNEURIN Raymond	Microbiologie et Hygiène
	SENGEL Philippe	Zoologie
	SILBERT Robert	Mécanique des fluides
	SOUTIF Michel	Physique générale
	TANCHE Maurice	Physiologie
	TRAYNARD Philippe	Chimie générale
	VAILLAND François	Zoologie
	VALENTIN Jacques	Physique nucléaire
	VAUQUOIS Bernard	Calcul électronique
Mme	VERAIN Alice	Pharmacie galénique
M.	VERAIN André	Physique
Mme	VEYRET Germaine	Géographie
MM.	VEYRET Paul	Géographie
	VIGNAIS Pierre	Biochimie médicale
	YOCOZ Jean	Physique nucléaire théorique

PROFESSEURS ASSOCIES

MM.	BULLEMER Bernhard	Physique
	RADHAKRISHNA Pidatala	Thermodynamique

PROFESSEURS SANS CHAIRE

MM.	BEAUDOING André	Pédiatrie
	BERTRANDIAS Jean-Paul	Mathématiques Appliquées
	BIAREZ Jean-Pierre	Mécanique
	BONNETAIN Lucien	Chimie minérale
Mme	BONNIER Jane	Chimie générale
MM.	CARLIER Georges	Biologie végétale
	COHEN Joseph	Electrotechnique
	COUMES André	Radioélectricité
	DEPASSEL Roger	Mécanique des Fluides
	DEPORTES Charles	Chimie minérale
	DESRE Pierre	Métallurgie

MM.	GAUTHIER Yves	Sciences biologiques
	GEINDRE Michel	Electroradiologie
	GIDON Paul	Géologie et Minéralogie
	GLENAT René	Chimie organique
	HACQUES Gérard	Calcul numérique
	JANIN Bernard	Géographie
Mme	KAHANE Josette	Physique
MM.	MULLER Jean-Michel	Thérapeutique
	PERRIAUX Jean-Jacques	Géologie et minéralogie
	POULOUJADOFF Michel	Electrotechnique
	REBECQ Jacques	Biologie (CUS)
	REVOL Michel	Urologie
	REYMOND Jean-Charles	Chirurgie générale
	ROBERT André	Chimie papetière
	SARRAZIN Roger	Anatomie et chirurgie
	SARROT-REYNAULD Jean	Géologie
	SIBILLE Robert	Construction Mécanique
	SIROT Louis	Chirurgie générale
Mme	SOUTIF Jeanne	Physique générale

MAITRES DE CONFERENCES ET MAITRES DE CONFERENCES AGREGES

Melle	AGNIUS-DELORD Claudine	Physique pharmaceutique
Melle	ALARY Josette	Chimie analytique
MM.	AMBLARD Pierre	Dermatologie
	AMBROISE-THOMAS Pierre	Parasitologie
	ARMAND Yves	Chimie
	BEGUIN Claude	Chimie organique
	BELORIZKY Elie	Physique
	BENZAKEN Claude	Mathématiques Appliquées
Mme	BERTRANDIAS Françoise	Mathématiques Pures
MM.	BLIMAN Samuel	Electronique (EIE)
	BLOCH Daniel	Electrotechnique
Mme	BOUCHE Liane	Mathématiques (CUS)
MM.	BOUCHET Yves	Anatomie
	BOUSSARD Jean-Claude	Mathématiques Appliquées
	BOUVARD Maurice	Mécanique des Fluides
	BRIERE Georges	Physique expérimentale
	BRODEAU François	Mathématiques (IUT B)
	BRUGEL Lucien	Energétique
	BUISSON Roger	Physique
	BUTEL Jean	Orthopédie
	CHAMBAZ Edmond	Biochimie médicale
	CHAMPETIER Jean	Anatomie et organogénèse
	CHIAVERINA Jean	Biologie appliquée (EFP)
	CHIBON Pierre	Biologie animale
	COHEN-ADDAD Jean-Pierre	Spectrométrie physique
	COLOMB Maurice	Biochimie médicale
	CONTE René	Physique

MM.	CROUZET Guy	Radiologie
	DURAND Francis	Métallurgie
	DUSSAUD René	Mathématiques (CUS)
Mme	ETERRADOSSTI Jacqueline	Physiologie
MM.	FAURE Jacques	Médecine légale
	GAVEND Michel	Pharmacologie
	GENSAC Pierre	Botanique
	GERMAIN Jean-Pierre	Mécanique
	GIDON Maurice	Géologie
	GRIFFITHS Michaël	Mathématiques Appliquées
	GROULADE Joseph	Biochimie médicale
	HOLLARD Daniel	Hématologie
	HUGONOT Robert	Hygiène et Médecine préventive
	IDELMAN Simon	Physiologie animale
	IVANES Marcel	Electricité
	JALBERT Pierre	Histologie
	JOLY Jean-René	Mathématiques Pures
	JOUBERT Jean-Claude	Physique du Solide
	JULLIEN Pierre	Mathématiques Pures
	KAHANE André	Physique générale
	KUHN Gérard	Physique
Mme	LAJZEROWICZ Jeannine	Physique
MM.	LAJZEROWICZ Joseph	Physique
	LANCIA Roland	Physique atomique
	LE JUNTER Noël	Electronique
	LEROY Philippe	Mathématiques
	LOISEAUX Jean-Marie	Physique Nucléaire
	LONGEQUEUE Jean-Pierre	Physique Nucléaire
	LUU DUC Cuong	Chimie Organique
	MACHE Régis	Physiologie végétale
	MAGNIN Robert	Hygiène et Médecine préventive
	MARECHAL Jean	Mécanique
	MARTIN-BOUYER Michel	Chimie (CUS)
	MAYNARD Roger	Physique du Solide
	MICOUD Max	Maladies infectieuses
	MOREAU René	Hydraulique (INP)
	NEGRE Robert	Mécanique
	PARAMELLE Bernard	Pneumologie
	PECCOUD François	Analyse (IUT B)
	PEFFEN René	Métallurgie
	PELMONT Jean	Physiologie animale
	PERRET Jean	Neurologie
	PERRIN Louis	Pathologie expérimentale
	PFISTER Jean-Claude	Physique du Solide
	PHELIP Xavier	Rhumatologie
Melle	PIERY Yvette	Biologie animale
MM.	RACHAIL Michel	Médecine interne
	RACINET Claude	Gynécologie et obstétrique
	RICHARD Lucien	Botanique
Mme	RINAUDO Marguerite	Chimie macromoléculaire

MM.	ROMIER Guy	Mathématiques (IUT B)
	ROUGEMONT (DE) Jacques	Neuro-Chirurgie
	STIEGLITZ Paul	Anesthésiologie
	STOEBNER Pierre	Anatomie pathologique
	VAN CUTSEM Bernard	Mathématiques Appliquées
	VEILLON Gérard	Mathématiques Appliquées (INP)
	VIALON Pierre	Géologie
	VOOG Robert	Médecine interne
	VROUSSOS Constantin	Radiologie
	ZADWORNY François	Electronique

MAITRES DE CONFERENCES ASSOCIES

MM.	BOUDOURIS Georges	Radioélectricité
	CHEEKE John	Thermodynamique
	GOLDSCHMIDT Hubert	Mathématiques
	YACLOUD Mahmoud	Médecine légale

CHARGES DE FONCTIONS DE MAITRES DE CONFERENCES

Mme	BERIEL Hélène	Physiologie
Mme	RENAUDET Jacqueline	Microbiologie

Le travail faisant l'objet de cet exposé a été effectué au Laboratoire d'Electrostatique et de Physique du Métal, à Grenoble, laboratoire dirigé par Monsieur le Professeur Néel, Membre de l'Institut, Prix Nobel.

A Monsieur le Professeur Néel qui a bien voulu m'accueillir dans son laboratoire et qui me fait l'honneur de présider le Jury, je tiens à exprimer ma profonde et respectueuse gratitude.

C'est à Monsieur le Professeur Aubert que je dois la possibilité d'avoir réalisé ce travail. Il a guidé mes débuts dans la recherche et pendant cinq ans, il a dirigé avec le plus grand intérêt et beaucoup de patience mon activité. Je lui en suis profondément reconnaissant.

Je remercie tout particulièrement Monsieur Winter, Adjoint au Chef de Service de Physique du Solide et de Résonance Magnétique, au C. E. A. Saclay, qui a bien voulu s'intéresser à ce travail et me fait l'honneur de faire partie du Jury.

Monsieur le Professeur Everett, avec qui j'ai eu de très intéressantes discussions, me fait aussi l'honneur de participer au Jury. Qu'il soit assuré de ma sincère reconnaissance.

A tous les membres de l'équipe Anisotropie, et tout particulièrement à Messieurs Escudier et Nowicki dont l'aide m'a été précieuse pour la réalisation de ce travail, vont mes remerciements les plus sincères.

Je remercie également Messieurs Perrier de la Bathie et Bouvier pour leur collaboration technique et pour la bonne volonté dont ils ont toujours fait preuve à mon égard.

Les nombreuses difficultés expérimentales ont pu être résolues grâce à la compétence des Services Techniques Centraux et à l'aide toute particulière de Messieurs Trévisson et Faurin.

Ma gratitude va aussi à tous les Services du Laboratoire qui ont mis du matériel à ma disposition et tout particulièrement à l'équipe Dilatométrie, qui en a été la principale "victime".

Je remercie vivement Mademoiselle Chabre pour la frappe du manuscrit.

A tous mes camarades et amis du Laboratoire vont mes sincères remerciements.

TABLE DES MATIERES

	<u>Pages</u>
<u>INTRODUCTION</u>	1
<u>CHAPITRE I - ANISOTROPIE MAGNETOCRISTALLINE ET ANISOTROPIE DE L'AIMANTATION : DESCRIPTION ET METHODES DE MESURE</u>	 3
I - L'ANISOTROPIE FERROMAGNETIQUE : DESCRIPTION PHENOMENOLOGIQUE	 3
II - METHODES EXPERIMENTALES DE MESURE	7
A - Mesure des courbes d'aimantation du cristal suivant différentes directions du champ appliqué	 7
B - La résonance ferromagnétique	9
C - Mesures de couples	12
D - Magnétomètre à échantillon tournant	12
<u>CHAPITRE II - APPAREILLAGE DE MESURE</u>	13
I - INTRODUCTION	13
II - PRINCIPE DE MESURE	13
III - LES BOBINES DE MESURE	15
IV - DESCRIPTION DE L'ENSEMBLE DE L'APPAREIL	24
V - TRAITEMENT DU SIGNAL	26
A - Le signal de référence	29
B - La détection synchrone : amplificateur à détection synchrone	 30
C - La corrélation	34
VI - LES ECHANTILLONS	40
A - Découpage et forme	40
B - Fixation de l'échantillon : le porte-échantillon	43
VII - PERFORMANCES ET LIMITATIONS DE L'APPAREILLAGE	44

	<u>Pages</u>
<u>CHAPITRE III</u> - DETERMINATION DES CONSTANTES D'ANISOTROPIE MAGNETOCRISTALLINE ET D'ANISOTROPIE DE L'AIMANTATION PAR LA METHODE DU MAGNETOMETRE A ECHANTILLON TOURNANT	48
I - ANISOTROPIE MAGNETIQUE ET MAGNETOMETRE A ECHANTILLON TOURNANT	48
II - EFFET DES COURANTS DE FOUCAULT DANS L'ECHANTILLON	53
III - LES MESURES PAR DETECTION SYNCHRONE	56
IV - LES MESURES PAR CORRELATION	59
V - RESULTATS OBTENUS SUR LE NICKEL	65
VI - ETAT DE SURFACE DE L'ECHANTILLON : SON INFLUENCE SUR LES MESURES D'ANISOTROPIE DE L'AIMANTATION	85
VII - RESULTATS OBTENUS SUR L'ALLIAGE CoFe (8 % Fe)	90
 <u>CHAPITRE IV</u> - QUELQUES CONSIDERATIONS THEORIQUES	 97
<i>CONTE PREMIER</i>	97
<i>CONTE DEUXIEME</i>	101
<i>CONTE TROISIEME</i>	105
<i>CONTE QUATRIEME</i>	108
 <u>CONCLUSION</u>	 109
 <u>APPENDICE I</u>	 110
 <u>APPENDICE II</u>	 117
 <u>APPENDICE III</u>	 124
 <u>REFERENCES</u>	 127

INTRODUCTION

Ce travail s'inscrit dans le cadre d'une étude menée au Laboratoire d'Electrostatique et de Physique du Métal et relative à l'anisotropie des métaux ferromagnétiques et de leurs alliages.

Cette étude a commencé avec les travaux d'Aubert ⁽²⁾ sur l'anisotropie magnétocristalline du nickel ; il a effectué la première détermination de l'anisotropie de l'aimantation et a montré la nécessité de tenir compte de celle-ci pour l'interprétation des mesures de l'énergie d'anisotropie magnétocristalline.

Ce résultat était d'autant plus intéressant qu'un travail publié par Callen et Callen ⁽¹⁾ prévoyait pour le fer et le nickel une anisotropie de l'aimantation "... immeasurably small at all temperatures and vanishing at 0°K...". Il nous est donc paru intéressant de continuer les expériences commencées par Aubert en élargissant la gamme de température et en réalisant un dispositif expérimental de mesure directe d'anisotropie de l'aimantation qui complétait aussi les mesures indirectes obtenues avec la balance de torsion. Pour mener à bien notre travail, nous avons dû construire et mettre au point un appareillage approprié, réaliser un système de détection du signal et choisir convenablement les échantillons à étudier.

L'exposé de ce travail est divisé en quatre chapitres.

Au chapitre I, nous rappelons les définitions de l'anisotropie magnétocristalline et de l'anisotropie de l'aimantation ainsi que les relations qui les lient, conformément à l'analyse thermodynamique proposée par Aubert. Nous passons aussi en revue les différentes méthodes expérimentales de mesure de l'anisotropie.

Au chapitre II, nous décrivons l'appareillage de mesure ainsi que son fonctionnement.

Au chapitre III, nous discutons la détermination des constantes d'anisotropie magnétocristalline et de l'aimantation par chacune des méthodes de mesures mises au point et présentons les résultats obtenus.

Enfin, au chapitre IV, est donné un bref rappel des théories existantes sur l'anisotropie des ferromagnétiques.

CHAPITRE I

ANISOTROPIE MAGNETOCRISTALLINE ET ANISOTROPIE DE L'AIMANTATION

DESCRIPTION ET METHODES DE MESURE

I - L'ANISOTROPIE FERROMAGNETIQUE : DESCRIPTION PHENOMENOLOGIQUE

Dans un matériau ferromagnétique, l'énergie ainsi que le module de l'aimantation dépendent de la direction de l'aimantation par rapport aux axes cristallographiques. Les propriétés qui en résultent peuvent être décrites en introduisant les notions d'anisotropie de l'énergie et de l'aimantation. L'anisotropie de l'énergie - anisotropie magnétocristalline - est étudiée depuis de nombreuses années et si du point de vue expérimental certains progrès ont été réalisés par la construction de balances de torsion de plus en plus performantes, il manque toujours une interprétation théorique dans le cadre d'un modèle rigoureux.

La mesure de l'anisotropie de l'aimantation apporte des informations complémentaires très importantes pour l'étude de l'origine de l'anisotropie des corps ferromagnétiques. Dans ce travail, nous envisageons également l'anisotropie magnétocristalline étant donné son étroite liaison avec l'anisotropie de l'aimantation. En fait, ainsi que le proposent schématiquement Callen et Callen ⁽¹⁾ (figure 1), l'existence d'une anisotropie de l'énergie implique l'existence d'une anisotropie de l'aimantation. Dans une direction de facile aimantation, l'anisotropie a tendance à maintenir les spins individuels alignés et augmenter ainsi le module de l'aimantation ; dans une direction de difficile aimantation, l'anisotropie fait augmenter la déviation angulaire des spins et fait décroître l'aimantation. Ce modèle a été le premier à être présenté pour interpréter l'anisotropie de l'aimantation. D'autres modèles ont été présentés par la suite. Nous l'avons toutefois retenu parce qu'il permet une représentation simple de l'anisotropie de l'aimantation. En particulier, ce modèle prévoit que

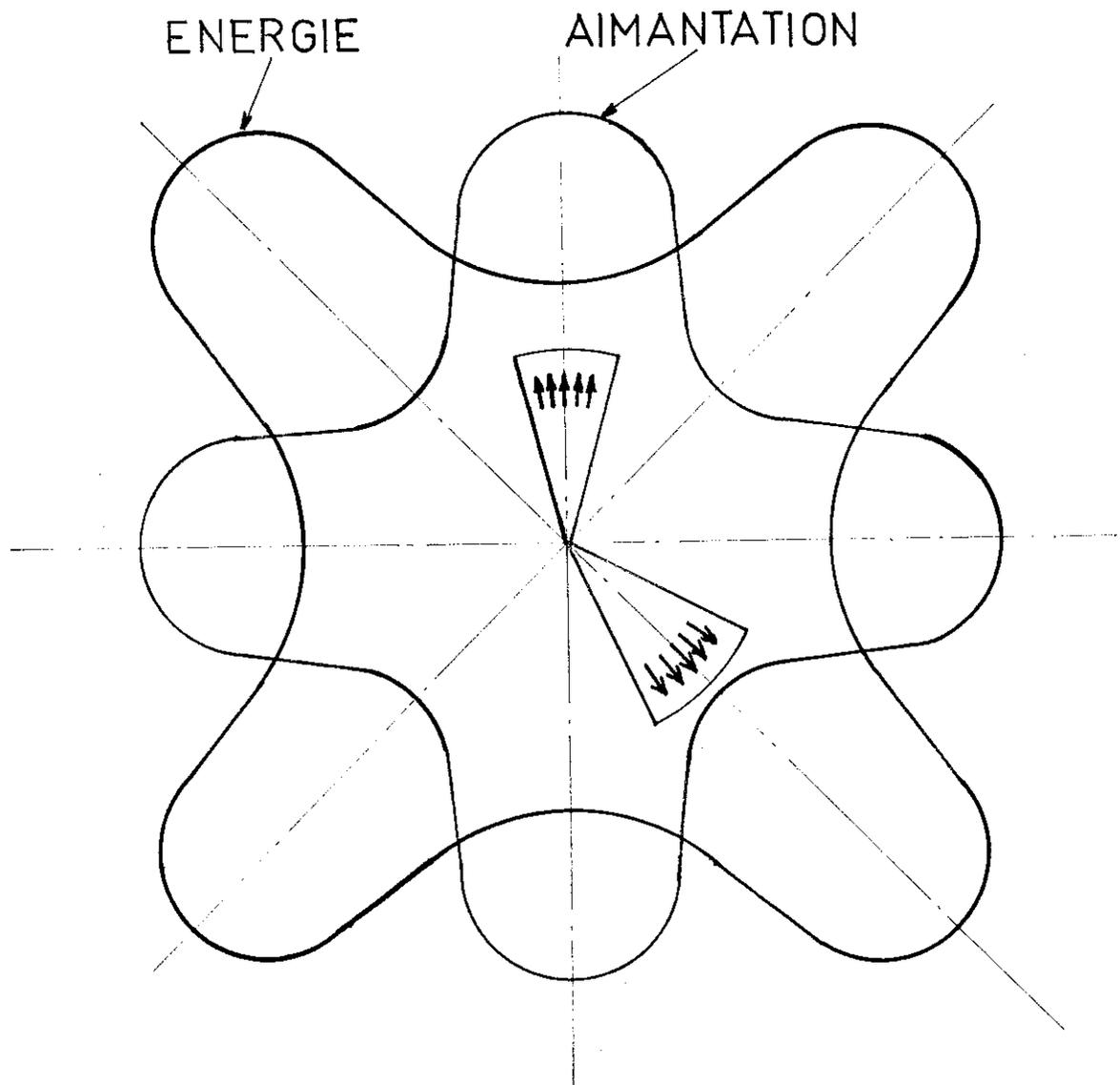


fig 1

l'anisotropie de l'aimantation s'annulera à 0°K puisque tous les spins sont alors parallèles quelle que soit la direction considérée.

Nous allons rappeler les résultats du calcul thermodynamique effectué par Aubert ⁽²⁾ et qui sont à la base de toutes les notions auxquelles nous aurons recours. L'anisotropie magnétique d'un cristal ferromagnétique s'introduit en exprimant que l'énergie libre du cristal est fonction de la direction du vecteur aimantation \vec{M} , par rapport aux axes cristallographiques.

Considérons le cas d'un monocristal ferromagnétique placé dans un champ extérieur suffisant pour qu'il soit monodomaine et d'une géométrie telle que le champ démagnétisant soit uniforme à l'intérieur de l'échantillon. L'expression la plus générale consiste à développer cette énergie en harmoniques sphériques $Y_n^m(\theta, \phi)$ de la direction θ et ϕ de \vec{M} sous la forme

$$E_a = \sum_n B_n \sum_{m=-n}^n C_n^m Y_n^m(\theta, \phi) \quad (1)$$

où les C_n^m sont des nombres déterminés par la symétrie du réseau cristallin et les B_n sont des coefficients caractérisant les propriétés anisotropes du matériau et appelés "constantes d'anisotropie". Cette expression de l'énergie libre ne contient pas le terme $-\vec{M} \cdot \vec{H}$ d'interaction avec le champ extérieur \vec{H} , ni l'énergie du champ démagnétisant dépendante de la forme de l'échantillon.

Nous introduisons la fonction de Gibbs du système

$$G(T, H_M, \theta, \phi) = U - TS - M \cdot H_M \quad (2)$$

les quatre variables indépendantes de G sont T, H_M, θ, ϕ , et sachant que $dU = TdS - \vec{H} \cdot d\vec{M}$, on obtient

$$dG = -SdT - MdH_M + H_\theta Md\theta + H_\phi M \sin\theta d\phi \quad (3)$$

H_M, H_θ et H_ϕ sont les composantes du champ extérieur \vec{H} dans le système de coordonnées sphériques utilisées.

De l'expression (3), on obtient :

$$M = - \frac{\partial G}{\partial H_M} \quad (4)$$

où H_M est la composante de \vec{H} dans la direction de \vec{M} .

On peut développer G en harmoniques sphériques :

$$G = \sum_n B'_n(T, H_M) \sum_{m=-n}^{+n} C'_n{}^m Y_n^m(\theta, \phi) \quad (5)$$

Cette expression caractérise les propriétés anisotropes de l'échantillon considéré, les $C'_n{}^m$ sont déterminés par les conditions de symétrie non seulement du réseau mais aussi de l'échantillon. Pour le cas d'une sphère $C'_n{}^m = C_n{}^m$. L'expression (4) montre que le module de l'aimantation est anisotrope :

$$M = \sum_n M_n \sum_{m=-n}^n C'_n{}^m Y_n^m(\theta, \phi) \quad (6)$$

avec

$$M_n = - \frac{\partial B'_n}{\partial H_M} \quad (7)$$

Pour un échantillon sphérique, on peut montrer que :

$$B'_n = B_n - M_n H_{i_M} \quad \text{avec} \quad H_{i_M} = H_M - \frac{4\pi}{3} M \quad (8)$$

Pour faciliter les calculs, on a souvent recours au développement de E_a et de M en fonction des cosinus directeurs $\alpha_1 \alpha_2 \alpha_3$ de \vec{M} par rapport aux axes quaternaires du cristal

$$E_a = K_0 + K_1 (\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_3^2 \alpha_1^2) + K_2 \alpha_1^2 \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \dots \\ + K_3 (\alpha_1^4 \alpha_2^4 + \alpha_2^4 \alpha_3^4 + \alpha_3^4 \alpha_1^4) + \dots \quad (9)$$

et

$$M = M_0 + M_1 (\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_3^2 \alpha_1^2) + M_2 \alpha_1^2 \alpha_2^2 \alpha_3^2 +$$

$$+ M_3 (\alpha_1^4 \alpha_2^4 + \alpha_2^4 \alpha_3^4 + \alpha_3^4 \alpha_1^4) + \dots \quad (9)$$

Dans la suite de l'exposé, nous utiliserons les développements de E_a et M en cosinus directeurs, faisant intervenir les constantes K_1, K_2, K_3 et M_1, M_2, M_3 avec

$$K'_n = K_n - M_n \frac{H_i}{i_M} \quad (10)$$

II - METHODES EXPERIMENTALES DE MESURE

Plusieurs méthodes expérimentales sont utilisées pour la détermination des constantes d'anisotropie magnétocristalline. Parmi celles-ci citons particulièrement les courbes d'aimantation, les mesures de couples et la résonance ferromagnétique. Pour la mesure des constantes d'anisotropie de l'aimantation, la première méthode directe est celle connue sous le nom de magnétomètre à échantillon (ou champ) tournant. Dernièrement l'analyse des courbes d'aimantation ⁽⁶⁾ a permis de faire une mesure directe de la différence d'aimantation entre deux directions cristallographiques déterminées. La méthode des couples ne permet qu'une mesure indirecte des constantes d'anisotropie de l'aimantation.

A - Mesure des courbes d'aimantation du cristal suivant

différentes directions du champ appliqué

Cette méthode consiste à tracer, pour plusieurs directions du champ appliqué \vec{H} , les courbes $M(H_i)$, aimantation du cristal dans la direction de \vec{H} , en fonction du champ H_i , champ extérieur corrigé du champ démagnétisant. Ce champ doit atteindre une valeur H_{is} suffisante pour que l'échantillon soit monodomaine.

On calcule $\int_0^{H_{is}} M d H_i$

$$\int_0^{H_{is}} M d H_i = M_s H_{is} + E_{a_0} - E_a(\vec{\alpha}_i) \quad (11)$$

où E_{a_0} est l'énergie libre de l'échantillon à l'état désaimanté et $E_a(\vec{\alpha}_i)$ l'énergie libre de l'échantillon aimanté à saturation dans la direction $\vec{\alpha}_i$.

La détermination de l'intégrale pour plusieurs directions permet de calculer les constantes d'anisotropie.

Les limitations de cette méthode ont déjà été signalées par Aubert (2) et nous nous bornerons à les énumérer :

- a) l'énergie de l'état désaimanté E_{a_0} est considérée comme une quantité reproductible ;
- b) la méthode ne permet pas de mesurer une variation de constantes d'anisotropie en fonction du champ appliqué ;
- c) les constantes d'anisotropie sont obtenues à partir de différences petites de termes beaucoup plus grands.

Krause (3, 4) a développé une autre méthode de détermination des constantes d'anisotropie magnétocristallines à partir de l'analyse des courbes d'aimantation dans le domaine de champs où il n'y a plus de déplacements de parois mais seulement rotation de l'aimantation.

Les mesures ont été effectuées sur des cristaux de symétrie cubique ayant la forme d'un prisme allongé suivant les directions $\langle 100 \rangle$ et $\langle 110 \rangle$.

Pour ces deux directions, on a respectivement les relations :

$$\frac{H_i M_s}{3\eta^3 - \eta} = -K_1 - \frac{K_2}{2} (1 - \eta^2)$$

et

$$\frac{H_i M_s}{3\eta^2 - 2\eta} = -K_1 - \frac{K_2}{2} \cdot \eta^2$$

où $\eta = \frac{M}{M_s}$

L'extrapolation de ces expressions pour $n^2 = 0$ et $n^2 = 1$ permet la détermination de K_1 et K_2 .

Cet auteur indique, pour le nickel à basses températures, une précision sur les constantes K_1 et K_2 :

$$\frac{\Delta K_1}{K_1} = 1,5 \%$$

$$\frac{\Delta K_2}{K_2} = 10 \%$$

Les valeurs de K_1 ainsi obtenues sont en accord avec celles d'Aubert ⁽⁵⁾ dans la même gamme de température.

Aucune influence des constantes d'anisotropie de l'aimantation sur les résultats n'a été enregistrée.

Récemment, avec la possibilité de faire des mesures d'aimantation pour des valeurs du champ appliqué supérieures à 20 kOe, Rebouillat ⁽⁶⁾ a pu déterminer les différences d'aimantation entre deux directions cristallographiques déterminées à partir de l'analyse des courbes d'aimantation dans la zone de saturation.

Ainsi pour le nickel, à 4°K, il a obtenu :

$$\Delta M = M_{111} - M_{110} = 0,26 \text{ u. e. m./cm}^3$$

$$\Delta M = M_{111} - M_{100} = 0,095 \text{ u. e. m./cm}^3$$

Ces résultats sont en excellent accord avec les récentes mesures de Aubert et Escudier ⁽⁷⁾ qui ont trouvé :

$$\Delta M = M_{111} - M_{100} = 0,1 \text{ u. e. m./cm}^3$$

B - La résonance ferromagnétique

On excite la précession des spins autour de leur position d'équilibre, à l'aide d'un champ alternatif hyperfréquence, appliqué

perpendiculairement à un champ extérieur continu \vec{H}_0 , suffisant pour saturer l'échantillon. La pulsation de résonance est liée à l'énergie libre F du cristal par (8)

$$\omega_0^2 = \frac{\gamma^2}{M^2 \sin^2 \theta_0} \left[\frac{\partial^2 F}{\partial \theta^2} \frac{\partial^2 F}{\partial \phi^2} - \left(\frac{\partial^2 F}{\partial \theta \partial \phi} \right)^2 \right]_{\theta_0, \phi_0} \quad (12)$$

où F comprend les termes E_a , $-\vec{M} \vec{H}$ et l'énergie d'anisotropie de forme, et $\gamma = g \frac{e}{2mc}$, g étant le rapport gyromagnétique.

Aubert a développé l'expression (12) pour des directions particulières de \vec{H}_0 dans les plans {111}, {110} et {100}.

Ainsi pour le plan {100} et $\vec{H}_0 // \langle 110 \rangle$

$$\left(\frac{\omega_0}{\gamma} \right)^2 = (H_0 + \frac{K'_1}{M} + \frac{K'_2}{2M} - \frac{K'_3}{2M} + 4\pi M) (H_0 - \frac{2K'_1}{M} - \frac{K'_3}{M}) \quad (13)$$

ces expressions permettant la détermination des K'_n .

En dépit des difficultés soulevés par cette technique pour le cas des métaux en raison de la faible pénétration du champ hyperfréquence, Rodbell (9) a pu déterminer les constantes K_1 et K_2 du nickel. Dernièrement, Infantes (10) a repris les expériences de Rodbell confirmant ainsi les résultats de ce dernier et montrant qu'il existe une différence entre les résultats obtenus par mesures de résonance et par mesure de couples. Cette divergence est sensible surtout pour la valeur de K'_2 du nickel. Aubert (2) a suggéré que les constantes d'anisotropie obtenues par mesures de couples et par résonance ne représentaient pas la même quantité, dans un modèle où apparaît l'importance de la contribution du moment orbital. Infantes, à l'aide de la courbe qui donne le champ magnétique de résonance en fonction de la position de l'échantillon a essayé d'obtenir les termes M_1 , M_2 , M_3 , à partir de la relation :

$$\begin{aligned}
\frac{\partial^2 F}{\partial \theta^2} = & K_1 \frac{\partial^2 f_1}{\partial \theta^2} + K_2 \frac{\partial^2 f_2}{\partial \theta^2} + K_3 \frac{\partial^2 f_3}{\partial \theta^2} + \\
& + H_0 \cos(\phi - \theta) \left[M_0 + M_1 f_1 + M_2 f_2 + M_3 f_3 \right] - \\
& - 2 H_0 \sin(\phi - \theta) \left[M_1 \frac{\partial f_1}{\partial \theta} + M_2 \frac{\partial f_2}{\partial \theta} + M_3 \frac{\partial f_3}{\partial \theta} \right] - \\
& - H_0 \cos(\phi - \theta) \left[M_1 \frac{\partial^2 f_1}{\partial \theta^2} + M_2 \frac{\partial^2 f_2}{\partial \theta^2} + M_3 \frac{\partial^2 f_3}{\partial \theta^2} \right]
\end{aligned} \tag{14}$$

dans laquelle la position du vecteur \vec{M} est repérée par les angles θ et ϕ et où f_1, f_2, f_3 représentent les quantités suivantes :

$$f_1 = \alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_3^2 \alpha_1^2$$

$$f_2 = \alpha_1^2 \alpha_2^2 \alpha_3^2$$

$$f_3 = \alpha_1^4 \alpha_2^4 + \alpha_2^4 \alpha_3^4 + \alpha_3^4 \alpha_1^4$$

En ajustant les courbes expérimentales et théoriques, et utilisant des valeurs de K_1, K_2, K_3 obtenues par des mesures de couples, on obtient pour M_1, M_2 et M_3 les valeurs :

$$M_1 = 0,2 \pm 0,2 \text{ u. e. m./cm}^3$$

$$M_2 = 0,4 \pm 1 \text{ u. e. m./cm}^3$$

$$M_3 = 0,15 \pm 1 \text{ u. e. m./cm}^3$$

Ceci montre qu'une détermination des constantes d'anisotropie de l'aimantation par cette méthode n'est pas envisageable pour l'instant.

Une limitation des expériences de résonance ferromagnétique est liée au fait qu'elles sont très influencées par l'état de surface de l'échantillon. Ceci a été démontré par Frait ⁽¹¹⁾ qui a effectué des mesures sur différents échantillons taillés dans le même monocristal.

C - Mesures de couples

Un échantillon monocristallin fixe est placé dans un champ magnétique statique \vec{H} , suffisant pour le saturer. La direction prise par le vecteur aimantation est alors celle qui minimise l'énergie libre. Dans cette position du vecteur aimantation, le couple dû à l'énergie d'anisotropie est compensé par le couple exercé par le champ appliqué.

Deux méthodes de mesure de couples sont couramment utilisées :

a) la méthode de déflexion selon laquelle on mesure l'angle de déflexion du cristal. Cet angle est pris comme une mesure du couple exercé sur l'échantillon (12).

b) la méthode de zéro selon laquelle on maintient l'échantillon immobile. Le couple mécanique nécessaire pour le faire donner alors la valeur du couple d'anisotropie (2).

L'utilisation de ces méthodes, et en particulier de la méthode de zéro, a permis d'obtenir une détermination très précise de l'énergie d'anisotropie et des constantes d'anisotropie magnétocristalline. Cette méthode permet aussi, avec un appareillage et des techniques d'analyse appropriées, la détermination des constantes d'anisotropie de l'aimantation. Pour cela on étudie la variation des constantes K'_n en fonction du champ H_i , champ extérieur corrigé du champ démagnétisant H_M .

D - Magnétomètre à échantillon tournant

On fait tourner à vitesse constante un échantillon monocristallin autour d'un axe cristallographique donné, dans un champ magnétique statique \vec{H} appliqué perpendiculairement à l'axe de rotation ; grâce à un système de bobines dont l'axe est soit parallèle au champ, soit perpendiculaire, on peut déterminer les variations des composantes du vecteur aimantation dans ces deux directions. Comme nous le discuterons en détail au chapitre II, l'orientation parallèle permet l'étude de l'anisotropie de l'aimantation, tandis qu'avec l'orientation perpendiculaire, on peut mesurer l'anisotropie de l'énergie.

CHAPITRE II

APPAREILLAGE DE MESURE

I - INTRODUCTION

Il n'existe pratiquement que deux méthodes directes d'étude de l'anisotropie de l'aimantation des corps ferromagnétiques : l'analyse des courbes d'aimantation à champs très élevées et la méthode du magnétomètre à échantillon tournant. Nous avons choisi cette dernière, Aubert ⁽²⁾ avait à l'époque où nous commençons cette étude déjà réalisé un premier appareillage qui démontrait qu'une mesure directe de l'anisotropie de l'aimantation du nickel était possible. Il nous fallait améliorer cet appareil, l'adaptant à une gamme de température plus étendue, et revoir entièrement le problème du traitement du signal.

Afin de justifier le choix que nous avons fait, nous soulignons trois avantages immédiats du magnétomètre à échantillon tournant :

- a) rapidité de mesure accrue par rapport à celle obtenue par la méthode de la balance de torsion - mesure de couples.
- b) possibilité de mesurer aussi bien les constantes d'anisotropie de l'aimantation que celles d'anisotropie magnétocristalline, et ainsi de comparer nos résultats avec ceux obtenus par d'autres méthodes.
- c) prix de revient de l'ensemble relativement faible comparé à n'importe quelle autre méthode.

II - PRINCIPE DE MESURE

La mesure s'effectue par une méthode d'induction, en faisant tourner un échantillon ferromagnétique dans un champ magnétique statique. Plusieurs appareils utilisant un tel principe ont déjà été réalisés pour

l'étude de diverses propriétés des corps ferromagnétiques (13, 14, 15, 16). Ils sont connus dans la littérature sous le nom de "Rotating Sample Magnetometer" (R. S. M.).

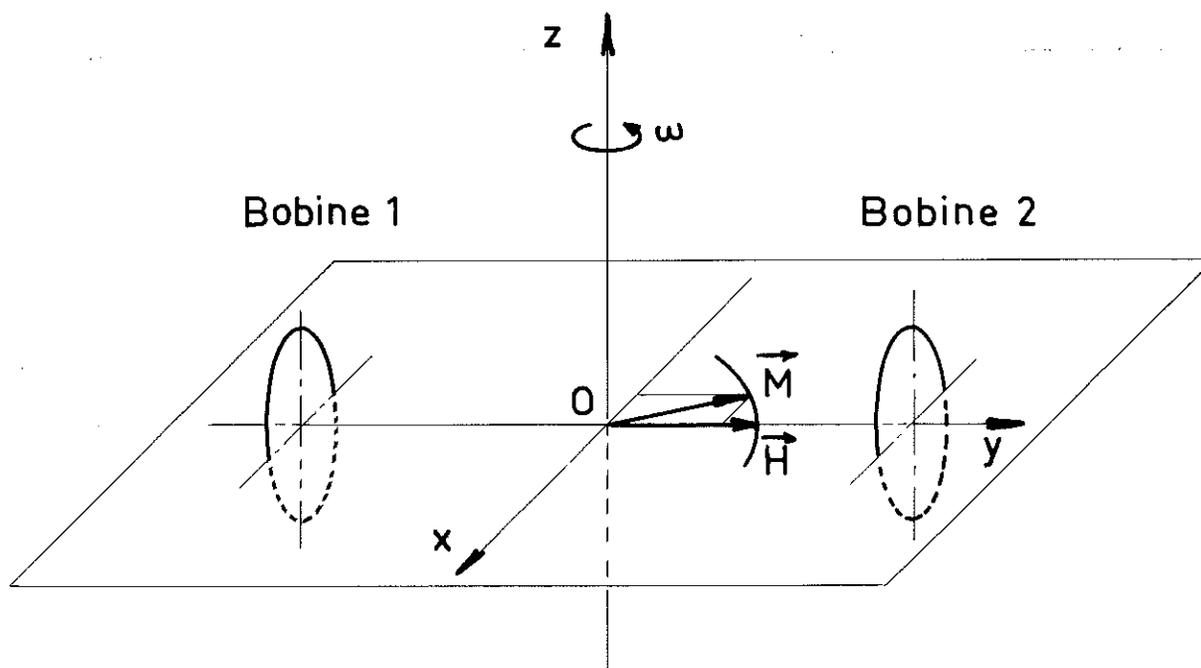


fig 2

La figure 2 présente schématiquement le principe du R. S. M. L'échantillon ferromagnétique est placé dans un champ magnétique \vec{H} et tourne à vitesse constante autour d'un axe OZ perpendiculaire à la direction du champ. L'aimantation tournera dans le plan XOY à condition que ce plan soit un plan de symétrie du cristal. Un système de bobines détecte les variations du flux magnétique au cours de la rotation. La f. e. m. induite contient toutes les informations sur l'anisotropie magnétocristalline et de l'aimantation, ainsi que sur l'amplitude de l'aimantation. Ces informations peuvent être obtenues par l'analyse des harmoniques produites au cours de la rotation.

Du point de vue pratique, la construction d'un appareillage adapté à nos besoins comporte quatre étapes essentielles que nous allons

mentionner et dont la discussion sera l'objet des paragraphes suivants :

- a) le choix d'un système de bobines adapté à la mesure d'une très petite variation d'aimantation.
- b) la construction d'un ensemble mécanique, assurant une grande stabilité, une rotation uniforme de l'échantillon autour d'un axe donné, et le moins possible de vibrations de l'échantillon.
- c) le choix du système adapté au traitement du signal obtenu.
- d) la fabrication et la préparation des échantillons.

III - LES BOBINES DE MESURE

Dans le cours de notre étude, nous avons étudié et réalisé des bobines de géométries diverses, adaptées aux nécessités expérimentales de notre montage, leurs caractéristiques essentielles étant :

- a) des dimensions compatibles avec l'entrefer de l'électro-aimant dont nous disposons (40 mm).
- b) une compensation soignée afin d'éliminer les contributions dues aux éventuelles fluctuations du champ appliqué.
- c) une possibilité d'orientation de leur axe par rapport à la direction du champ.
- d) une géométrie donnant un signal utile de l'ordre de quelques dizaines de nanovolts afin d'avoir un rapport signal sur bruit exploitable dans l'état actuel de l'électronique.

Nous allons décrire les deux systèmes qui nous ont permis d'obtenir les meilleurs résultats :

- 1 - Système de bobines fixes, de grande surface, extérieures à l'enceinte cryogénique ;
- 2 - Système de bobines mobiles, de plus petite surface, placées près de l'échantillon, à l'intérieur de l'enceinte cryogénique.

Système de Bobines 1 :

Chronologiquement, nous avons commencé par le système 1, dont les caractéristiques sont indiquées au Tableau 1. Le calcul des dimensions optima a été fait à l'aide d'un programme exploité à l'ordinateur et dont le principe est le suivant. On calcule le maximum de la fonction $P = F^2/R$, où F est le flux d'un dipole à travers une bobine cylindrique, R étant sa résistance. Ce calcul présente l'avantage d'être indépendant du diamètre de fil à utiliser, permettant ainsi ultérieurement l'adaptation de l'impédance des bobines aux exigences de l'électronique d'amplification. Le calcul se fait en faisant varier les dimensions de la bobine intérieure pas à pas. Une partie des résultats est montrée sur la figure 3. Une fois les bobines réalisées et assemblées, elles prennent l'emplacement indiqué sur la figure 4. La fixation se fait par l'intermédiaire de trois ressorts qui permettent en même temps un réglage de position par rapport aux pièces polaires.

Ce système à l'aide duquel nous avons pu obtenir de nombreux résultats présentait néanmoins quelques inconvénients, rendant son utilisation "peu commode". Le principal résidait dans la difficulté d'aligner l'axe des deux bobines entre elles et l'ensemble par rapport à la direction du champ. Ce dernier point est particulièrement important, puisqu'une petite déviation " ϵ " de l'axe des bobines par rapport à la direction du champ introduit dans la composante de l'aimantation intervenant pour le calcul du flux

$$M_m = M [\cos (\vec{M}, \vec{H}) + \epsilon \cdot \sin (\vec{M}, \vec{H})] \quad (15)$$

une contribution des termes d'anisotropie magnétocristalline sous la forme $M \cdot \sin (\vec{M}, \vec{H}) = \text{Couple d'anisotropie} / \text{Champ appliqué}$.

Comme nous le verrons au chapitre III, l'expression de la f. e. m. induite, dans le cas d'un échantillon sphérique tournant autour d'un axe $[100]$ sera donnée par

$$e \sim \omega \left[\left(\frac{M_1}{2} + \frac{M_3}{8} \right) \sin 4\phi + 2\epsilon \frac{K_1'}{H} \cos 4\phi \right] \quad (16)$$

X = 0,400	Y = 2,100	P = 0,006326	Z = 4,874	T = 5,000
R = 3,295098	F = 0,144372			
X = 0,400	Y = 2,200	P = 0,006627	Z = 4,855	T = 5,000
R = 3,667144	F = 0,155887			
X = 0,400	Y = 2,300	P = 0,006885	Z = 4,833	T = 5,000
R = 4,062583	F = 0,167248			
X = 0,400	Y = 2,400	P = 0,007101	Z = 4,809	T = 5,000
R = 4,482056	F = 0,178399			
X = 0,400	Y = 2,500	P = 0,007273	Z = 4,783	T = 5,000
R = 4,926150	F = 0,189291			
X = 0,400	Y = 2,600	P = 0,007404	Z = 4,755	T = 5,000
R = 5,395894	F = 0,199873			
X = 0,400	Y = 2,700	P = 0,007492	Z = 4,723	T = 5,000
R = 5,891733	F = 0,210101			
X = 0,400	Y = 2,800	P = 0,007541	Z = 4,689	T = 5,000
R = 6,414575	F = 0,219931			
→ X = 0,400	Y = 2,900	P = 0,007550	Z = 4,652	T = 5,000
R = 6,965288	F = 0,229316			
X = 0,400	Y = 3,000	P = 0,007521	Z = 4,611	T = 5,000
R = 7,544772	F = 0,23212			
X = 0,400	Y = 3,100	P = 0,007456	Z = 4,567	T = 5,000
R = 8,154027	F = 0,246573			
X = 0,400	Y = 3,200	P = 0,007356	Z = 4,519	T = 5,000
R = 8,794159	F = 0,254347			
X = 0,400	Y = 3,300	P = 0,007223	Z = 4,467	T = 5,000
R = 9,466269	F = 0,261481			
X = 0,400	Y = 3,400	P = 0,007057	Z = 4,410	T = 5,000
R = 10,171701	F = 0,267915			
X = 0,400	Y = 3,500	P = 0,006859	Z = 4,348	T = 5,000
R = 10,911892	F = 0,273580			
X = 0,400	Y = 3,600	P = 0,006631	Z = 4,280	T = 5,000
R = 11,688463	F = 0,278398			
X = 0,400	Y = 3,700	P = 0,006373	Z = 4,206	T = 5,000
R = 12,503252	F = 0,282274			

Fig. 3

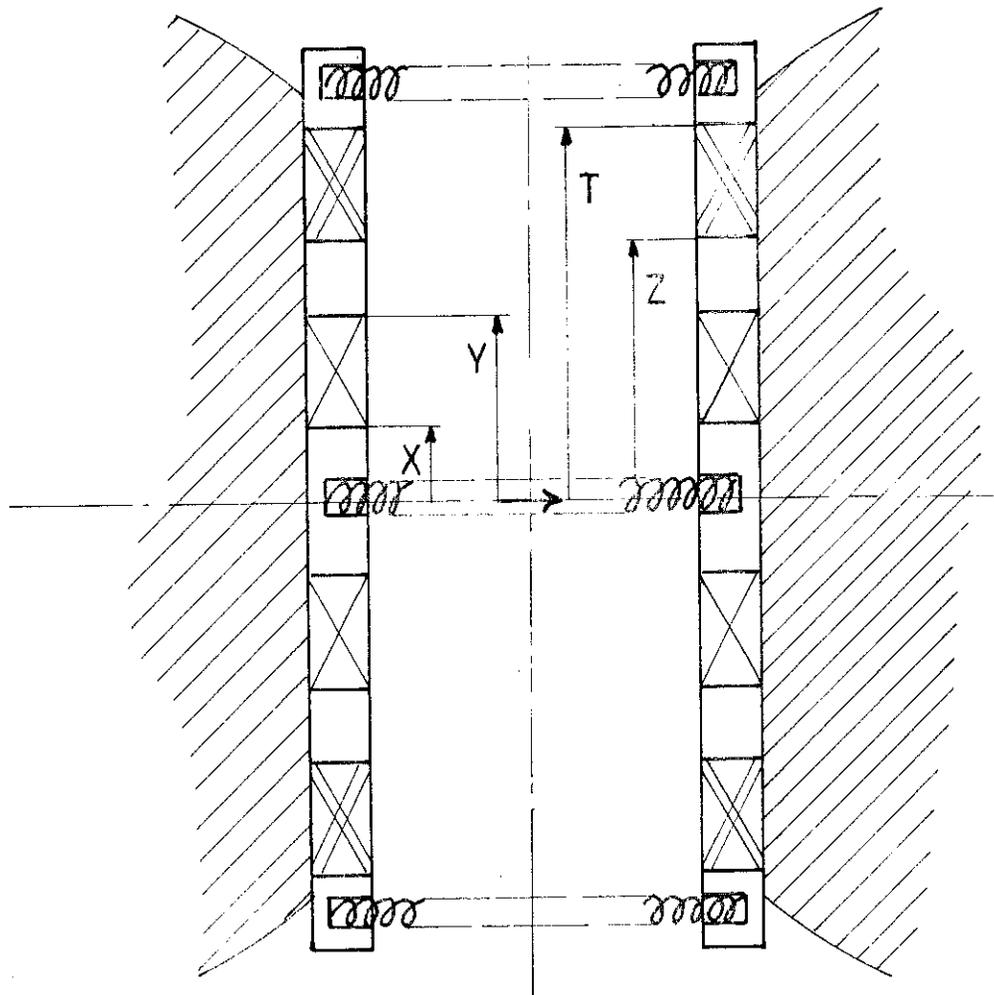


fig 4

	bob. de mesure	bob. de compensation
calculée cab 500	X = 0,4 cm Y = 2,9 cm	Z = 4,65 cm T = 5,00 cm
enroulement	cuivre emailé $\Phi 15/100$ mm	
Nb. spires	4956	690
resistance	505 Ω	211 Ω
surface	48.000 cm ²	48.000 cm ²

tabl. 1

si on se limite à l'harmonique 4 du développement en série de Fourier de l'expression de la f. e. m. induite.

Ainsi par exemple, pour le nickel à 20°C et pour un champ appliqué de 10 000 Oe, $K_1 = -5 \cdot 10^4$ erg/cm³ et $\frac{M_1}{2} + \frac{M_3}{8} = 0,2$ u. e. m./cm³, une désorientation de 1° donnerait une contribution de 0,1 u. e. m./cm³, qui est de l'ordre de grandeur du terme à mesurer. Il nous faut donc arriver à réduire ϵ à quelques minutes d'arc si l'on veut rendre cette contribution négligeable ce qui ne s'est pas passé sans quelques difficultés.

D'autre part, l'absence de guidage mécanique - le champ magnétique empêchant l'utilisation de roulements à billes - pour le système tournant, faisait apparaître des vibrations au niveau de l'échantillon. On engendrait ainsi des signaux à basse fréquence qui perturbaient les mesures. Il est important de souligner qu'une vibration, ou une rotation excentrée de l'échantillon fait intervenir une variation de flux proportionnelle à M_s , aimantation à saturation, cette variation étant à comparer à celle induite par l'anisotropie de l'aimantation ΔM . Pour le nickel à 20°C, le rapport des variations de flux induites par une vibration d'amplitude $\delta r = 10^{-1}$ mm, autour de la position d'équilibre et les variations de flux induites par l'anisotropie de l'aimantation ΔM est de 10^{-2} . Il apparaissait nécessaire de réduire les vibrations jusqu'à une amplitude maximale de 10^{-2} mm.

L'utilisation d'un guidage par trois pointes en teflon, ou l'amortissement des vibrations en plongeant le système tournant dans de la glycérine nous a permis de résoudre momentanément le problème, mais il apparaissait nécessaire de revoir entièrement la question.

Un autre argument en faveur de ce dernier point était que pour pouvoir exploiter nos mesures nous devons utiliser les valeurs des constantes d'anisotropie magnétocristalline obtenues par d'autres méthodes. Ceci rendait nos résultats dépendants de ces méthodes.

Systeme de Bobines 2 :

Nous avons ainsi étudié un système de bobines répondant aux caractéristiques énumérées en 2. Les bobines ont alors une double fonction. Détection du signal et en même temps support de guidage pour l'échantillon, éliminant ainsi les sources d'erreur provenant des vibrations mécaniques et d'un mauvais centrage de celui-ci. Ce système, de petites dimensions, était tel que l'axe des bobines pouvait prendre toutes les directions par rapport à la direction du champ et en particulier la position perpendiculaire, permettant une mesure commode des constantes d'anisotropie magnétocristalline.

Sur la figure 5 sont montrées les dimensions et les positions relatives des bobines de mesure et de la bobine de compensation.

Les caractéristiques de ces bobines sont données dans le Tableau II.

La compensation et l'équilibrage des bobines ont été effectuées à l'aide d'un fluxmètre. Les variations de flux étaient obtenues par des variations du champ d'un électro-aimant, dans l'entrefer duquel étaient placées les bobines. Nous avons ainsi pu réaliser une compensation à mieux que 10^{-3} .

Nous avons fait le calcul approché du flux à travers les bobines en fonction de la position du dipole \vec{m} de coordonnées cartésiennes α , β et γ en considérant quatre spires de rayons moyen R comme le montre la figure 6.

$$\vec{A} = \frac{\mu_0}{4\pi} \frac{\vec{m} \wedge \vec{r}}{r^3} \quad \vec{B} = \text{rot } \vec{A} \quad (17)$$

$$\phi = \int_S \text{rot } \vec{A} \cdot d\vec{s} = \int_C \vec{A} \cdot d\vec{l} \quad (18)$$

où \vec{A} représente le potentiel vecteur, S et C respectivement la surface et la longueur de la spire, le flux total étant donné par

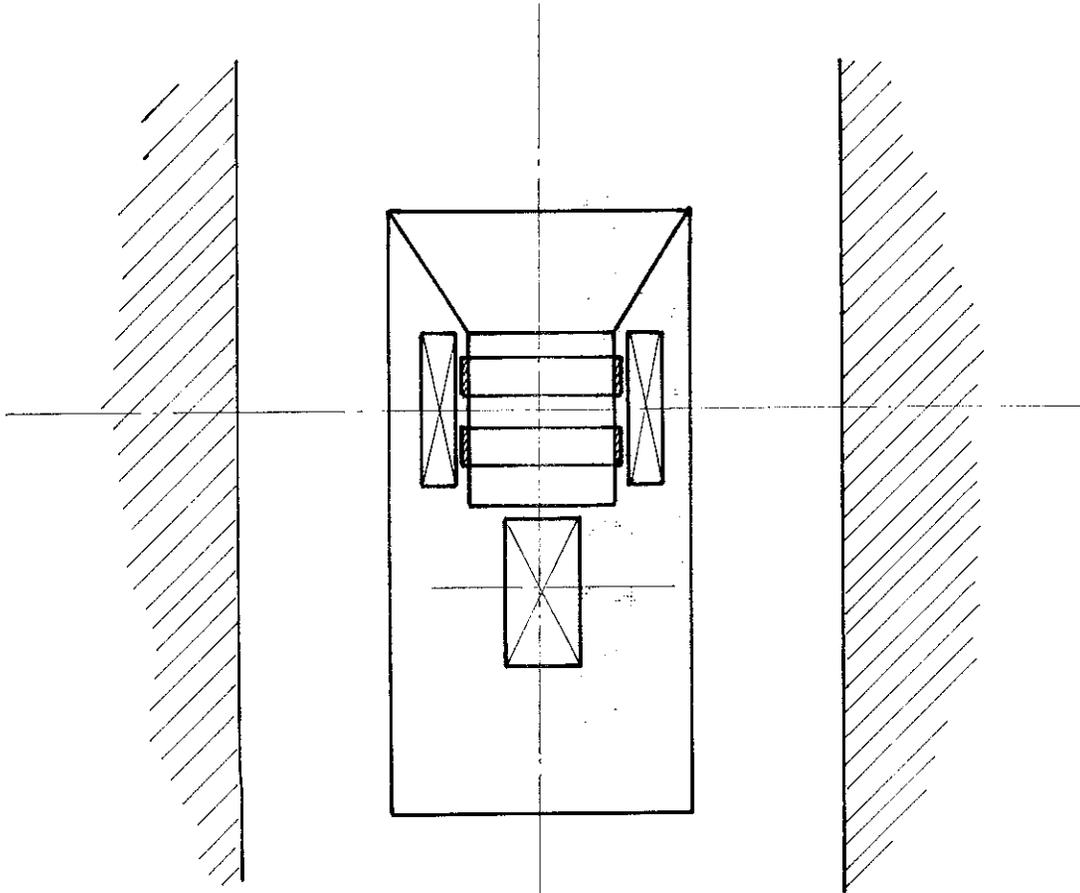


fig 5

	bob. de mesure	bob. de compensation
r. int.	2,5 mm	2,5 mm
r. ext.	5 mm	5 mm
largeur	2,5 mm	5 mm
enroulement	cuivre emailé ϕ 7/100 mm	
Nb. spires	860	1720
resistance	107,5 Ω	212,3 Ω
surface	378 cm ²	756 cm ²

tabl. 2

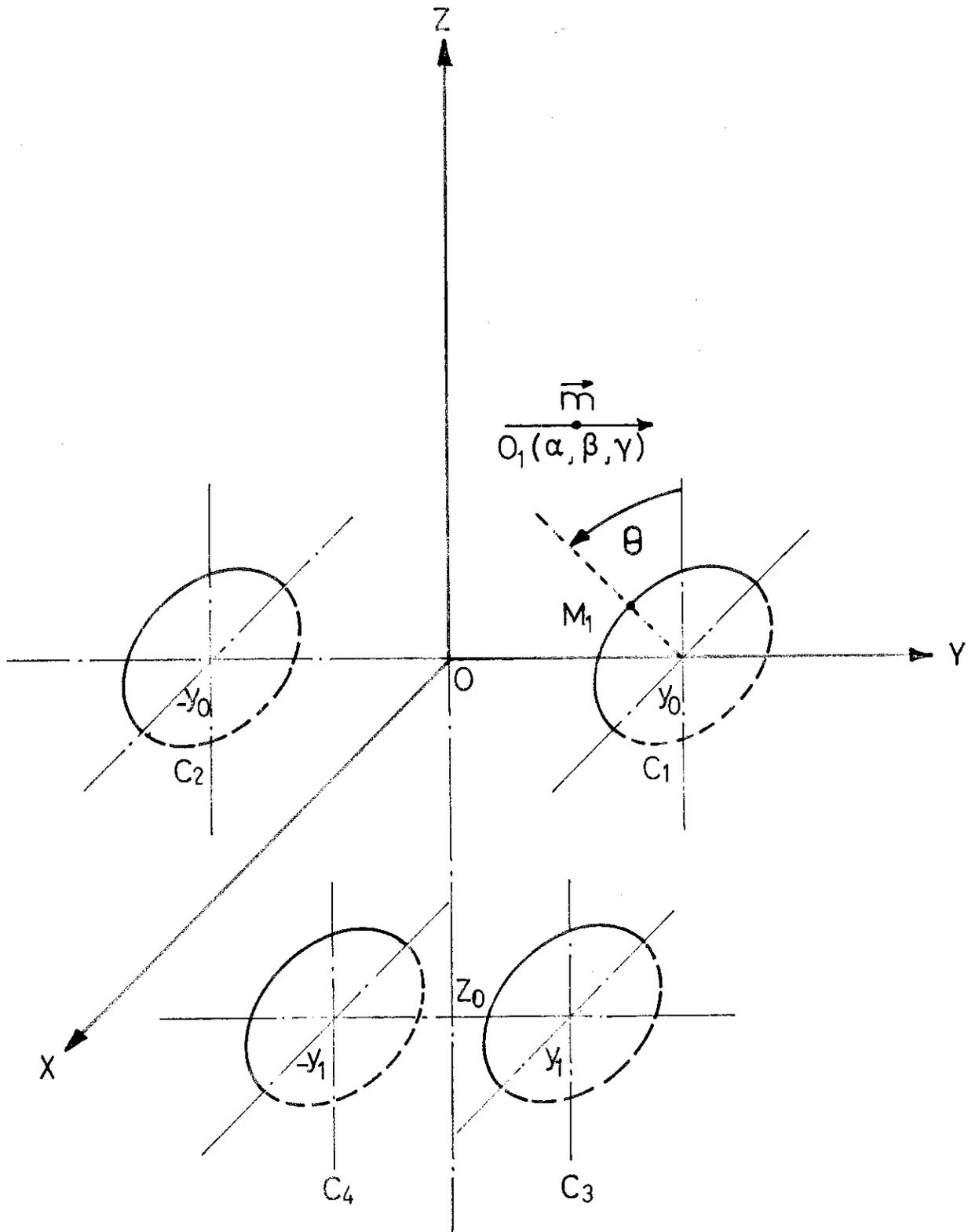


fig 6

$$\phi_T = \frac{\mu_0}{4\pi} \frac{1}{m} \cdot \sum_{i=1}^4 \frac{\vec{r}_i \wedge d\vec{l}_i}{r_i^3} \quad (19)$$

où $\vec{r}_i = \overrightarrow{O_1 M_i}$

La composante du produit vectoriel suivant Y se réduit à l'expression

$$\phi_T = \frac{\mu_0 m}{4\pi} \left[\int_0^{2\pi} \left(R^2 - R (\alpha \sin \theta + \gamma \cos \theta) \right) \left(r_1^{-3} + r_2^{-3} - r_3^{-3} - r_4^{-3} \right) d\theta + \int_0^{2\pi} R z_0 \cos \theta \left(\frac{1}{r_3} + \frac{1}{r_4} \right) d\theta \right] \quad (20)$$

avec $r_1^2 = (R \sin \theta - \alpha)^2 + (y_0 - \beta)^2 + (R \cos \theta - \gamma)^2$ et des expressions similaires pour r_2^2, r_3^2, r_4^2 .

Le développement en série de Taylor de $\phi(\alpha, \beta, \gamma)$ s'écrit :

$$\phi(\alpha, \beta, \gamma) = \phi(0, 0, 0) + \gamma \frac{\partial \phi}{\partial \gamma}(0, 0, 0) + \frac{\alpha^2}{2} \left(\frac{\partial^2 \phi}{\partial \alpha^2} \right)_0 + \frac{\beta^2}{2} \left(\frac{\partial^2 \phi}{\partial \beta^2} \right)_0 + \frac{\gamma^2}{2} \left(\frac{\partial^2 \phi}{\partial \gamma^2} \right)_0 \quad (21)$$

soit avec les valeurs numériques de R, z_0, y_0 et y_1 choisies :

$$\phi = \frac{\mu_0 m}{4\pi} \left[434,848 - 12,578 \gamma - 11,727 \alpha^2 + 25,732 \beta^2 - 22,976 \gamma^2 \right] \quad (22)$$

α, β, γ sont exprimés en millimètres et toutes les autres quantités en MKS.

En dérivant l'expression (22) par rapport à γ on peut constater que le point de flux maximum se situe à 0,273 mm en-dessous de (0, 0, 0). La nouvelle fonction de flux pour cette origine devient alors :

$$\phi = \frac{\mu_0 m}{4\pi} \left[436,569 - 11,727 \alpha^2 + 25,732 \beta^2 - 22,976 \gamma^2 \right] \quad (23)$$

Afin d'assembler rigidement les bobines entre elles on a utilisé la méthode suivante. Dans un rondin d'araldite chargée au talc, on a usiné

des emplacements pour les bobines déjà compensées. Une fois le raccord des fils effectué, les chambrages furent remplis d'araldite au talc non polymérisée. Après polymérisation, un alesage intérieur pour le guidage du tube tournant fut usiné jusqu'à arriver à 1/10 mm des premières spires des bobines. Afin d'éviter l'usure due au frottement avec le porte-échantillon, aussi en araldite, deux bagues en bronze-béryllium furent incorporées à l'intérieur, la lubrification étant assurée par l'usage répété de teflon pulvérisé.

IV - DESCRIPTION DE L'ENSEMBLE DE L'APPAREIL

(les numéros cerclés correspondent aux références, sur le schéma général de la figure 7)

Une alimentation stabilisée VARIAN de 10 KW, réglée en courant, alimente un électro-aimant TEK-ELEC (1), permettant d'obtenir des champs allant jusqu'à 20 kOe avec une stabilité de 10^{-5} dans 1 cm^3 . L'entrefer est de 40 mm, la partie rectifiée de la pièce polaire a un diamètre de 100 mm. L'échantillon (2) est placé au milieu des pièces polaires, dans un porte-échantillon qui s'adapte au tube tournant (3) avec une portée conique de centrage. Un moteur synchrone direct SLO-SYN (4) entraîne le tube tournant, par l'intermédiaire d'un arbre à roulements. Un ensemble de trois plateaux en aluminium est à la base du système de réglage qui sera décrit au paragraphe suivant. Un premier plateau (5), percé de douze trous disposés en couronne et symétriquement par rapport au centre, est fixé au tube tournant et tourne ainsi avec l'échantillon. Les deux autres plateaux (6) et (7) sont rigidement liés entre eux, mais peuvent tourner ensemble autour de l'axe. Sur (6) sont fixées deux lampes pouvant faire entre elles des angles de 30° , 45° , 60° ou 90° . Sur (7), et en face des lampes, deux cellules photo-électriques, dont une munie d'un réglage fin de position, seront excitées à chaque passage d'un trou ouvert. Pour positionner les bobines par rapport à la direction du champ, une roue dentée (8) est solidaire du tube (9), au bout duquel est fixé le porte-bobines (10). La rotation de la roue dentée se fait soit manuellement soit à l'aide d'un moteur. L'étanchéité entre le tube (9) et le système de rotation se fait par un joint tournant en caoutchouc. A l'extérieur de ce tube est placé un autre tube fixé au châssis.

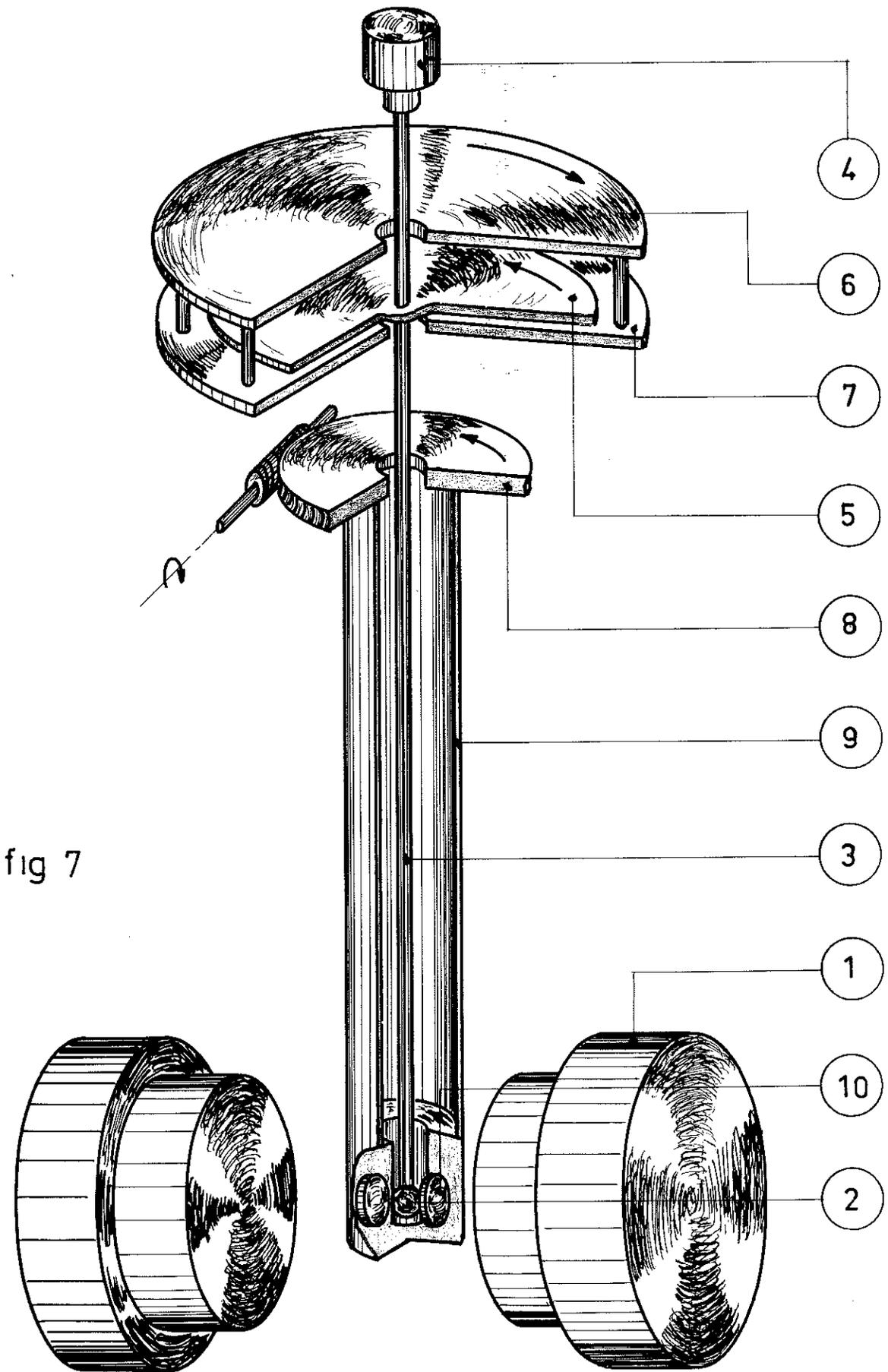


fig 7

Schéma de principe du magnétomètre à échantillon tournant

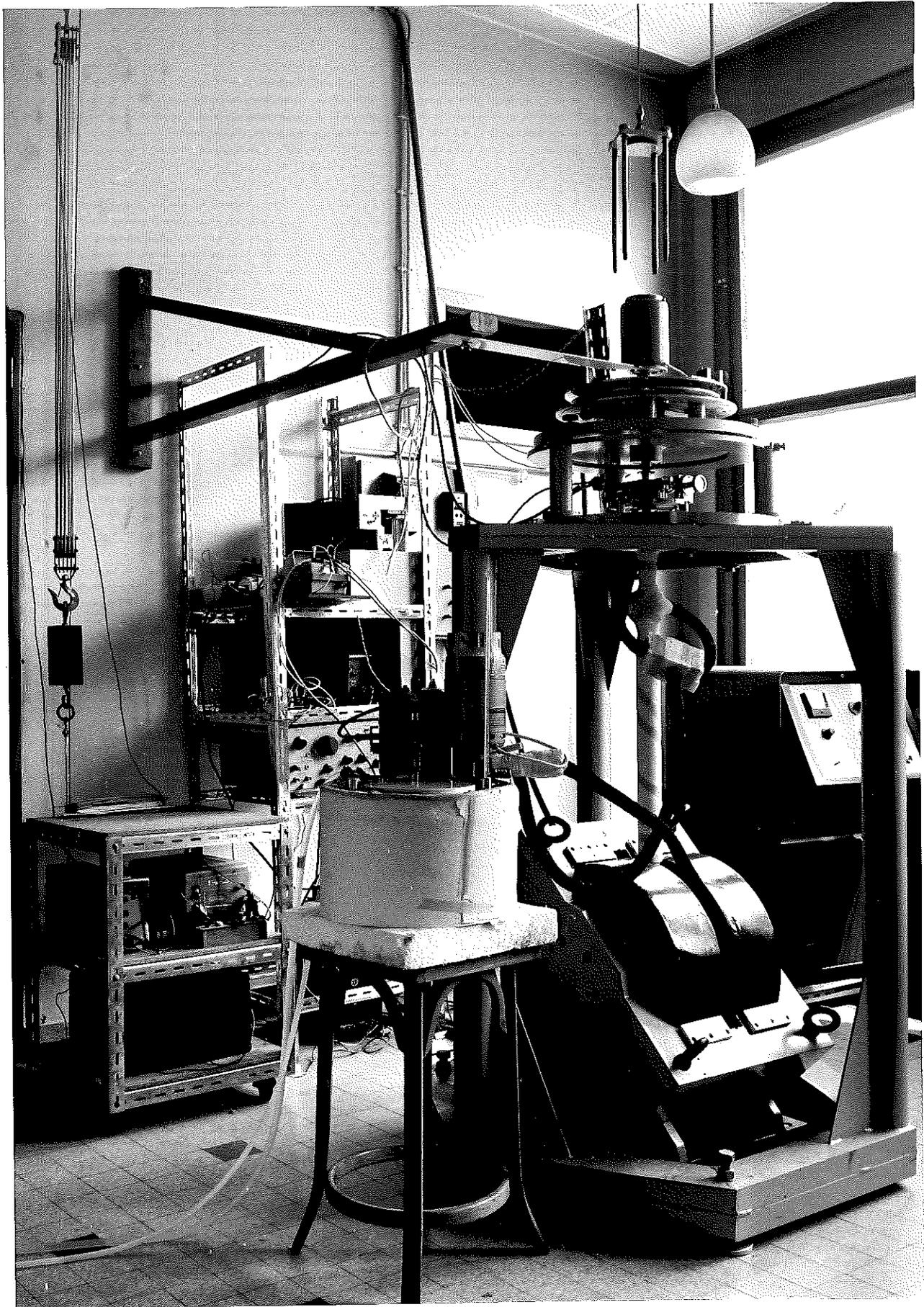
L'espace entre chacun de ces tubes peut être rempli de liquide cryogénique ou d'un gaz d'échange. Cet ensemble est placé à l'intérieur d'un vase dewar en verre. Une garde d'azote permet de réduire les pertes du dewar. Ne disposant dans ce montage d'aucun moyen de régulation de température, nous avons construit une enceinte qui se substitue au cryostat, pour des mesures entre l'ambiante et -60°C . Nous y faisons circuler un liquide cryogénique - alcool - dont la température est stabilisée par un thermostat. L'élément réfrigérant est la glace carbonique. Nous avons ainsi pu obtenir des températures allant jusqu'à -60°C , stabilisées au niveau de l'échantillon à mieux que $0,2^{\circ}\text{C}$. Les fils de mesure, provenant des bobines, ainsi que ceux qui viennent de la résistance de platine de mesure de température, incorporée dans le porte bobine, se relient à l'extérieur par une prise étanche. Le dispositif est complété par un système de levage du plateau tournant, permettant un rapide accès à l'échantillon.

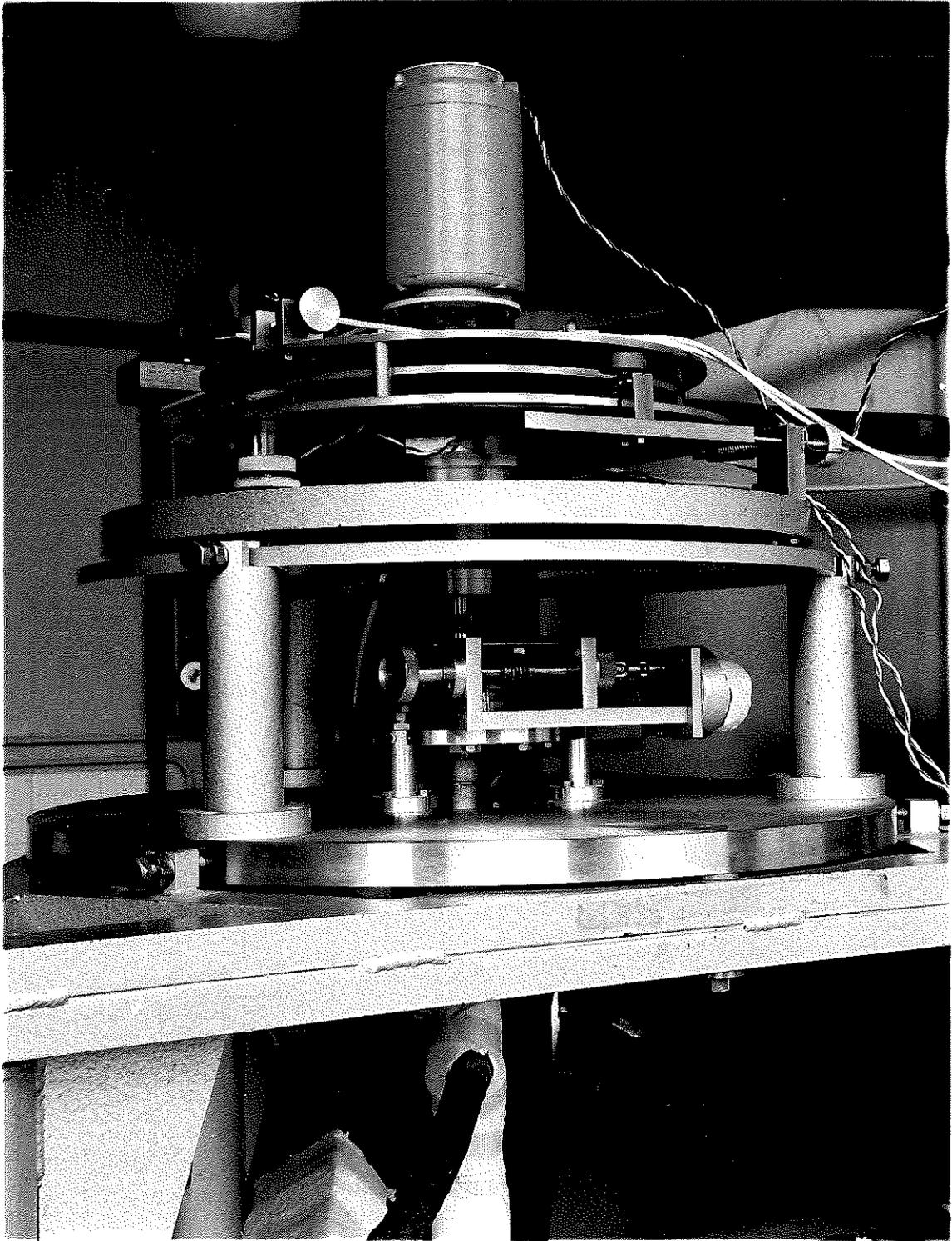
Une potence en bois, liée élastiquement au moteur, permet d'absorber une partie des vibrations produites par celui-ci, empêchant ainsi celles ne se transmettent au châssis sur lequel repose tout l'ensemble du montage.

Les photos 1 et 2 donnent une vue d'ensemble de l'appareillage et un détail du système de réglage des plateaux.

V - TRAITEMENT DU SIGNAL

Nous nous sommes fixés comme objectif premier la mesure directe des différentes composantes de l'anisotropie de l'aimantation ; il nous faut pour cela recourir à la détection et à l'analyse individuelle de chacune des harmoniques du signal obtenu dans les bobines, jusqu'à un ordre compatible avec le niveau d'amplification dont nous disposons. Pour réaliser cette détection, nous avons eu recours à deux méthodes distinctes de traitement du signal : la détection synchrone et la corrélation.





Aussi bien pour la première que pour la seconde de ces méthodes il était indispensable de disposer d'un signal de référence, de même période fondamentale que l'harmonique à déterminer, le déphasage entre ces deux signaux devant être réglable.

Nous allons décrire successivement le signal de référence, la méthode de détection synchrone et la méthode de corrélation.

La formulation mathématique de ces deux méthodes est rappelée brièvement aux Appendices I et II.

A - Le signal de référence

Comme nous l'avons signalé au paragraphe précédent, c'est l'ensemble des plateaux (5), (6), et (7) qui sont à la base du système de génération du signal de référence. Au cours de la rotation, le plateau (5) permet l'excitation de deux cellules photoélectriques, sous la forme d'un nombre d'impulsions multiple de la fréquence de rotation de l'échantillon. Ces impulsions, de polarité alternée, "attaquent" un multivibrateur bistable, construit à l'aide d'un amplificateur opérationnel, et dont le schéma est montré sur la figure 8.

MULTIVIBRATEUR BI STABLE

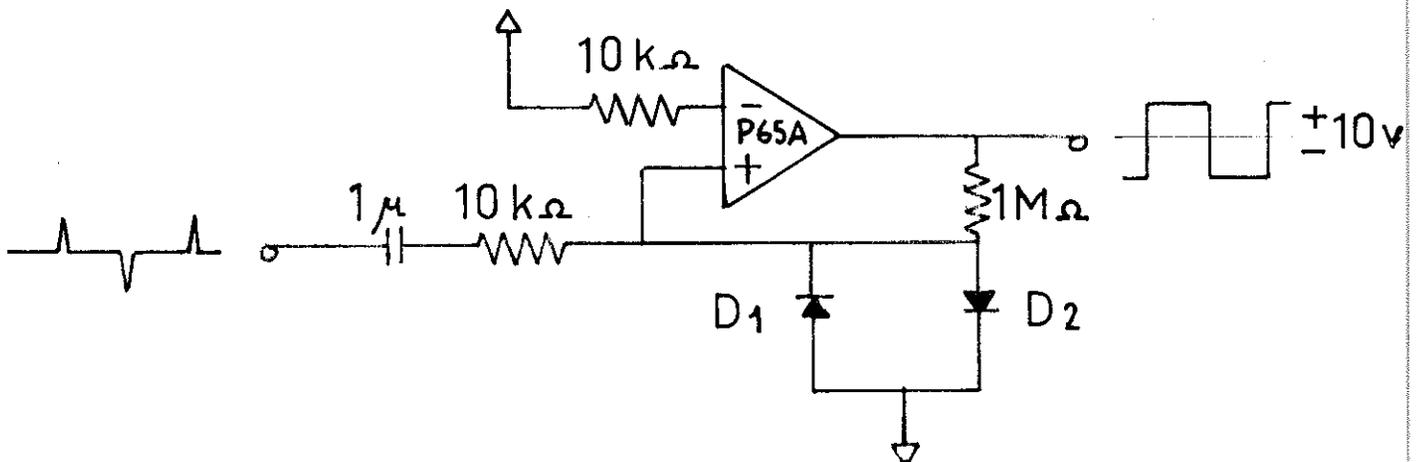


fig 8

Un multivibrateur bistable est un circuit à deux états stables ; il va rester indéfiniment dans un de ces états jusqu'à ce qu'une impulsion de polarité opposée le fasse changer. Nous obtenons en sortie une fonction qui sert de signal de référence et qui dans le cas qui nous concerne est une fonction carrée.

Sur la figure 9 est présentée une vue éclatée de l'ensemble montrant comment on peut mécaniquement déphaser le signal de référence du signal à analyser. Ce réglage est spécialement important en corrélation. Dans la détection synchrone le déphasage est fait électroniquement par le détecteur lui-même.

B - La détection synchrone ; amplificateur à détection synchrone

Un amplificateur à détection synchrone est un système qui a pour fonction de sélectionner une bande de fréquence du spectre appliquée à l'entrée et transposer l'information contenue dans cette bande de fréquence dans une autre centrée autour de la fréquence zéro. L'élément essentiel d'un tel amplificateur - "amplificateur Lock-in" suivant la terminologie américaine - est un détecteur de phase, dans lequel le signal à étudier est "mêlé" avec un signal de référence produisant des fréquences somme et différence des fréquences d'entrée. Un filtre passe-bas disposé en sortie du "mélangeur" rejette les hautes fréquences correspondant aux fréquences somme et laisse passer les fréquences différence qui se situent dans sa bande passante. En particulier, l'harmonique résultant de la différence entre le signal et la référence sera de fréquence nulle. Les harmoniques différence résultant des autres composantes du spectre de fréquences, dont l'écart par rapport à la fréquence de référence est supérieur à la fréquence de coupure du filtre, seront atténuées. Par conséquent, la sortie du filtre passe-bas sera constitué par la partie du spectre de fréquence du signal situé autour de la fréquence de référence dans une bande passante déterminée par ce filtre.

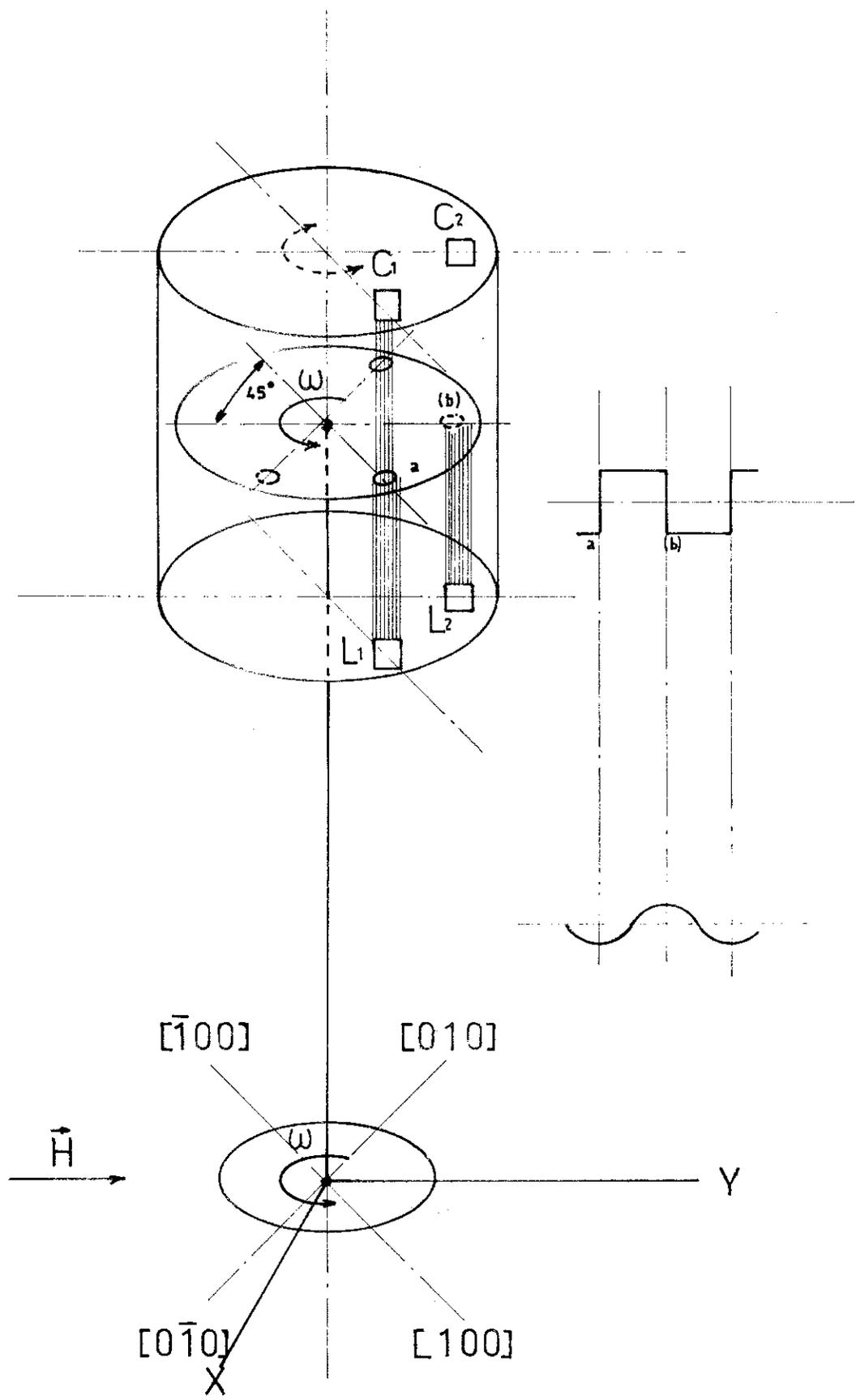


fig 9

L'analyse justifiant ce qui vient d'être énoncé précédemment se trouve résumée dans l'Appendice I.

Le schéma fonctionnel du Lock-in-Amplifier PAR HR8 est représenté sur la figure 10 :

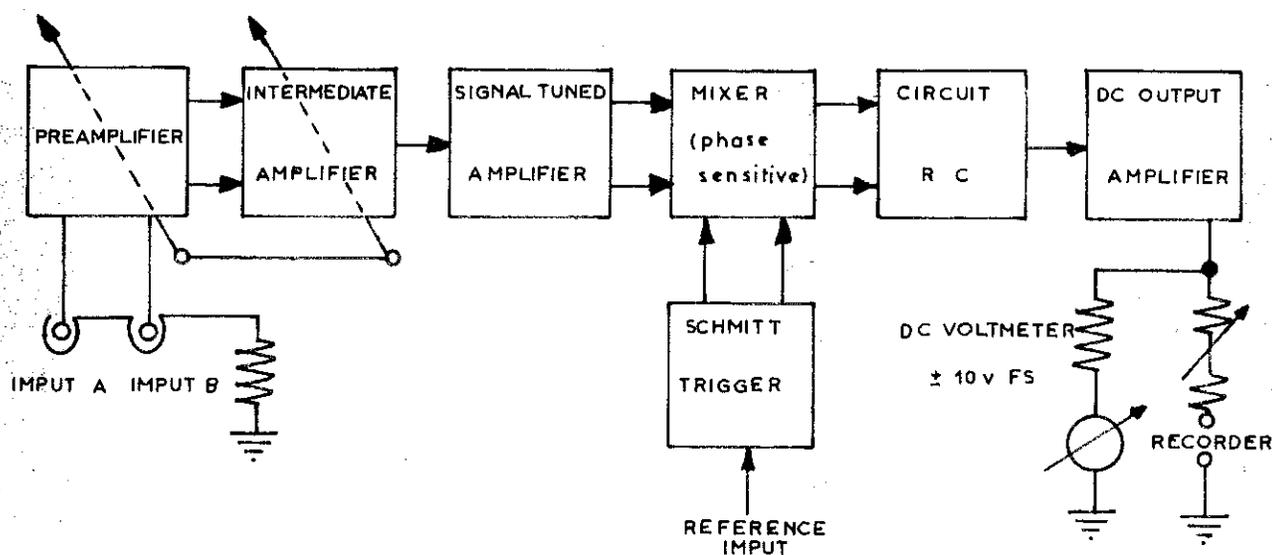


fig 10

Dans la version commercialisée des amplificateurs à détection synchrone, le "mélange" du signal ne s'effectuera pas avec une fonction de référence carrée, mais avec une fonction sinusoïdale obtenue à partir de la référence : ce qui a pour effet d'éliminer les fréquences somme $3\nu_s$, $5\nu_s$, ... et de ne garder que la bande autour de la fréquence zéro.

Afin de mieux illustrer le fonctionnement de l'étage "mélangeur", on a représenté sur la figure 11 la tension de sortie, quand la référence

est en phase avec le signal (a) et quand la référence est déphasée de 90° par rapport au signal (b).

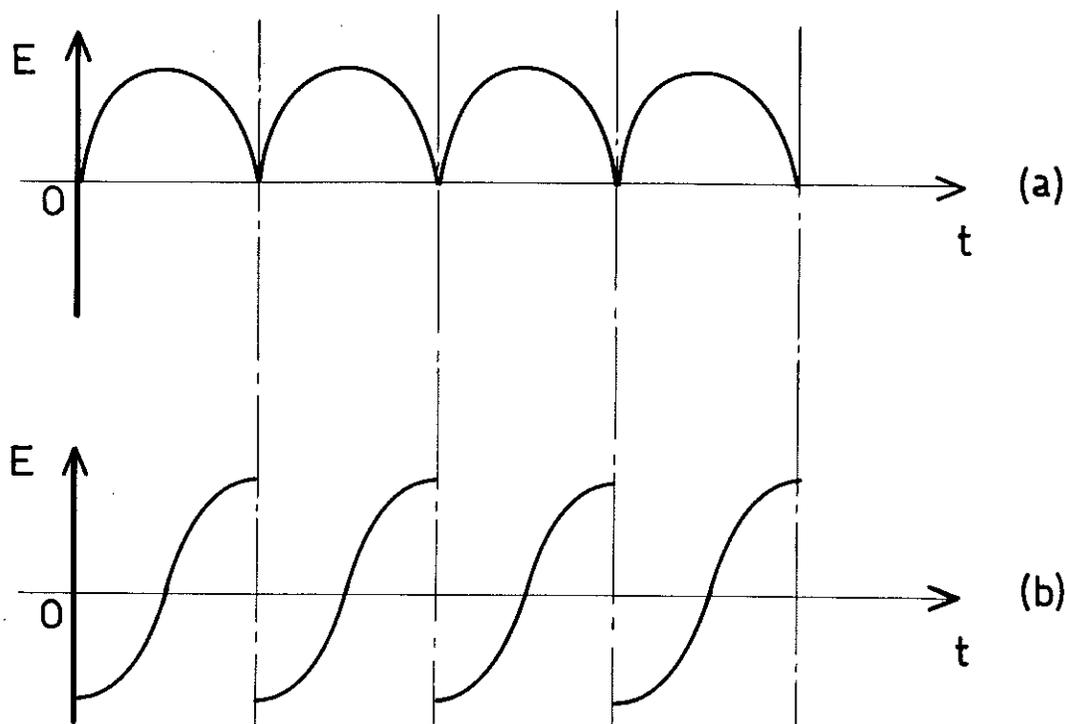


fig:11

L'appareil est complété par un générateur interne de fonctions carrées qui fournit un certain nombre de tensions de référence, utilisées pour calibrer le gain du circuit de mesure.

cette méthode nous apparaissait comme précise et de manipulation commode pour l'analyse des différentes harmoniques que nous devons séparer. Le principal inconvénient résidait dans son utilisation dans une gamme de fréquence très basse, inférieure à 5 Hz, cette gamme nous étant imposée afin d'éliminer partiellement l'effet des courants de Foucault induits dans l'échantillon au cours de la rotation. Ces courants de Foucault vont générer un signal synchrone et de même fréquence que le signal due aux propriétés

anisotropes du matériau. Nous discuterons leur effet au chapitre III.

En effet, la gamme de fréquences entre 1 et 10 Hz correspond aux moins bonnes conditions d'utilisation du pré-ampli du lock-in (figure 12) ainsi qu'à un temps d'attente plus long avant que le signal atteigne son état stable.

Cette méthode a été utilisée avec entière satisfaction sauf pour un certain nombre de cas que nous discuterons au chapitre III. Parallèlement à l'utilisation de cette méthode, nous en avons utilisé une autre - la corrélation - que nous allons décrire au paragraphe suivant.

C - La corrélation

Dans la théorie de l'analyse harmonique, on définit la fonction de corrélation de deux fonctions $f_1(t)$ et $f_2(t)$ par

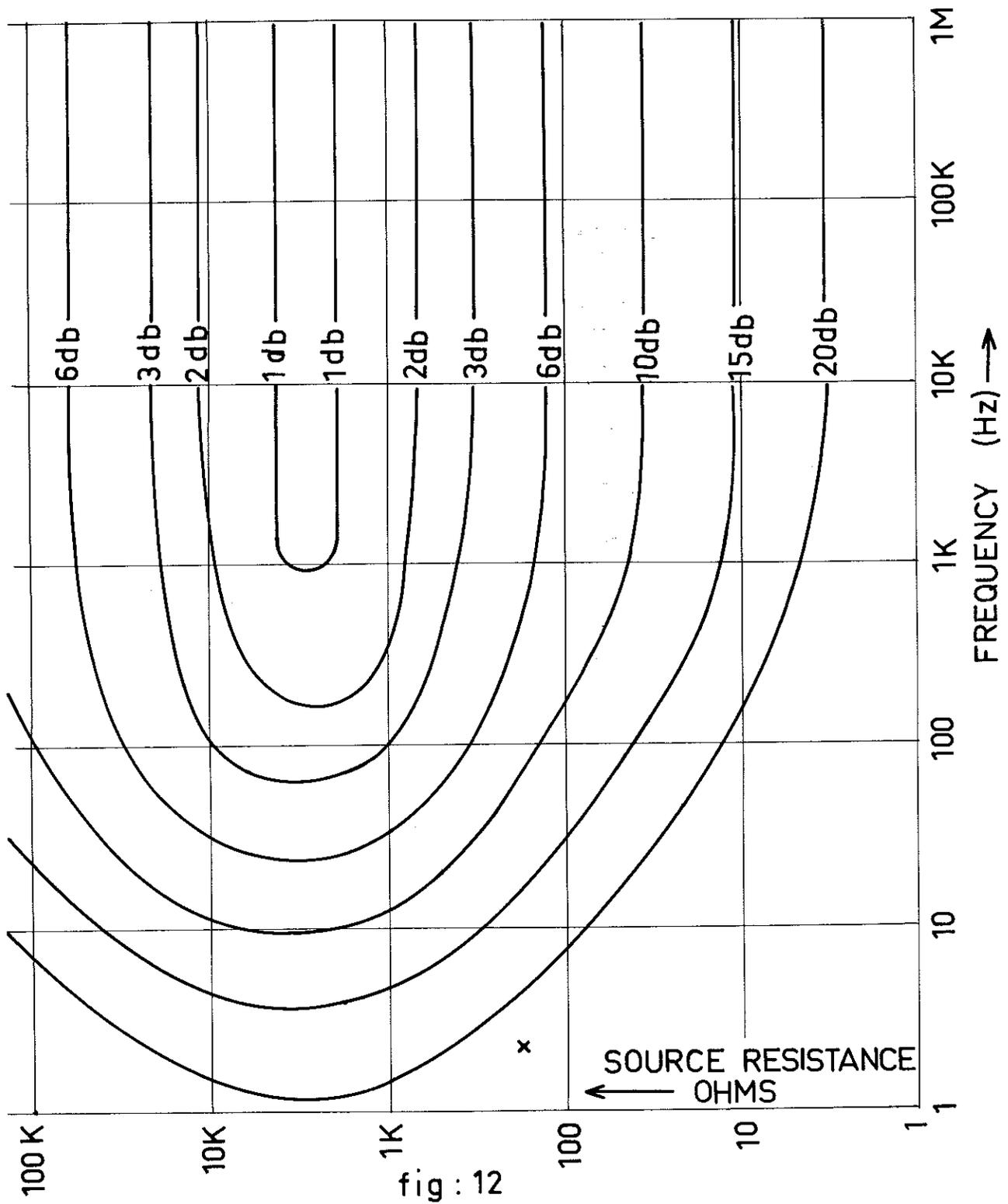
$$\frac{1}{T_1} \int_{-T_1/2}^{+T_1/2} f_1(t) \cdot f_2(t + \tau) \cdot dt \quad (24)$$

où $f_1(t)$ et $f_2(t)$ ont la même période T_1 , τ pouvant varier d'une façon continue de $-\infty$ à $+\infty$ et indépendamment de t .

Cette définition implique trois opérations distinctes :

- a) à l'une des fonctions périodiques on donne un déplacement du temps τ ;
- b) la fonction ainsi déplacée est multipliée par une autre fonction périodique de même fréquence fondamentale ;
- c) la valeur moyenne du produit est obtenue par intégration sur une période complète.

Ces opérations se répètent pour chaque valeur de τ comprise entre $-\infty$ et $+\infty$.



Contours of constant noise figure for a typical PAR Type C preamplifier as a function of frequency and source resistance at 290°K

D'après Lee ⁽¹⁷⁾, un "appareil" pouvant réaliser l'ensemble des opérations décrites est un corrélateur.

La corrélation dont le domaine d'applicabilité s'étend aux fonctions apériodiques et aux fonctions aléatoires présente deux variantes définies suivant le type de renseignement que l'on veut obtenir et qui du point de vue mathématique s'expriment par :

Autocorrélation : $f_1(t) = f_2(t)$

Intercorrélation (aussi appelée crosscorrélation) : $f_1(t) \neq f_2(t)$

Nous donnons en Appendice II une analyse de la corrélation, les caractéristiques fondamentales de l'intercorrélation et de l'auto-corrélation et justifions notre choix pour la première de ces techniques. L'appareil que nous avons construit et dont le schéma fonctionnel est représenté sur la figure 13 comprend bien les caractéristiques définissant un corrélateur.

Schema fonctionnel du CORRELATEUR

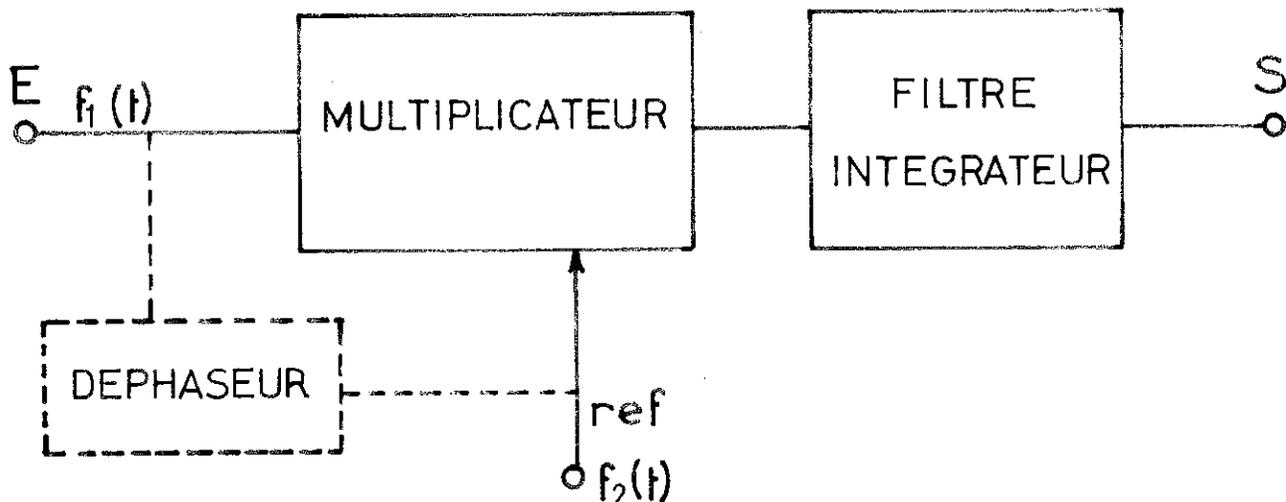


fig 13

Nous allons analyser chacun de ses éléments dont le schéma électronique est représenté sur la figure 14.

Déphaseur : C'est à l'aide de l'ensemble des plateaux (5), (6), (7) que se fait le déphasage entre le signal et la fonction de référence, en avançant ou en retardant l'origine des déclenchements par rapport au passage d'une direction cristallographique donnée dans la direction du champ appliqué \vec{H} , comme nous l'avons décrit dans ce paragraphe à propos du signal de référence. Un réglage optique permet de faire l'ajustement de phase avec une précision supérieure à 1 minute d'arc.

Multiplieur : La multiplication du signal à l'entrée par la fonction carrée de référence est effectuée par l'intermédiaire du Relais Clare double inverseur à contacts de mercure (3') dont le choix a été conditionné par sa rapidité d'inversion et son faible bruit thermoélectrique de contact. Le résultat du produit est obtenu en sortie d'un amplificateur différentiel de gain unité (4').

Filtre intégrateur : La fonction est intégrée par un filtre passe-bas (5') ayant pour fonction de transfert une fonction de Butterworth du troisième ordre. La figure 15 montre le schéma électronique de ce filtre, ainsi que la figure type de sa réponse à un échelon. Ce dispositif est complété par un étage d'amplification (2'), avant le relais, pour pouvoir amener le signal à un niveau compatible avec les conditions de fonctionnement du relais, et un transformateur (1') qui élimine la composante continue du signal d'entrée ; un filtrage par des capacités de valeurs appropriées permet d'éliminer les fréquences supérieures à 20 Hz.

La nécessité d'amplifier des signaux d'un niveau très différent, dans un rapport allant de 1 à 1 000, nous a amené à utiliser différents types d'amplificateurs comme un amplificateur continu (TEK-ELEC TX-100), un amplificateur galvanométrique (amplispot SEFRAM), le pré-ampli de la détection synchrone. Dans ce dernier cas, on pouvait simultanément faire les mesures par les deux méthodes décrites et comparer les performances de l'une par rapport à l'autre.

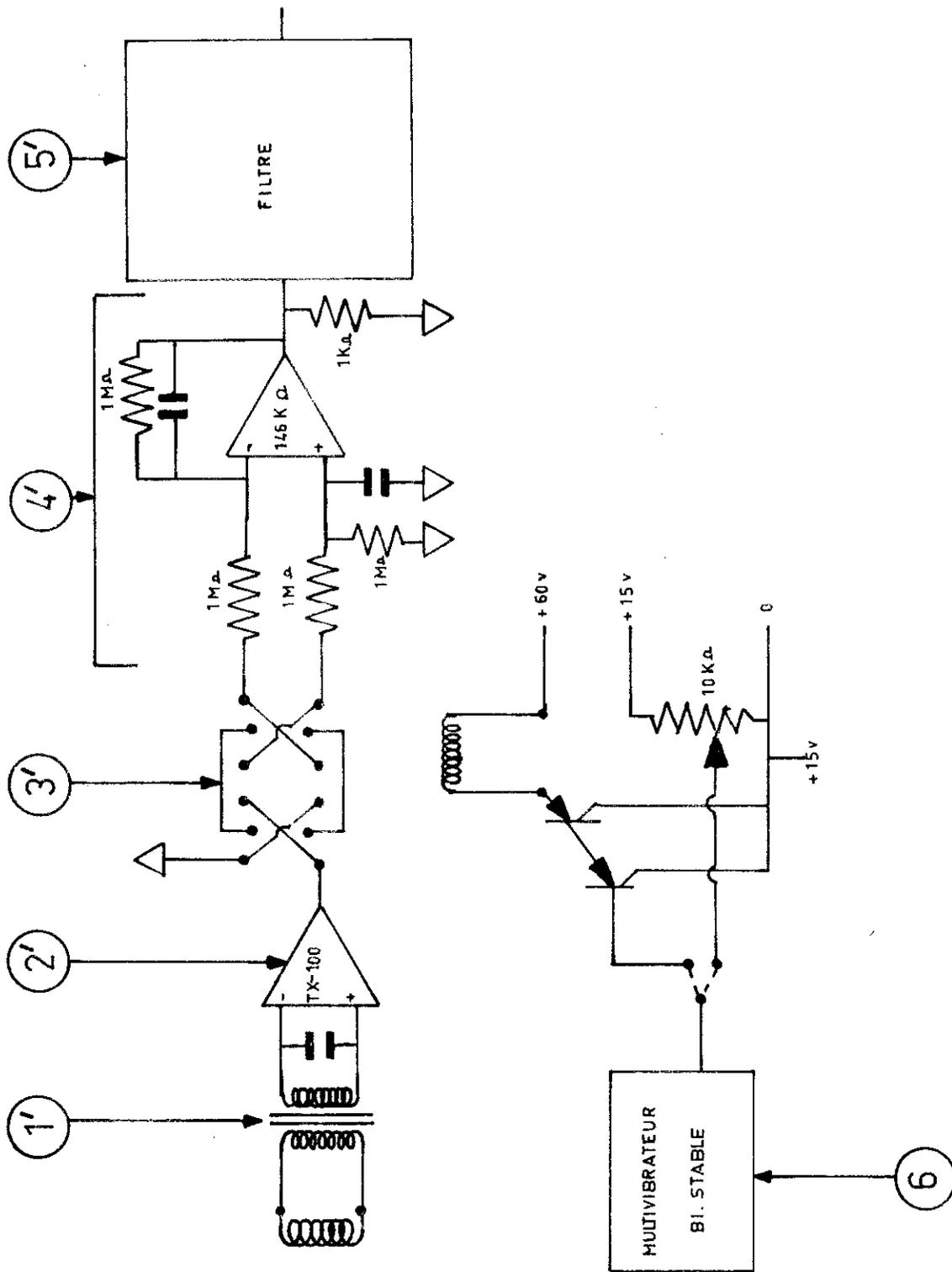


fig 14

$$-\frac{S}{E} = \frac{1}{(1+RCp)(1+RCp+R^2C^2p^2)}$$

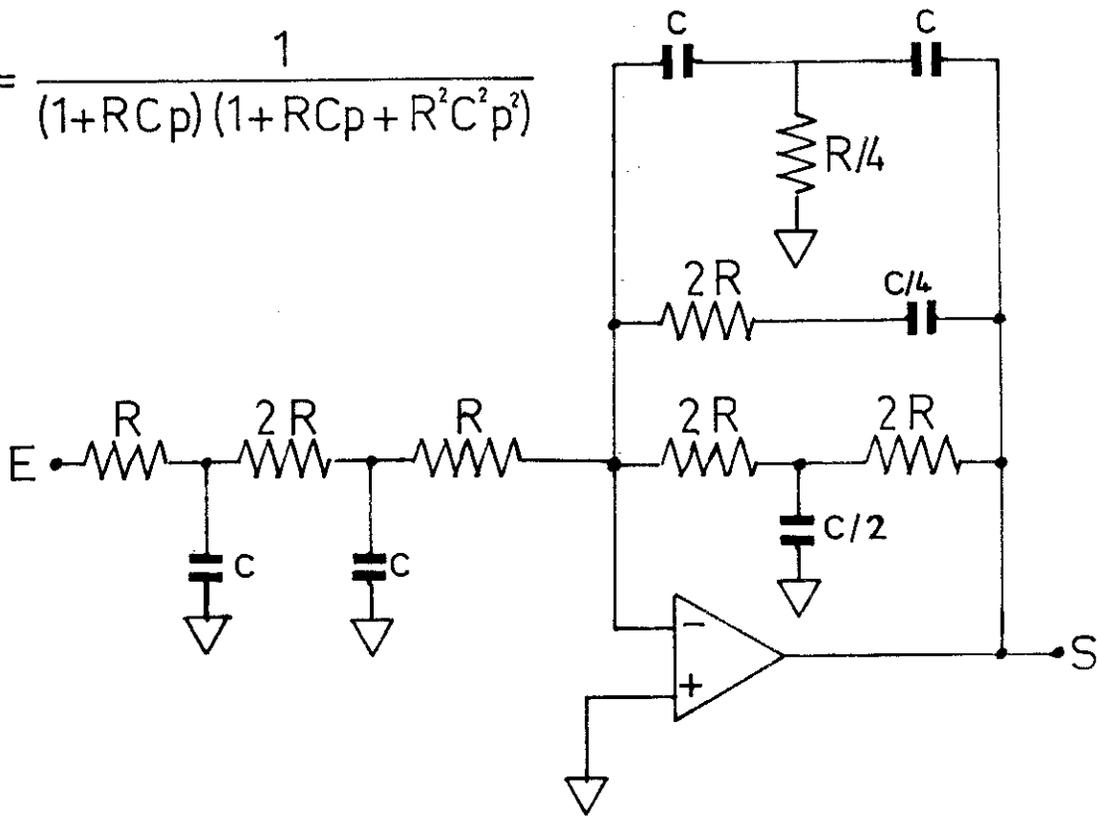
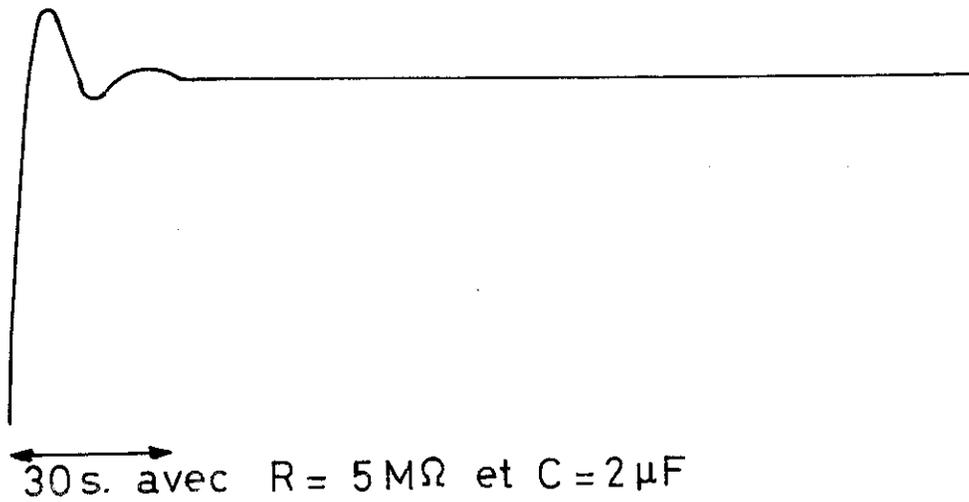


fig 15



Il est important de souligner que le corrélateur que nous avons construit effectue l'ensemble des mesures du Lock-in, mais apporte en plus des renseignements supplémentaires que nous discuterons au chapitre III. Son prix de revient, principalement fonction des deux amplificateurs opérationnels et d'un relais (= 2 000 F), est environ 10 fois plus petit que le prix d'un amplificateur à détection synchrone.

VI - LES ECHANTILLONS

A - Découpage et Forme

L'interprétation des résultats obtenus suppose une aimantation uniforme dans tout le volume de l'échantillon. Les seules formes compatibles avec cette exigence sont des ellipsoïdes. Les difficultés mécaniques d'obtenir des échantillons de cette forme nous impose l'utilisation d'échantillons sphériques.

Nombreux ont été les auteurs qui ont choisi des échantillons taillés en disques. Les inconvénients de ce choix en ce qui concerne des mesures d'anisotropie ont déjà été signalés par Aubert ⁽²⁾ et peuvent se résumer en trois points essentiels :

- a) non saturation de l'échantillon ;
- b) réalisation mécanique d'un disque, moins précise que celle d'une sphère ;
- c) erreurs d'inclinaison du plan du disque par rapport au champ magnétique.

L'usage d'échantillons en forme de sphère peut conduire à des erreurs au cas où l'échantillon n'est pas parfaitement sphérique.

Aubert a calculé le couple produit par un échantillon ayant un écart à la sphéricité $\Delta \phi$ mesuré sur le diamètre et a trouvé l'expression

$$\Gamma_d = \frac{4\pi M_s^2 V \epsilon}{5} \sin 2\phi \quad \text{où } \epsilon = \frac{\Delta \phi}{\phi} \quad (25)$$

Pour obtenir un échantillon avec un ϵ minimum, nous avons recours à une série de traitements mécaniques et chimiques successifs et l'on obtient ainsi des écarts à la sphéricité de l'ordre du micron.

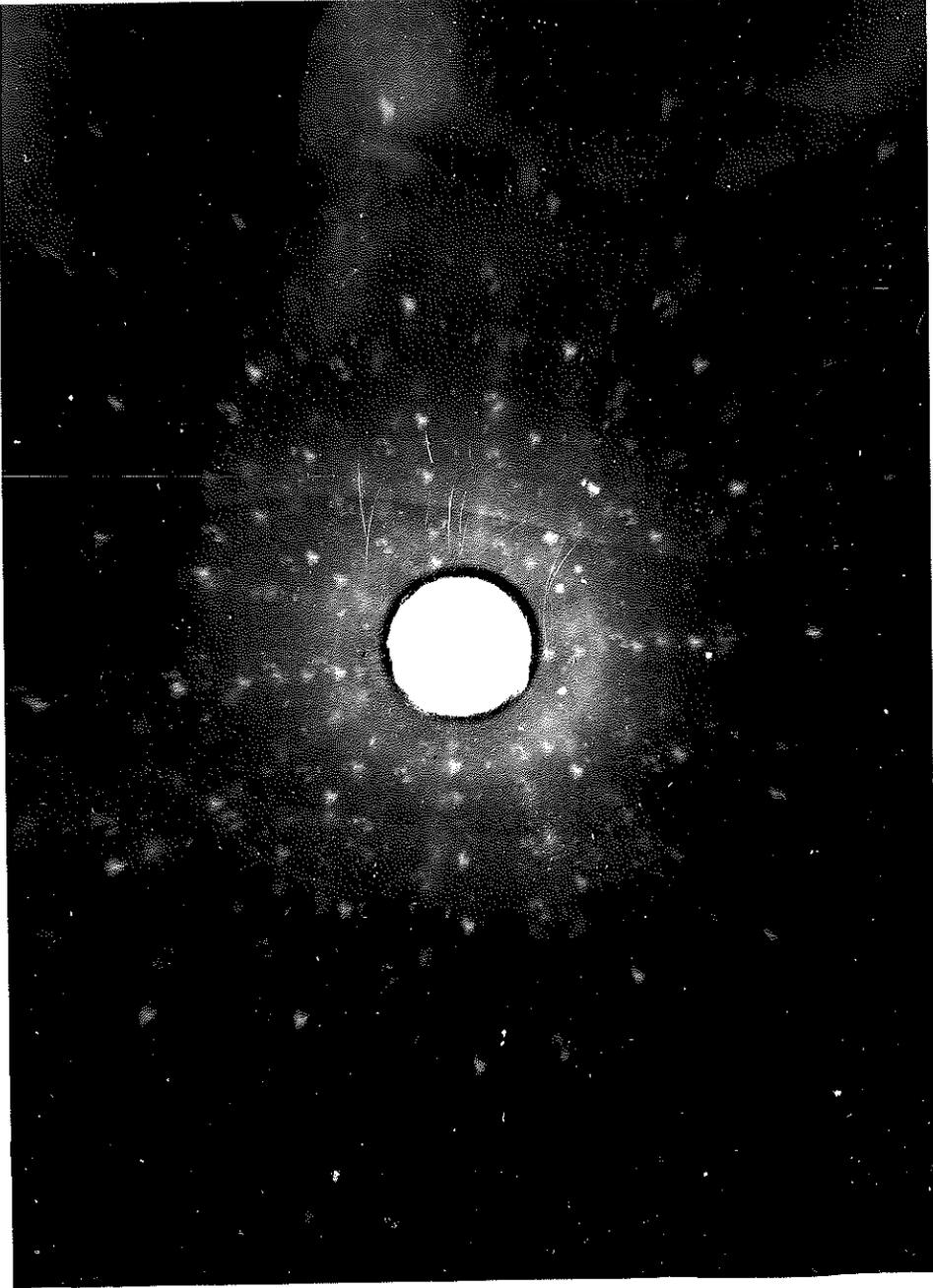
La méthode utilisée est la suivante : dans le lingot du monocristal est taillé par la méthode d'électro-érosion un échantillon sphérique ($\Delta \phi = 1/100$ mm). Cet échantillon est ensuite soumis à une série de polissages mécaniques avec des pâtes émeri et diamant de grain décroissant jusqu'à $0,1 \mu$. Afin de diminuer la couche perturbée par le polissage, de légères attaques chimiques sont effectuées entre chaque polissage.

Comme nous avons pu le constater au cours de notre étude sur le nickel, les polissages mécaniques successifs créent une distribution de dislocations à l'intérieur du monocristal, leur effet se faisant sentir particulièrement dans une mince couche superficielle et engendrant ainsi l'apparition d'un terme supplémentaire dans les mesures d'anisotropie. Comme nous le verrons au chapitre III, ce terme est relativement important dans les mesures d'anisotropie de l'aimantation, mais est très petit ($< 1/1000$) vis à vis des termes d'anisotropie magnétocristalline, ce qui justifie que celles-ci soient insensibles à l'état de surface de l'échantillon.

Nous avons essayé de déterminer quel serait l'état "le moins perturbé", et nous pensons que c'est celui qui correspond aux échantillons directement obtenus par électro-érosion, la masse du cristal étant peu affectée par le découpage qui crée en surface une couche amorphe de quelques centaines d'Angstroems au minimum, ainsi que nous avons pu le constater par diffraction électronique.

On a observé que des recuits effectués après polissages avaient pour effet de faire apparaître une nouvelle contribution, probablement due à la formation de cristallites en surface désorientés par rapport à la masse du cristal, comme le montre la figure 16.

Figure 16



Dans le cours de cette étude, des échantillons ayant subi différents traitements ont été utilisés en fonction du but recherché.

Ainsi une étude complète suivant deux plans cristallographiques était impossible avec un échantillon d'électro-érosion par suite de défauts de sphéricité. En effet un tel échantillon présente toujours une anisotropie de forme, empêchant son utilisation avec un axe de rotation autre que son axe de rotation lors du découpage.

B - Fixation de l'échantillon ; le porte-échantillon

Après avoir été pré-orientés magnétiquement, les échantillons sont placés dans un porte-échantillon, comme celui représenté en coupe sur la figure 17, usiné dans de l'araldite chargée au talc.

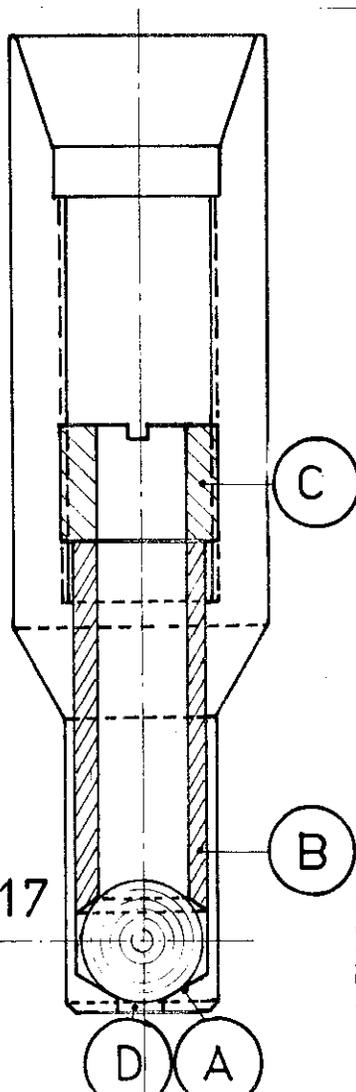


fig 17

L'échantillon est fixé de façon telle que les contraintes qui lui seront appliquées au blocage aient une symétrie de révolution autour de l'axe de rotation. L'échantillon est fixé entre deux cônes dont l'un est fixe (A) et solidaire du porte-échantillon et l'autre (B) vient s'appuyer sur la sphère déjà en place, la fixation s'effectuant au moyen d'une vis (C). Une fenêtre (D) est percée à l'extrémité inférieure du porte-échantillon afin de permettre une orientation aux rayons X (précision meilleure que $1/2^\circ$). La partie supérieure du porte-échantillon est en bronze diamagnétique et se termine par une portée conique qui ira s'adapter sur la portée conique du tube tournant. Les échantillons utilisés ont tous un diamètre voisin de 8 mm afin que l'on puisse les utiliser aussi sur l'appareillage de mesure de couples.

VII - PERFORMANCES ET LIMITATIONS DE L'APPAREILLAGE

L'appareillage que nous avons réalisé et dont le but principal est la mesure des constantes d'anisotropie de l'aimantation nous a permis de constater qu'un certain nombre de difficultés, autres que l'ordre de grandeur du signal lui-même, se posaient. Parmi ces difficultés, celles d'origine mécanique sont les plus délicates à surmonter. Nous citerons, par ordre d'importance croissante, les vibrations mécaniques de l'échantillon, le centrage de l'échantillon par rapport aux bobines et la précision du mouvement de rotation. Ce dernier point est la source d'erreur la plus courante dans les résultats. En effet, si la trajectoire décrite par le centre de l'échantillon, au cours de la rotation, n'est pas un point mais s'approche d'un cercle ou d'une ellipse, pour ne considérer qu'un cas simple, un signal de période moitié de la période de rotation est généré, d'où l'apparition d'un terme en 2θ . La figure 18 représente le signal dans ces

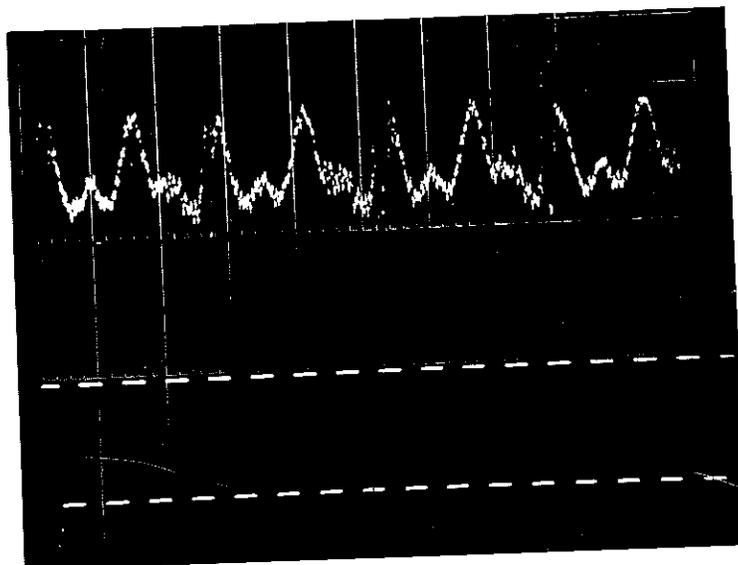
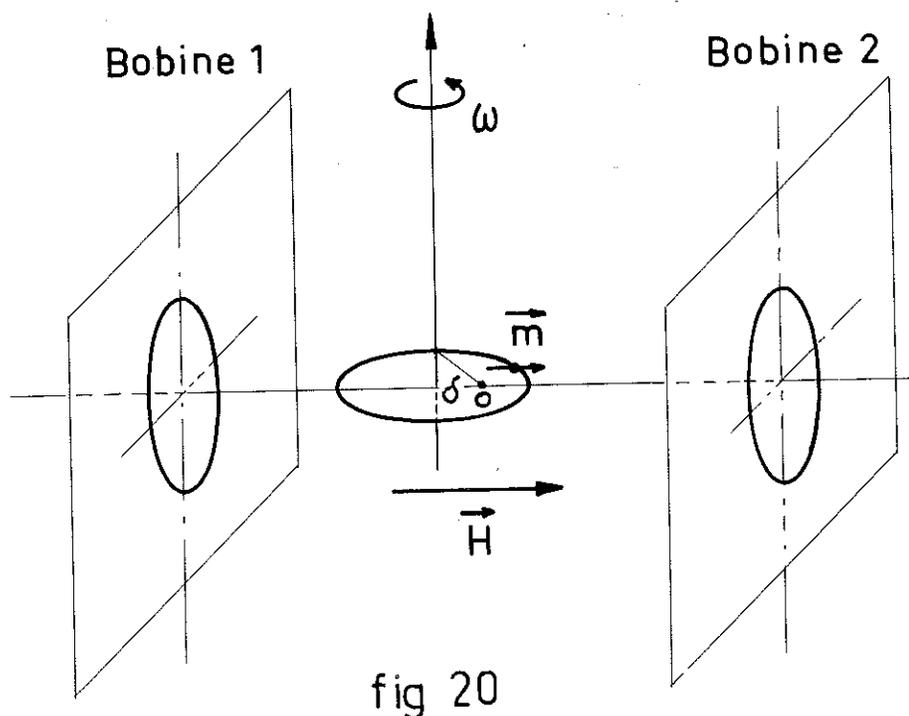


Fig. 18

circonstances, après amplification par 10^5 . On remarquera la présence d'un fort terme en 2θ , qui masque le terme en 4θ , à peine visible. Afin de déterminer l'amplitude relative des différentes harmoniques présentes dans ce cas, nous avons enregistré le signal au magnétophone et procédé par

autocorrélation au laboratoire du LETI. On a ainsi pu obtenir des spectres d'amplitude, dont la figure 19 représente un des plus caractéristiques.

Un décentrage de l'échantillon et une non concentricité de la rotation expliquent l'apparition de ces termes comme le montre schématiquement la figure 20 :



On notera l'ordre de grandeur des termes en θ et 2θ , comparés au terme en 4θ . Le cas que nous venons de décrire correspond à l'utilisation du système de bobines 1.

Expérimentalement, nous avons constaté que chaque fois que deux harmoniques voisines étaient présentes, l'une ayant une amplitude beaucoup plus grande que l'autre, la mesure de l'harmonique de plus faible amplitude était perturbée voire impossible. Cette limitation est liée à la

Autocorrélation

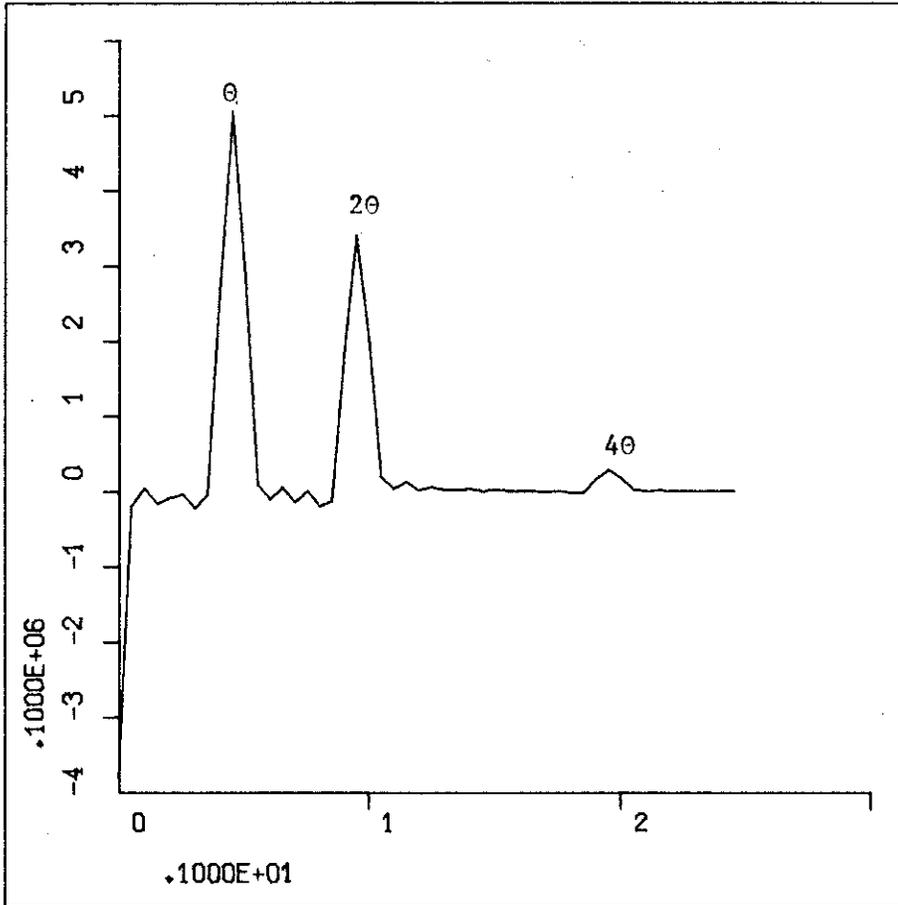


fig 19

non linéarité des amplificateurs quand l'harmonique de plus grande amplitude commence à les saturer.

Le guidage de la rotation de l'échantillon ainsi que le soin apporté à l'usinage du porte-échantillon ont permis d'éliminer dans le système de bobines de petite surface 2 ces causes d'erreur.

Dans ce nouveau système, une limitation, de caractère non mécanique et liée aux propriétés anisotropes du matériau, a été observé à basse température. Elle correspond à l'apparition d'importants termes en 6θ et 8θ , provenant de la forte augmentation des constantes K_2 et K_3 , dont les valeurs à l'ambiante sont négligeables par rapport à K_1 . A nouveau le phénomène de saturation des amplificateurs a limité la gamme de température de nos mesures

A cet effet, il faut ajouter celui provenant des courants de Foucault dans l'échantillon comme nous le montrerons au chapitre III.

En conclusion, nous pouvons dire que l'appareillage qu'on vient de décrire est adapté à une mesure rapide et précise à mieux que le 1 % des constantes d'anisotropie magnétocristalline entre l'ambiante et 4°K . Pour les mesures d'anisotropie de l'aimantation, il est adapté à des mesures entre l'ambiante et -50°C .

CHAPITRE III

DETERMINATION DES CONSTANTES D'ANISOTROPIE MAGNETOCRISTALLINE ET

D'ANISOTROPIE DE L'AIMANTATION PAR LA METHODE DU MAGNETOMETRE

A ECHANTILLON TOURNANT

I - ANISOTROPIE MAGNETIQUE ET MAGNETOMETRE A ECHANTILLON TOURNANT

On fait tourner une sphère monocristalline d'un matériau ferromagnétique à vitesse constante autour d'un axe cristallographique $[h, k, l]$ déterminé. Un champ magnétique suffisant pour saturer le matériau est appliqué perpendiculairement à l'axe de rotation. Une force électromotrice est induite dans un système de bobines dont l'axe est situé dans le plan (h, k, l) provenant des variations au cours de la rotation du flux magnétique qui les traverse. Cette force électromotrice présentera une périodicité déterminée par la symétrie du cristal. L'orientation des bobines est repérée par l'angle que fait leur axe avec la direction du champ \vec{H} . Parmi les orientations possibles, nous distinguerons celle où l'axe des bobines est parallèle à la direction du champ \vec{H} et celle où l'axe prend une direction perpendiculaire à \vec{H} .

On désignera dorénavant par position parallèle ($//$, en indice supérieur dans les formules) et par position perpendiculaire (\perp en indice supérieur dans les formules), les deux orientations particulières des bobines décrites précédemment. La figure 21 représente le cas où il existe un angle α entre l'axe des bobines et la direction du champ, ω étant la vitesse angulaire de rotation de l'échantillon. Dans le cas de la figure, l'axe de rotation est $[001]$. ϕ et θ sont les angles que font le champ \vec{H} et l'aimantation \vec{M} , définis par rapport à l'axe $[100]$ du cristal, avec $\phi = \omega t$.

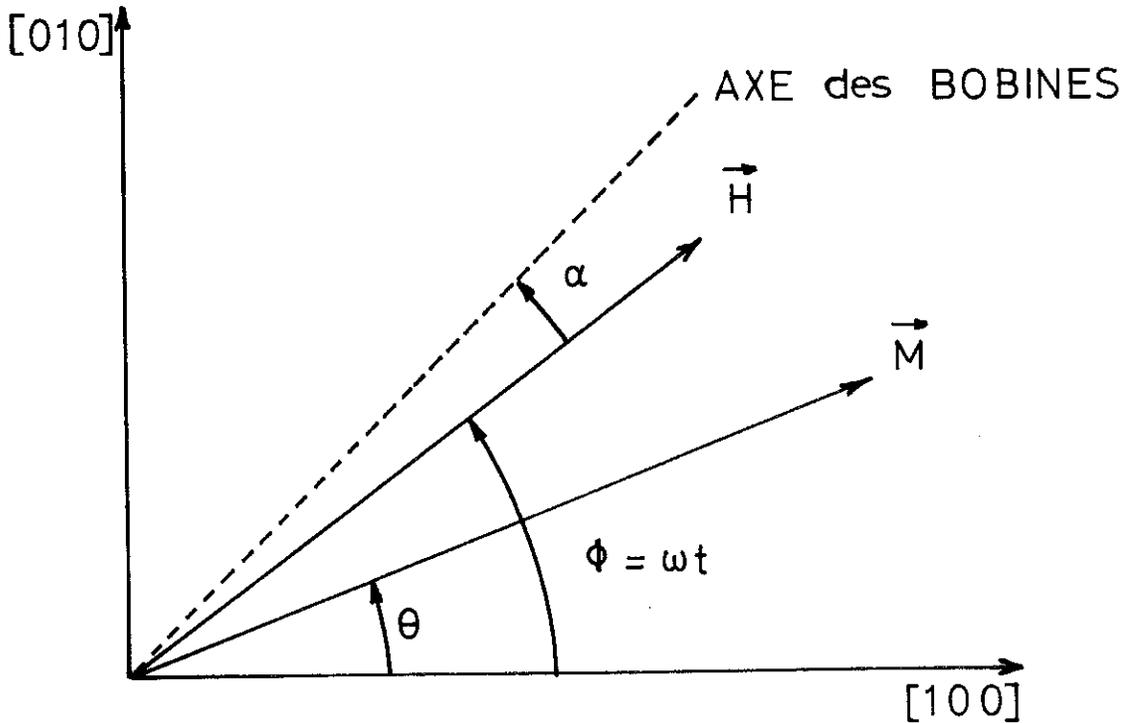


fig 21

A l'instant t , la composante du vecteur aimantation dans la direction du champ, $M^{//}$, est donnée par

$$M^{//} = M \cos (\phi - \theta) \quad (26)$$

où M désigne le module du vecteur aimantation.

Sa composante dans la direction perpendiculaire, M^{\perp} , est donnée par

$$M^{\perp} = M \sin (\phi - \theta) \quad (27)$$

La composante de l'aimantation suivant l'axe des bobines M^b est

$$M^b = M \cos (\phi - \theta) \cdot \cos \alpha + M \cdot \sin (\phi - \theta) \cdot \sin \alpha \quad (28)$$

La force électromotrice induite dans le système est proportionnelle à

$$e = \frac{d M^b}{dt} \quad (29)$$

Soit $\vec{\Gamma}_a$ le couple d'anisotropie et Γ_{az} la composante de $\vec{\Gamma}_a$ dans la direction de l'axe de rotation

$$\vec{\Gamma}_a = \vec{M} \times \vec{H} \quad \text{et} \quad \Gamma_{az} = M.H.\sin(\phi - \theta) \quad (30)$$

En substituant (30) dans (28), on obtient :

$$M^b = M.\cos(\phi - \theta).\cos \alpha + \frac{\Gamma_{az}}{H}.\sin \alpha \quad (31)$$

L'expression (31) suggère l'emploi d'une méthode où l'on puisse faire varier α , afin de pouvoir séparer les deux termes intervenant dans cette expression et pouvoir ainsi les mesurer. Le développement de M et de Γ_{az} permet d'exprimer M^b en fonction des constantes d'anisotropie magnétocristalline et d'anisotropie de l'aimantation.

Il importe, pour pouvoir exploiter les expressions (26) et (27), de connaître le développement de M et Γ_{az} en fonction de ϕ , seul paramètre que nous connaissons expérimentalement, puisqu'on connaît sa loi de variation en fonction du temps.

Considérons le cas où le vecteur aimantation tourne dans le plan (001). Dans ce cas, M et Γ_{az} s'expriment sous la forme :

$$M = M_0 - \left(\frac{M_1}{8} + \frac{M_3}{32}\right).\cos 4\theta + \frac{M_3}{128} \cos 8\theta + \dots \quad (32)$$

$$\Gamma_{az} = \left(\frac{K'_1}{2} + \frac{K'_3}{8}\right).\sin 4\theta - \frac{K'_3}{16} \sin 8\theta + \dots \quad (33)$$

en développant jusqu'à l'harmonique d'ordre 8.

Le calcul du couple en fonction de l'angle ϕ , a été fait par Aubert ⁽²⁾ pour les plans {001} {110} et {111}.

Pour le plan (001), et en se limitant aux termes prépondérants Γ_{az} devient :

$$\begin{aligned} \Gamma_z(\phi) &= M H \sin(\phi - \theta) = \\ &= \sin 4\phi \left[\frac{K'_1}{2} + \frac{K'_3}{8} - \frac{1}{HM} \cdot \left(\frac{K'_1 K'_3}{16} \right) + \dots \right] + \\ &+ \sin 8\phi \left[-\frac{K'_3}{16} - \frac{1}{HM} \cdot \left(\frac{K'_1{}^2}{2} + \frac{K'_1 K'_3}{4} \right) + \dots \right] + \dots \end{aligned} \quad (34)$$

Le calcul de l'expression du module de l'aimantation en fonction de ϕ se fait en substituant dans (32) θ par $\phi - \epsilon$ où ϵ est l'angle entre les vecteurs \vec{H} et \vec{M} et variable au cours de la rotation. L'expression générale de $M(\phi)$, pour le cas où l'aimantation tourne dans un plan de symétrie, ainsi que la méthode de calcul pour le passage de θ en ϕ sont données en Appendice III. Pour le plan (001), et en limitant le développement jusqu'à l'harmonique d'ordre 8, on obtient :

$$M = M_0 - \left(\frac{M_1}{8} + \frac{M_3}{32} \right) \cos 4\phi + \left(\frac{M_3}{128} + \frac{K'_1{}^2}{16H^2 M_0} \right) \cos 8\phi + \dots \quad (35)$$

M_0 étant la partie isotrope de l'aimantation, M_1 et M_3 les première et troisième constantes d'anisotropie de l'aimantation.

Expérimentalement, même avec un système de réglage pour α , il faut considérer l'existence d'une éventuelle désorientation de l'axe des bobines. Dans la position parallèle, et compte-tenu des dispositions expérimentales réalisées, un écart de α , inférieur à 30' est toujours envisageable. Dans ce cas, (31) devient :

$$M'' = M \cos(\phi - \theta) + \frac{\Gamma}{H} \cdot \alpha$$

avec l'approximation : $\cos \alpha = 1$ et $\sin \alpha = \alpha$.

On obtient pour M'' une expression contenant des termes en $\sin 4\phi$, $\cos 4\phi$, $\sin 8\phi$, $\cos 8\phi$, etc...

Le signal induit dans les bobines, dans le cas du plan (001) sera donné par :

$$S'' = -kV\omega \left[\left(\frac{M_1}{2} + \frac{M_3}{8} \right) \sin 4\phi + 2\alpha \frac{K_1'}{H} \cos 4\phi - \left(\frac{M_3}{16} + \frac{K_1'^2}{2H^2M_0} \right) \sin 8\phi + \dots \right] \quad (36)$$

où k est la constante d'étalonnage et V le volume de l'échantillon. Pour déterminer k , nous avons procédé de deux façons distinctes. Tout d'abord, nous avons opéré par extraction d'un échantillon de nickel, connaissant la valeur de l'aimantation à saturation de celui-ci. Cette méthode nous a permis de tirer deux conclusions en ce qui concerne le comportement des systèmes de bobines que nous avons utilisées :

a) le système de bobines 1 est sensible aux effets d'images magnétiques, ce qui rend la valeur de k dépendante de H , tandis que dans le système 2 k est indépendante de H .

b) le positionnement en hauteur de l'échantillon doit être fait avec beaucoup de précision (1/10 mm), dans le cas des bobines 2. Dans le cas du système 1, une erreur de 1 mm n'entraîne pas de variations sensibles (10^{-3}) sur les résultats.

La deuxième méthode pour déterminer la constante d'étalonnage k consiste à faire la mesure en position perpendiculaire et à utiliser les valeurs des constantes K_1' intervenant dans l'expression de S_{\perp} obtenue à partir des mesures de couples. Cette dernière méthode présente l'avantage de ne pas nécessiter la correction de chaque point obtenu pour une valeur déterminée du champ. De plus, elle élimine le risque d'erreur introduit par une position de l'échantillon légèrement différente de celle qui a servi à l'étalonnage.

Les mesures par extraction ont permis de montrer qu'on obtenait des écarts sur k de l'ordre de 10^{-3} par rapport à ceux obtenus à partir des mesures effectuées en position perpendiculaire.

basse température. Cette augmentation est due à la décroissance de la résistivité et à l'augmentation de la constante K_1 .

Afin de limiter l'influence des courants de Foucault, il faut soit :

- a) limiter la gamme de température et ne pas descendre en-dessous de -100°C ;
- b) diminuer la fréquence de rotation, à quelques dixièmes de Hz, ce qui entraîne l'impossibilité d'employer la méthode de détection synchrone ;
- c) réduire le diamètre de l'échantillon mais ceci réduit aussi le signal induit par les propriétés anisotropes et diminue le rapport signal sur bruit ;
- d) diminuer le moment des courants de Foucault par l'utilisation de disques très aplatis.

Si on examine le Tableau III reproduisant les résultats obtenus par différents auteurs qui ont utilisé la méthode du magnétomètre à échantillon tournant, on constate que tous ont travaillé avec des fréquences de rotation supérieures à 90 Hz, cherchant un compromis entre de bonnes conditions d'utilisation de la détection synchrone et l'effet des courants de Foucault.

Auteur	Fréquence Rotation en Hz	Matériau	Forme
Hagedorn, 1967 (18)	500	Permalloy	Disques
Flanders, 1968 (19)	90	Fe, Ni	Disques et fils
Gessinger et Kronmüller, 1970 (20)	150	Ni	Disques
Gessinger, 1970 (21)	150	Ni	Disques

Tableau III

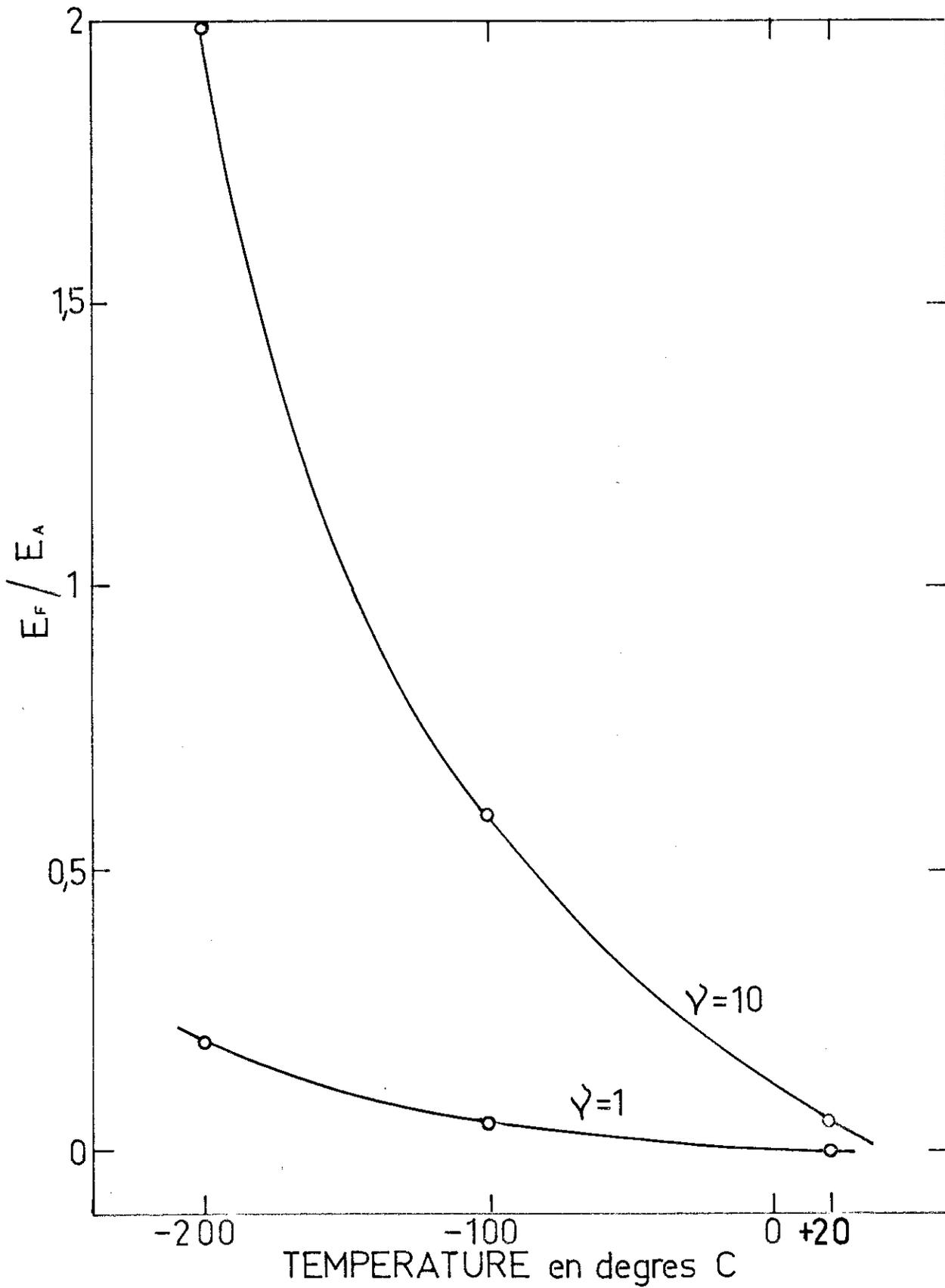


fig 22

basse température. Cette augmentation est due à la décroissance de la résistivité et à l'augmentation de la constante K_1 .

Afin de limiter l'influence des courants de Foucault, il faut soit :

- a) limiter la gamme de température et ne pas descendre en-dessous de -100°C ;
- b) diminuer la fréquence de rotation, à quelques dixièmes de Hz, ce qui entraîne l'impossibilité d'employer la méthode de détection synchrone
- c) réduire le diamètre de l'échantillon mais ceci réduit aussi le signal induit par les propriétés anisotropes et diminue le rapport signal sur bruit ;
- d) diminuer le moment des courants de Foucault par l'utilisation de disques très aplatis.

Si on examine le Tableau III reproduisant les résultats obtenus par différents auteurs qui ont utilisé la méthode du magnétomètre à échantillon tournant, on constate que tous ont travaillé avec des fréquences de rotation supérieures à 90 Hz, cherchant un compromis entre de bonnes conditions d'utilisation de la détection synchrone et l'effet des courants de Foucault.

Auteur	Fréquence Rotation en Hz	Matériau	Forme
Hagedorn, 1967 (18)	500	Permalloy	Disques
Flanders, 1968 (19)	90	Fe, Ni	Disques et fils
Gessinger et Kronmüller, 1970 (20)	150	Ni	Disques
Gessinger, 1970 (21)	150	Ni	Disques

Tableau III

Les désavantages des disques, liés à la non-uniformité de l'aimantation, ont déjà été discutés ; du point de vue des courants de Foucault, s'il est compréhensible que pour des disques très aplatis leur effet soit négligeable, l'extrapolation devient difficile dans le cas de disques d'épaisseur de l'ordre de quelques millimètres (Gessinser et al. (21) utilisent des disques de nickel de diamètre 9,8 mm et d'épaisseur 2,5 mm). Une estimation de l'effet des courants de Foucault dans un disque de rayon R et d'épaisseur 2a donne un moment équivalent :

$$\vec{M}^* = - \frac{R^4 a^3}{a^2 + R^2} \cdot \frac{1}{\rho} 10^{-11} \frac{\partial}{\partial t} (\vec{B}) \quad (39)$$

et permet de comparer les résultats avec ceux obtenus avec une sphère de rayon R. Cette expression montre qu'il faut être très prudent dans l'utilisation de disques, surtout si on les fait tourner à des fréquences "élevées" (> 10 Hz).

III - LES MESURES PAR DETECTION SYNCHRONE

Dans les expériences réalisées, nous nous sommes limités à l'étude des plans (100) et (110) du nickel. L'analyse des résultats obtenus dans le plan (111) s'est en effet révélée très difficile car le vecteur aimantation sort de ce plan au cours de la rotation.

Nous allons écrire les expressions utilisées pour ces deux plans. Pour cela, nous avons eu recours au développement de l'aimantation $M(\phi)$ présenté en Appendice III, en le simplifiant considérablement par élimination de termes d'ordre supérieur. Ce développement a été nécessaire afin de permettre d'apprécier si la recombinaison d'harmoniques d'ordre supérieur à 8 intervenant dans le passage de $M(\theta)$ à $M(\phi)$ pouvait entraîner l'apparition de termes supplémentaires dans les développements jusqu'à l'ordre 8 des expressions à analyser.

Nous avons pu constater que ces termes intervenaient d'une façon négligeable, dans le cas du nickel, lorsque la température restait au voisinage de l'ambiante ; par contre, en-dessous de la température de

l'azote liquide, nous avons dénombré une vingtaine de termes de l'ordre du pourcent du terme principal.

Expressions dans le plan <100> :

$$S_{(100)}^{//} = -kV \frac{\partial}{\partial t} M_{(100)}^{//} = \quad (40)$$

$$= kV\omega \left\{ \left(\frac{M_1}{2} + \frac{M_3}{8} \right) - \frac{1}{HM_0} \frac{1}{16} K_1' M_3 - \frac{1}{(HM)^2} \frac{19}{8} \left(\frac{M_1}{8} + \frac{M_3}{32} \right) \right\} \sin 4\phi +$$

$$+ \left[-\frac{M_3}{16} - \frac{K_1'^2}{2H^2 M_0} - \left(M_1 + \frac{M_3}{4} \right) \frac{K_1'}{HM} \right] \sin 8\phi + \dots$$

$$S_{(100)}^{\perp} = -kV \frac{\partial}{\partial t} \left(\frac{\Gamma a(100)}{H} \right) = \quad (41)$$

$$= -kV\omega \left\{ \left(2K_1' + \frac{K_3'}{2} \right) \frac{1}{H} - \left(\frac{K_1' K_3'}{4} + \frac{K_3'^2}{16} \right) \frac{1}{H^2 M} \right\} \cos 4\phi +$$

$$+ \left[-\frac{K_3'}{2} \frac{1}{H} - \frac{1}{H^2 M} (4K_1'^2 + 2K_1' K_2' + \frac{K_3'^2}{4}) \right] \cos 8\phi + \dots$$

A partir des expressions (40) et (41) on obtient pour chacune des harmoniques analysées, et en se limitant aux termes prépondérants :

$$S_4^{//} = -kV\omega \left(\frac{M_1}{2} + \frac{M_3}{8} \right) \quad (42)$$

$$S_8^{//} = kV\omega \left[-\frac{M_3}{16} - \frac{K_1'^2}{2H^2 M_0} \right] \quad (43)$$

$$S_{\frac{1}{4}} = -kV\omega \left[-(2M_1 + \frac{M_3}{2}) + (2K_1 + \frac{K_3}{2}) \frac{1}{H} \right] \quad (44)$$

$$S_{\frac{1}{8}} = -kV\omega \left[\frac{M_3}{2} - \frac{K_3}{2} \frac{1}{H} - (4K_1^2 + 2K_1 K_2) \frac{1}{H^2 M} \right] \quad (45)$$

Expressions dans le plan <110> :

$$S_{(110)}^{\parallel} = -kV \frac{\partial}{\partial t} (M_{(100)}^{\parallel}) = \quad (46)$$

$$= -kV\omega \left\{ \left(\frac{M_1}{4} + \frac{M_2}{64} + \frac{7M_3}{128} \right) + \frac{1}{HM} \left(\frac{3K_1' M_1}{16} \right) - \frac{1}{H^2 M} \frac{3K_1'^2}{32} \right\} \sin 2\phi +$$

$$+ \left[\left(\frac{3M_1}{8} + \frac{M_2}{16} + \frac{M_3}{128} \right) - \frac{1}{HM} \left(\frac{M_1 K_1'}{4} \right) + \frac{1}{H^2 M} \frac{K_1'^2}{4} \right] \sin 4\phi +$$

$$+ \left[\left(-\frac{3M_2}{64} + \frac{3M_3}{128} \right) + \frac{1}{H^2 M} \frac{9K_1'^2}{32} \right] \sin 6\phi +$$

$$+ \left[-\frac{9M_3}{256} + \frac{1}{H^2 M} \frac{9K_1'^2}{32} \right] \sin 8\phi + \dots$$

$$S_{(110)}^{\perp} = -kV \frac{\partial}{\partial t} \left(\frac{\Gamma a(110)}{H} \right) = \quad (47)$$

$$= -kV\omega \left\{ \left(\frac{K_1'}{2} + \frac{K_2'}{32} + \frac{K_3'}{64} \right) \frac{1}{H} - \frac{1}{H^2 M} \left(\frac{3K_1'^2}{16} - \frac{K_1' K_2'}{128} \right) \right\} \sin 2\phi +$$

$$+ \left[\left(\frac{3K_1'}{2} + \frac{K_2'}{4} + \frac{K_3'}{32} \right) \frac{1}{H} - \frac{1}{MH^2} \left(\frac{K_1'^2}{4} + \frac{K_1' K_3'}{8} \right) \right] \sin 4\phi +$$

$$+ \left[-\frac{9K_2'}{32} \cdot \frac{1}{H} - \frac{27}{16} \cdot \frac{K_1'^2}{H^2 M} \right] \sin 6\phi +$$

$$+ \left[\left(-\frac{9}{32} \frac{K_3'}{H} - \frac{9}{4} \frac{K_1'^2}{H^2 M} \right) \right] \sin 8\phi$$

A partir des expressions (46) et (47) on écrit pour les harmoniques analysées dans (110) :

$$S_{/4}^{//} = kV\omega \left(\frac{3M_1}{8} + \frac{M_2}{16} + \frac{M_3}{128} \right) \quad (48)$$

$$S_{/4}^{\perp} = -kV\omega \left[-\frac{3M_1}{2} + \frac{3K_1}{2} \frac{1}{H} - \frac{K_1^2}{4} \frac{1}{H^2 M} \right] \quad (49)$$

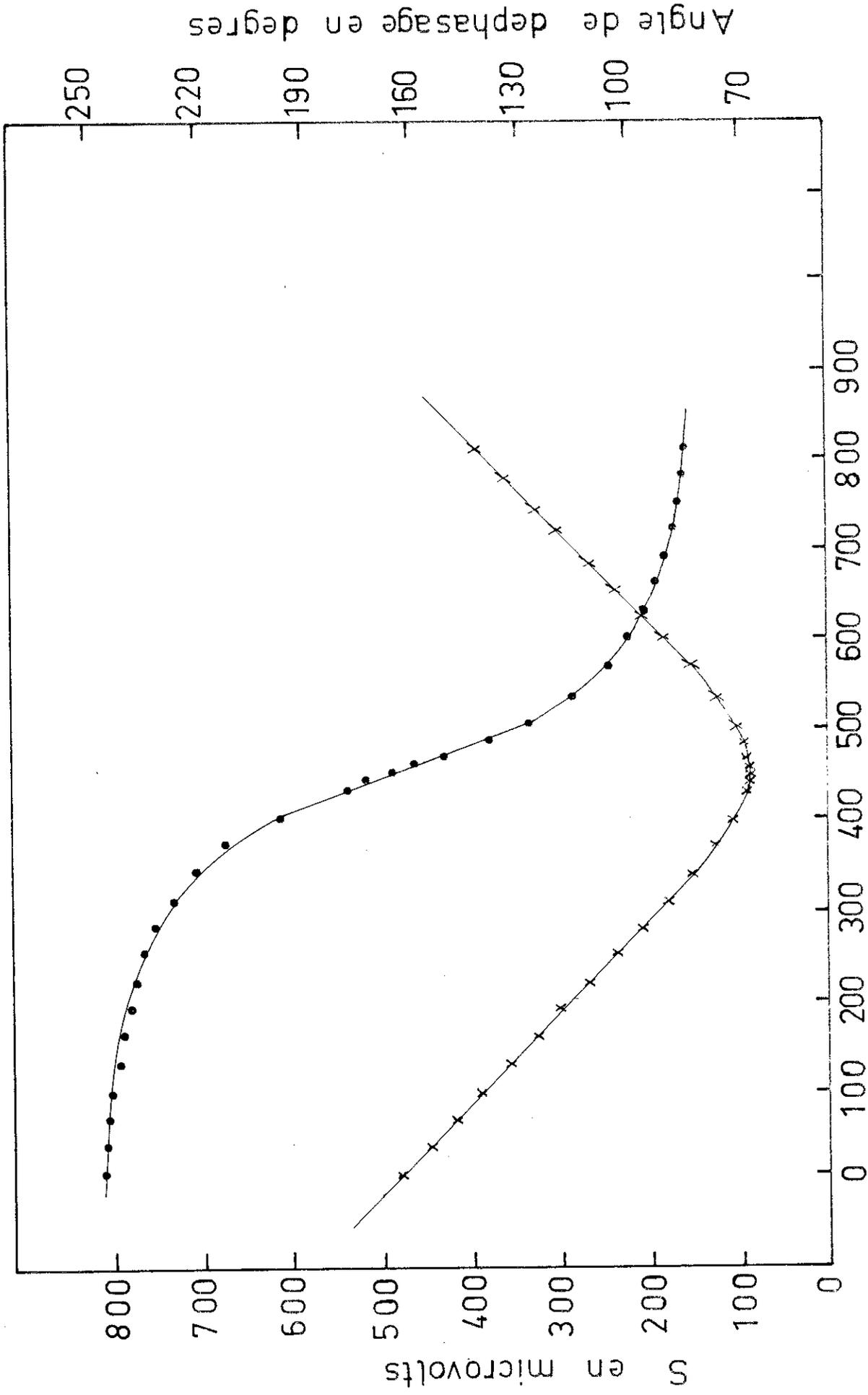
Pour déterminer la position parallèle de l'axe des bobines, et ainsi pouvoir utiliser les expressions (40) et (46), nous avons eu recours à la méthode suivante :

Pour chaque valeur du champ extérieur H_0 , on trace la courbe de variation de l'harmonique du signal à analyser, en fonction de la position angulaire des bobines ; le minimum de la courbe définit la position parallèle. En outre, cette position correspond à un point d'inflexion de la courbe de phase comme le montre la figure 23.

La figure montre qu'une désorientation de quelques minutes sur α donne une contribution perpendiculaire non négligeable. La position perpendiculaire permettant la mesure de la quantité $\frac{K_1}{2} + \frac{K_3}{8}$ est obtenue par rotation de 90° à partir de la position parallèle. Par contre, une désorientation de 1° sur l'orientation de la position perpendiculaire entraînerait une erreur sur le résultat inférieure à la limite de sensibilité de notre appareillage.

IV - LES MESURES PAR CORRELATION

Après avoir présenté au chapitre II la méthode de corrélation et son analyse mathématique en Appendice III, on va illustrer le fonctionnement du corrélateur en considérant un exemple simple d'application. Les deux fonctions périodiques en présence seront d'une part le signal en provenance des bobines et d'autre part la fonction carrée de référence. La figure 24 représente le cas d'un monocristal dont l'axe de rotation est [001]



α en mm $1\text{mm} \cong 1'$

fig 23

Angle de dephasage en degrees

le champ \vec{H}_0 étant appliqué dans le plan perpendiculaire à cet axe.

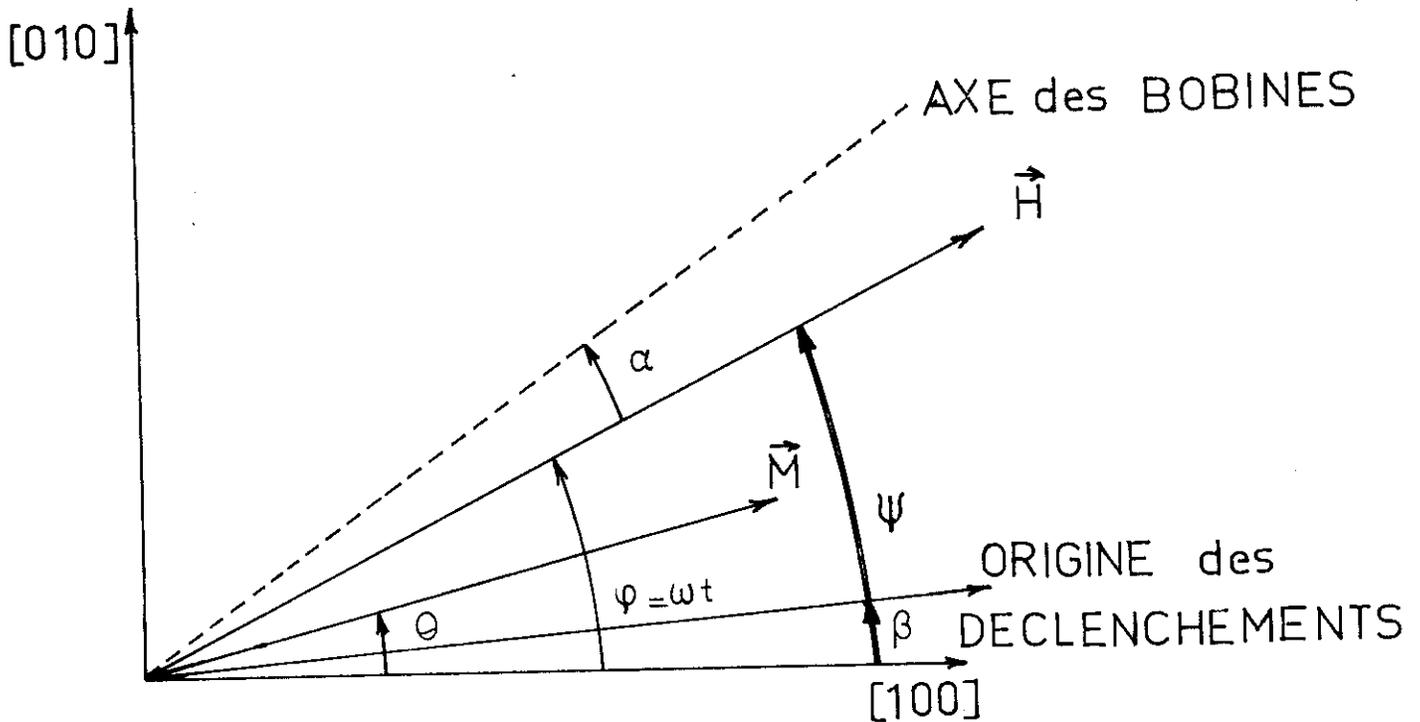


fig 24

β est l'angle que fait l'origine des déclenchements avec la direction [100] du cristal, ω la vitesse de rotation.

Comme nous l'avons vu au paragraphe I, expressions (28) et (29), la force électromotrice induite sera :

$$e = kV \left[\frac{dM^{\parallel}}{dt} \cos \alpha + \frac{dM^{\perp}}{dt} \sin \alpha \right] \quad (50)$$

Dans le plan (100), $\frac{dM^{\parallel}}{dt}$ et $\frac{dM^{\perp}}{dt}$ sont :

$$\begin{aligned} \frac{dM^{\parallel}}{dt} &= A\omega \sin 4\phi + B\omega \sin 8\phi + \dots \\ \frac{dM^{\perp}}{dt} &= A^*\omega \cos 4\phi + B^*\omega \cos 8\phi + \dots \end{aligned} \quad (51)$$

Les expressions A , B , A^* , B^* , en fonction des constantes d'anisotropie magnétocristalline et d'anisotropie de l'aimantation seront données en fin de calcul, afin de ne pas allonger les formules.

On obtient en reportant (51) dans (50) :

$$e = -kV\omega \left[(A \sin 4\phi + B \sin 8\phi) \cos \alpha + (A^* \cos 4\phi + B^* \cos 8\phi) \sin \alpha \right] \quad (52)$$

Comme $\phi = \omega t = \psi + \beta$,

$$\begin{aligned} e = -kV\omega \left[(A \cos 4\beta \cos \alpha - A^* \sin 4\beta \sin \alpha) \sin 4\psi + \right. \\ + (A \sin 4\beta \cos \alpha + A^* \cos 4\beta \sin \alpha) \cos 4\psi + \\ + (B \cos 8\beta \cos \alpha - B^* \sin 8\beta \sin \alpha) \sin 8\psi + \\ \left. + (B \sin 8\beta \cos \alpha + B^* \cos 8\beta \sin \alpha) \cos 8\psi \right] \quad (53) \end{aligned}$$

L'inversion de cette fonction tous les $\frac{\pi}{4}$ - obtenue en effectuant la multiplication par la fonction carrée de référence de même périodicité que l'harmonique 4 - et l'intégration sur un tour complet conduisent comme nous l'avons montré en Appendice II à l'élimination des termes contenant des harmoniques 8, ainsi que du terme en $\cos 4\psi$.

D'où, à la sortie de l'intégrateur, un signal :

$$S = \frac{2}{\pi} kV\omega \left[A \cos 4\beta \cos \alpha - A^* \sin 4\beta \sin \alpha \right] \quad (54)$$

En substituant A et A^* par leur expression lorsque M est dans le plan (100) et en se limitant aux termes prépondérants, on obtient :

$$S_4 = k' \left(\Delta M \cos 4\beta \cos \alpha - \frac{\Delta K}{H} \sin 4\beta \sin \alpha \right) \quad (55)$$

$$\text{où} \quad \Delta M = - \left(\frac{M_1}{2} + \frac{M_3}{8} \right) \quad \text{et} \quad \Delta K = \frac{2K_1}{H}$$

k' est une constante de l'appareillage.

Cette expression montre que par la méthode de corrélation, on dispose de deux variables indépendantes, α et β , que nous pouvons faire varier mécaniquement. Nous allons considérer les cas expérimentaux plus intéressants, en suivant l'ordre dans lequel se déroule une expérience.

1 - Mesure de la composante perpendiculaire :

Cette position sera définie par $\alpha = \frac{\pi}{2} - \epsilon$

$$\beta = \frac{\pi}{8} - \delta$$

ϵ et δ étant les erreurs commises dans le positionnement de α et β .

Une préorientation de la position perpendiculaire des bobines permet de nous ramener suffisamment près de la position perpendiculaire pour faire l'approximation :

$$\cos \alpha = \epsilon \qquad \sin \alpha = 1 - \frac{\epsilon^2}{2}$$

Dans ce cas :

$$S \frac{1}{4} = k' \left[\Delta M \cos 4\beta \cdot \epsilon - \frac{\Delta K}{H} \left(1 - \frac{\epsilon^2}{2} \right) \sin 4\beta \right] \quad (56)$$

$$\text{avec} \quad \beta = \frac{\pi}{8} - \delta \qquad \cos 4\beta = 4\delta \qquad \sin 4\beta = 1 - 8\delta^2$$

(56) devient au premier ordre :

$$S \frac{1}{4} = k' \left(4 \Delta M \cdot \delta \cdot \epsilon - \frac{\Delta K}{H} \right) \quad (57)$$

Etant donné l'ordre de grandeur de $\frac{\Delta K}{H}$ par rapport à ΔM (100/1 dans le cas de Ni) et en considérant une erreur maximale de 1° sur ϵ , les deux termes sont dans un rapport (1/1 000).

Ceci permet de déterminer facilement la position perpendiculaire et en même temps de s'affranchir d'une éventuelle erreur sur δ .

2 - Annulation de la composante perpendiculaire :

Avant de passer à la composante parallèle, une rotation de $\frac{\pi}{8}$ est effectuée sur β .

$$\beta = \delta', \alpha \text{ restant inchangé.}$$

La condition d'annulation de S_{\perp}^1 est donnée par :

$$S_{\perp}^1 = 0 = k' \left[\Delta M \cdot \epsilon - \Delta M \cdot 8\delta'^2 \epsilon - \frac{\Delta K}{H} \left(1 - \frac{\epsilon^2}{2}\right) 4\delta' \right] \quad (58)$$

soit :

$$\delta' = \frac{\Delta M \cdot H \cdot \epsilon}{4\Delta K} \quad (59)$$

En annulant S_{\perp}^1 , on est sûr d'avoir β très voisin de zéro.

3 - Mesure du signal parallèle :

Pour passer en position parallèle, on fait :

$$\beta = \delta' \quad \text{et} \quad \alpha = \epsilon'$$

d'où

$$S_{\parallel}^1 = k' \left[\Delta M - \frac{\Delta K}{H} 4\delta' \epsilon' \right] \quad (60)$$

soit, pour la valeur (59) de δ' :

$$S_{\parallel}^1 = k' \left[\Delta M - \Delta M \cdot \epsilon' \cdot \epsilon \right] \quad (61)$$

Ces expressions suggèrent une méthode de détermination de la position parallèle et constitue en même temps un test du bon fonctionnement du corrélateur.

On donne à δ' la valeur obtenue en 2 (expression (59)) et on mesure le signal obtenu en fonction de ϵ' dans une gamme suffisamment proche de la position parallèle pour que les approximations effectuées restent valables.

On donne à δ' d'autres valeurs voisines de la précédente et l'on recommence la mesure du signal en fonction de ϵ' . On obtient ainsi des droites dont le point commun détermine la position parallèle et l'amplitude de ΔM dans cette position, comme le montre la figure 25.

L'emploi de cette méthode nous a permis de vérifier que la position supposée parallèle déterminée par le minimum du signal obtenu en détection synchrone s'écartait de celle trouvée par corrélation d'une valeur qui n'a jamais dépassé deux minutes d'arc. Tous les positionnements angulaires aussi bien de α que de β ont été repérés par des méthodes optiques.

V - RESULTATS OBTENUS SUR LE NICKEL

Les résultats qui vont être présentés ont été obtenus sur des sphères d'un diamètre compris entre 7,5 et 8 mm, taillées dans différents monocristaux.

Le processus de fabrication a été le suivant : la matière première utilisée est la poudre de nickel ex-carbonyle 99,95 %, frittée sous H_2 à $1\ 000^\circ C$, et ensuite coulée sous vide - 10^{-5} torr - en lingotière refroidie.

L'analyse chimique, après ce traitement, donne :

C	20 à 30 p. p. m.
Fe	0,02 %
Co, Si, S	traces

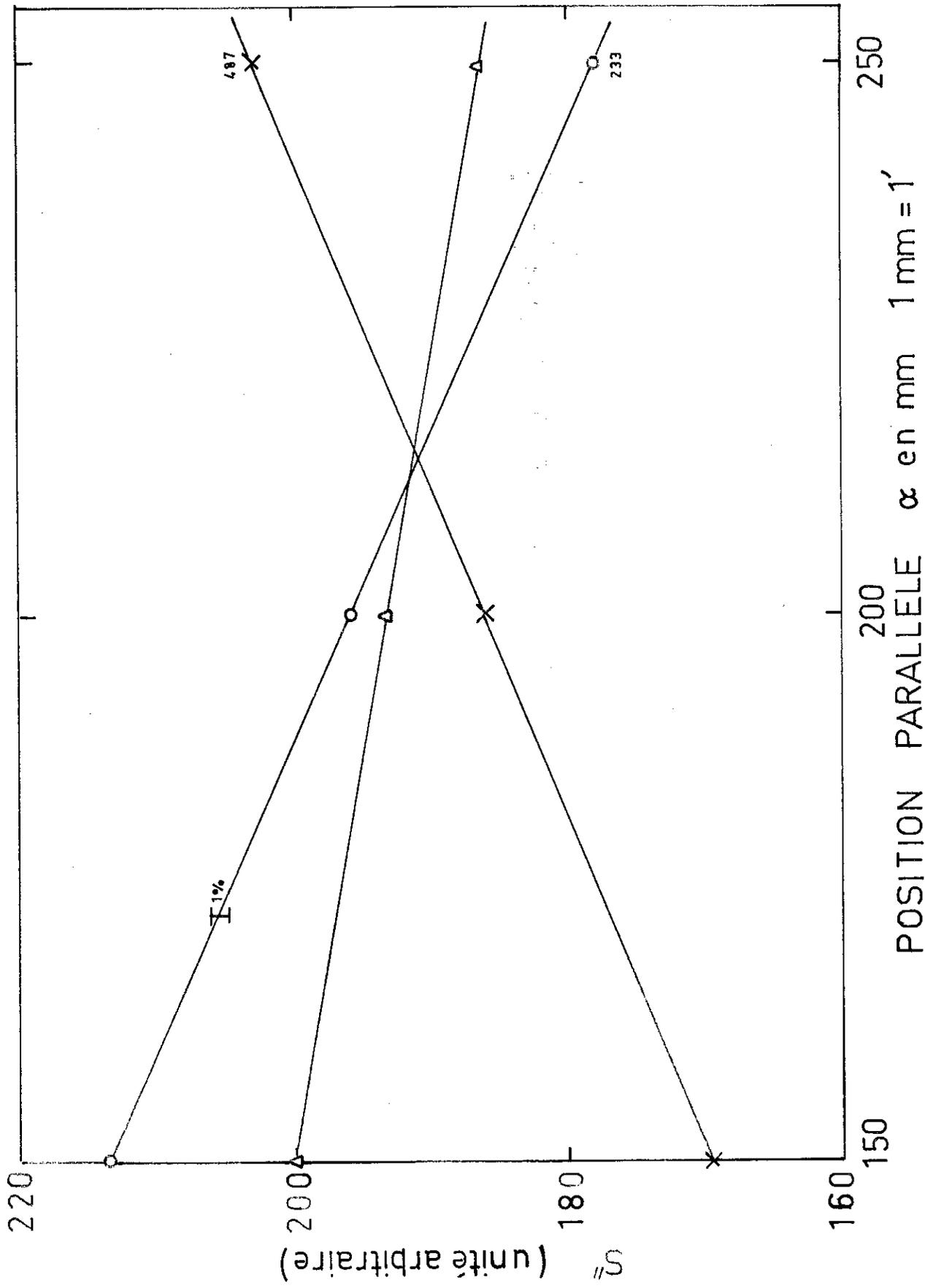


fig 25

La cristallisation se fait par la méthode de Bridgmann en creusets de $O_3 Al_2$ avec une vitesse de croissance de 1 cm/heure. Le découpage de l'échantillon a été effectué par électroérosion et le polissage, quand il a lieu, par la méthode dite des lapidaires.

L'excellente qualité des monocristaux obtenus est bien démontrée par le cliché de rayons X de la figure 26.

Nous allons commencer la description des résultats obtenus par l'analyse d'une expérience effectuée sur le plan (100) avec le système de bobines 1. Si le résultat numérique obtenue pour les constantes d'anisotropie de l'aimantation ne présente pas un grand intérêt, par contre, l'allure générale de la variation de $S_4^{1/2}$, en fonction de H^{-2} (figure 27), ainsi que la variation de phase avec le champ, mesurée avec la détection synchrone, mettent en évidence :

a) une variation linéaire de $S_4^{1/2}$ en fonction de H^{-2} pour des champs allant de 5 kOe à 12 kOe. Au-delà de 12 kOe apparaît une nette courbure ;

b) une variation de phase de 10° , entre le signal et la référence, a été obtenue, pour toute la gamme de champ. Cette variation de phase n'est pas imputable à un décalage entre l'axe des bobines et la direction du champ puisqu'elle ne varie pas pour de faibles désorientations de l'axe des bobines autour de la position parallèle ;

c) pour des orientations nettement écartées de la position parallèle ($> 3^\circ$), la loi de variation est bien celle de l'expression

$$S_4^{1/2} = (kV\omega)^2 \left[\left(\frac{M_1}{2} + \frac{M_3}{8} \right)^2 + 4\epsilon^2 \frac{K_1^2}{H^2} \right]$$

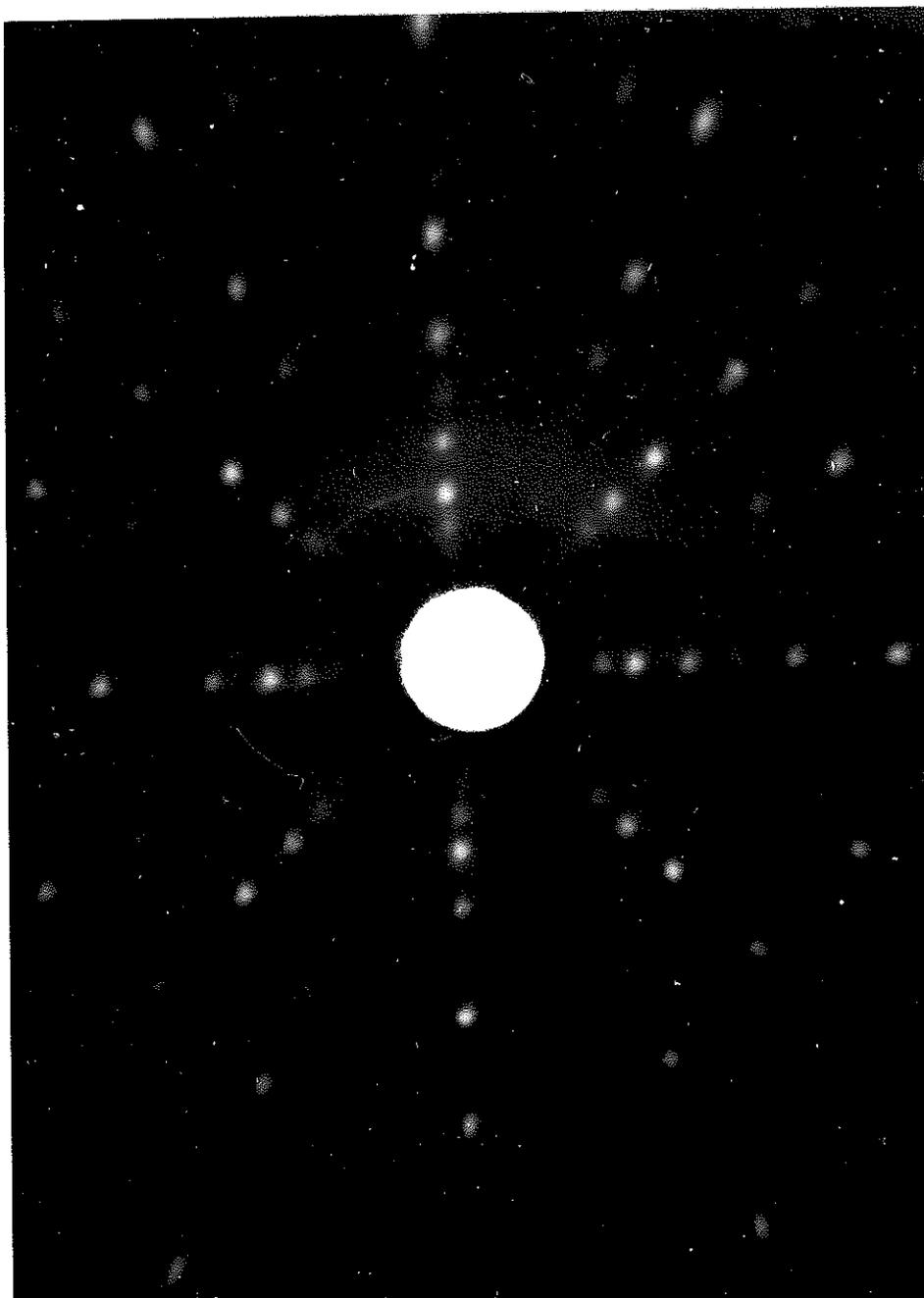
aussi bien en variation d'amplitude que de phase.

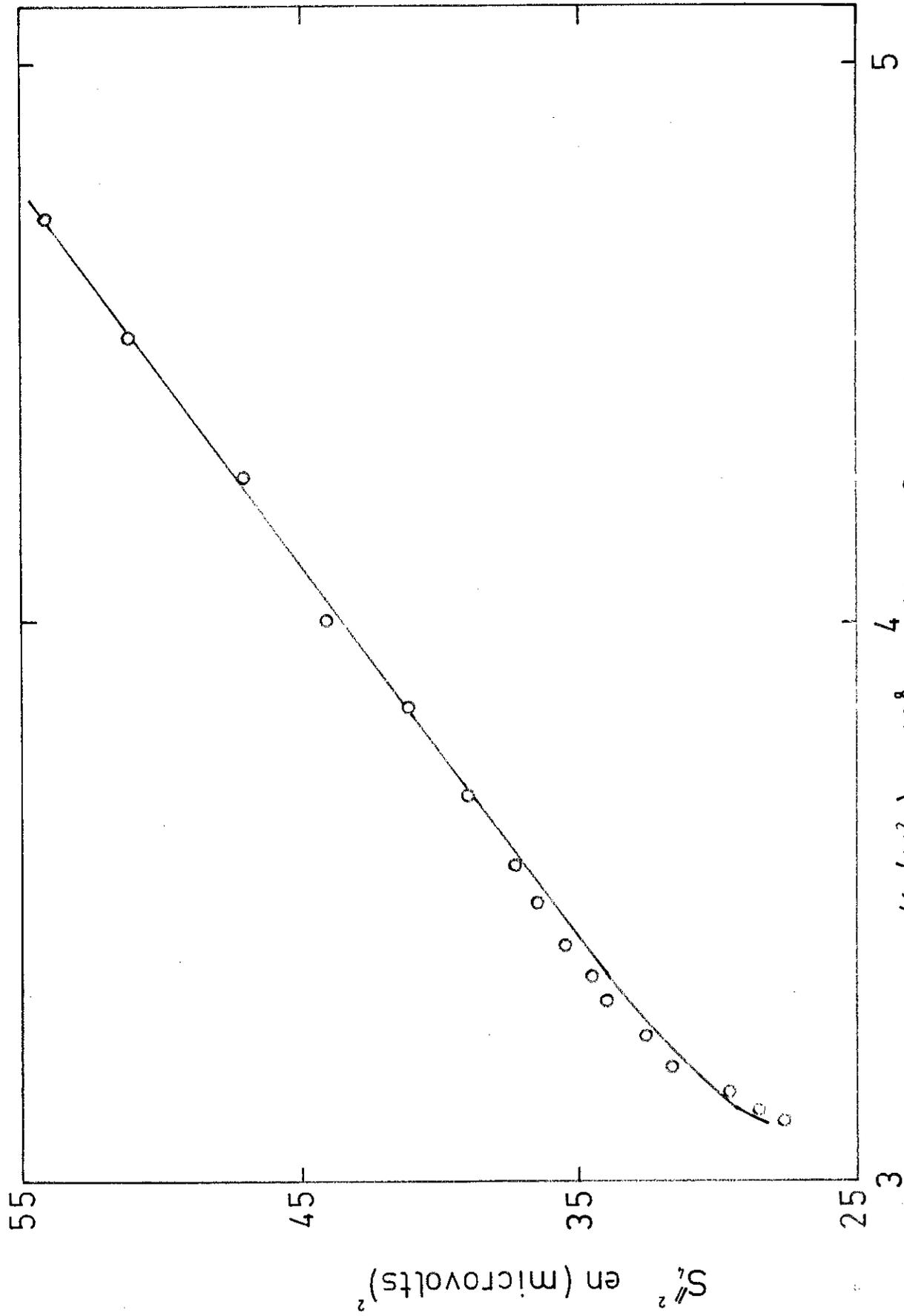
d) l'ajustement de la courbe expérimentale par une fonction du type

$$S_4^2 = A + BH + CH^{-2} \quad (62)$$

donne pour ΔM tiré de A en supposant ΔM indépendant du champ une valeur de $0,12$ u. e. m./cm³.

Figure 26





4 H en Oerstedts
fig 27

Cette valeur qui était à comparer avec $\Delta M = 0,13 \text{ u. e. m./cm}^3$ obtenue par mesures de couples a constitué notre première mesure de ΔM .

La suite des expériences réalisées nous a montré que l'allure de cette variation était indépendante du cristal utilisé et que la majeure partie de la variation de phase observée correspondait aux valeurs du champ situées en-dessous de 14 kOe.

Les difficultés d'interprétation de ces variations et les problèmes mécaniques de réglage de la position parallèle nous ont fait abandonner ce système de bobines et passer au système 2 .

De plus, par la suite, nous n'avons plus utilisé que des valeurs de champ supérieures à 14 kOe.

Etude du plan (100) du nickel :

Les mesures ont été faites sur des échantillons rodés, de 8 mm de diamètre, à des températures situées entre -55°C et $+40^\circ\text{C}$, à l'exception de quelques expériences à la température de l'azote liquide.

Comme nous l'avons décrit au paragraphe V - B du chapitre II, les mesures s'effectuent simultanément par la détection synchrone et par corrélation. Dans la suite de l'exposé, nous donnons les résultats obtenus indépendamment par l'une ou par l'autre de ces méthodes d'analyse.

Le Tableau IV reproduit les résultats d'une expérience effectuée à $+10^\circ\text{C}$. On remarquera qu'aucune variation de phase n'est détectée dans la variation du terme perpendiculaire, tandis que sur le terme parallèle elle est inférieure à 2° .

Les figures 28 et 29 représentent les variations des composantes parallèle et perpendiculaire, avec le champ, correspondant aux valeurs décrites au tableau précédent. La loi de variation du terme perpendiculaire obéit bien à une loi de variation en H^{-2} , comme le prévoit l'expression (44).

Date : 26.04.71

LOCK-IN

MESURES EN PARALLELE $S_{4}^{//}$

Nickel <100>

POTENTIOMETRE	VOLTMETRE	PHASE	TEMPERATURE (Ω)	SIGNAL EN μV
CALIBRAGE	1324/3	$9^{\circ}1$		
1000	906/9	$+ 19^{\circ}8$	103,65	6,8730
900	915/8	$+ 19^{\circ}5$	103,65	6,9402
800	929/31	$+ 20^{\circ}4$	103,65	7,0226
750	934/5	$+ 20^{\circ}4$	103,65	7,0627
700	942/7	$+ 20^{\circ}4$	103,64	7,1262
650	949/52	$+ 21^{\circ}$	103,64	7,2191
600	969/71	$+ 21^{\circ}5$	103,64	7,3265
1000	906/9	$+ 19^{\circ}8$	103,63	6,8759
CALIBRAGE	1322/7	$9^{\circ}1$		

Position 330 ($T_c = 10 \mu V$
 $S_L = 10 \mu V$)MESURES EN PERPENDICULAIRE S_{4}^{\perp}

1000	680.6/1.0	$21^{\circ}4$	103,62	259,489
900	698.8/ .9	$21^{\circ}4$	103,62	266,349
800	722.0/ .3	$21^{\circ}4$	103,62	275,191
750	737.3/ .6	$21^{\circ}4$	103,62	281,059
700	758.8/ .9	$21^{\circ}4$	103,62	289,177
650	784.9/5.0	$21^{\circ}4$	103,62	299,199
600	817.0/ .3	$21^{\circ}4$	103,62	311,414
1000	680.2	$21^{\circ}4$	103,62	
CALIBRAGE	1319.7	$9^{\circ}5$		

Position 90 ($T_c = 200 \mu V$
 $S_L = 500 \mu V$)

Tableau IV

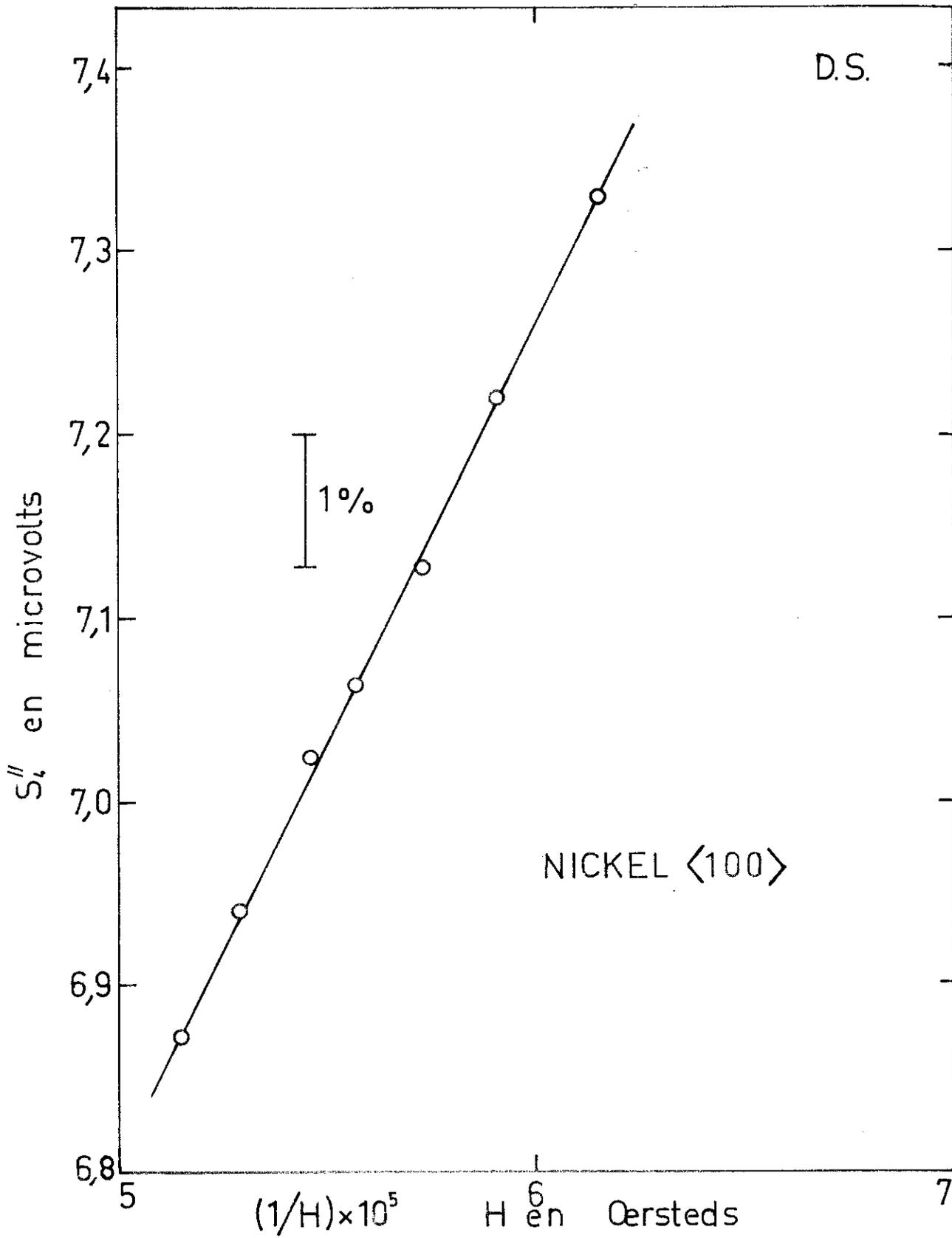


fig 28

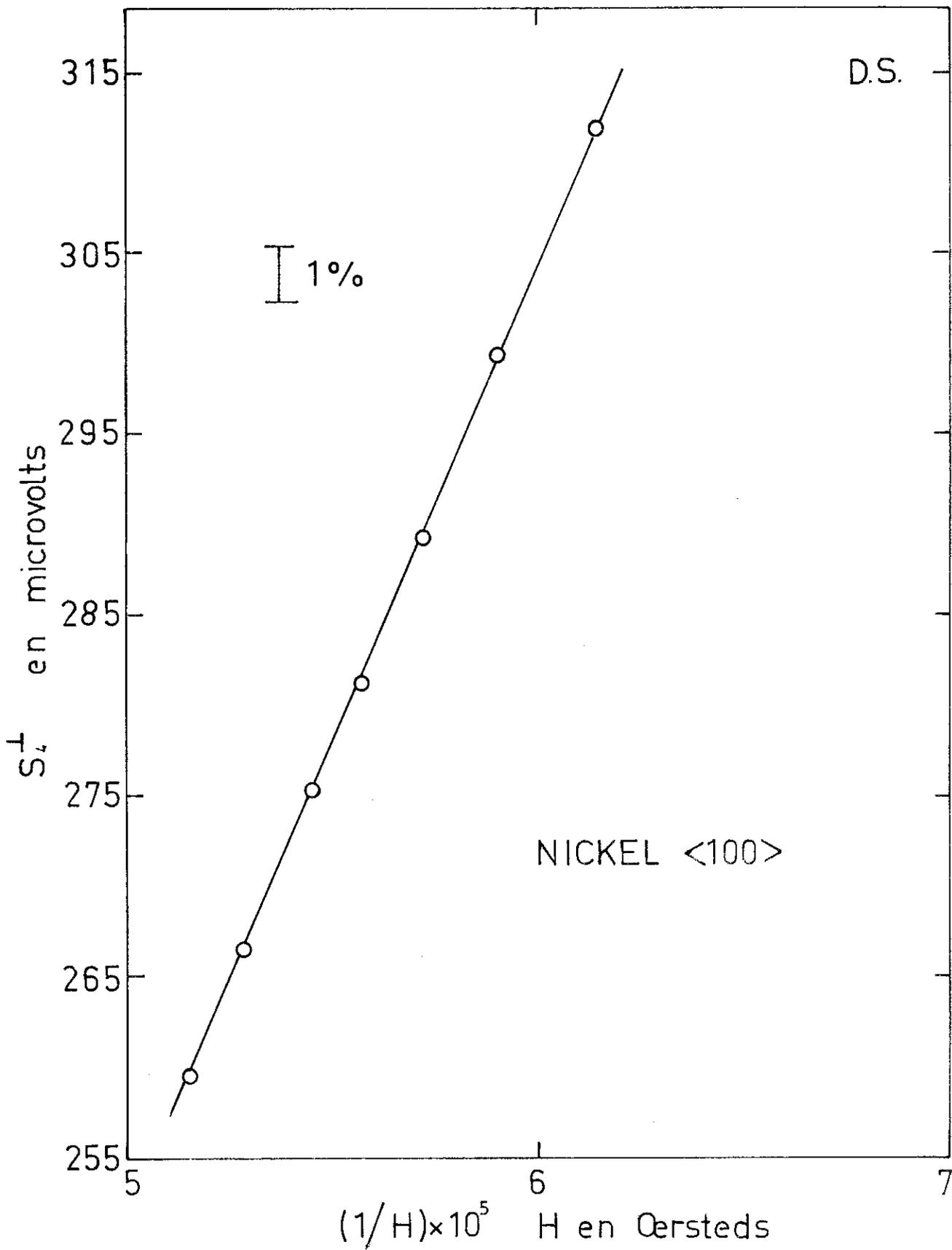


fig 29

En ce qui concerne la variation du terme parallèle, nous avons choisi de porter en abscisses H^{-1} . Ce choix est justifié par la linéarité des courbes que l'on obtient. Le résultat pour $\Delta M = \frac{M_1}{2} + \frac{M_3}{8}$ obtenu par extrapolation à champ infini de cette loi est celui qui s'approche le plus de celui obtenu par mesures de couples. Il est important de signaler que, compte-tenu de la faible gamme de champ dont nous disposons, la loi de variation du terme parallèle peut aussi bien être donnée par H_i^{-1} . L'écart obtenu sur ΔM , en utilisant ces deux lois d'extrapolation, est inférieur à la précision de nos mesures.

La figure 30 représente la variation de $\Delta K = \frac{K_1}{2} + \frac{K_3}{8}$ avec la température.

Les points expérimentaux de mesures par la méthode du magnétomètre à échantillon tournant sont représentés par des cercles, les triangles correspondant aux mesures effectuées par Escudier ⁽⁷⁾, avec une balance de torsion. L'accord se fait à mieux que 1 %. Il faut remarquer que les résultats obtenus par mesures de couples donnent directement une différence d'énergie entre deux directions cristallographiques. Dans le cas présent $\Delta E = E_{110} - E_{100}$

Le développement de ΔE en fonction des constantes d'anisotropie magnétocristalline comprend non seulement un terme en $\frac{K_1}{2} + \frac{K_3}{8}$ mais encore d'autres.

L'accord obtenu avec nos mesures permet de vérifier que la contribution à l'énergie des autres termes est au moins inférieure à 1 % dans la gamme de température décrite.

La figure 31 montre la variation de $\Delta M = \frac{M_1}{2} + \frac{M_3}{8}$ avec la température. Nos résultats sont sensiblement différents de ceux obtenus par Escudier. Nous essayerons de donner une interprétation de ce désaccord, au paragraphe suivant, après avoir décrit l'influence de l'état de surface des échantillons sur nos résultats. Nous pensons en effet que l'état de surface joue un rôle important dans nos mesures.

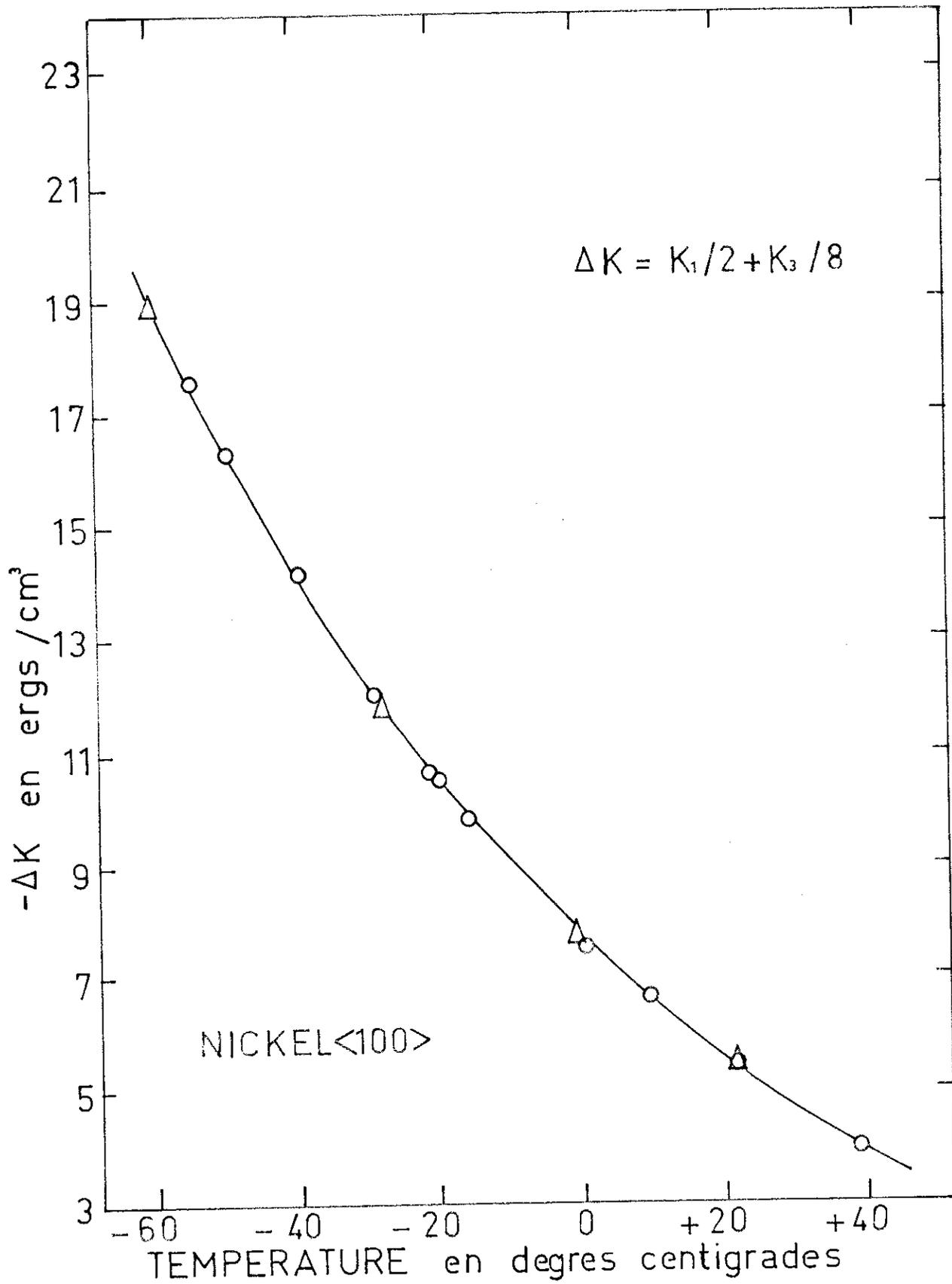
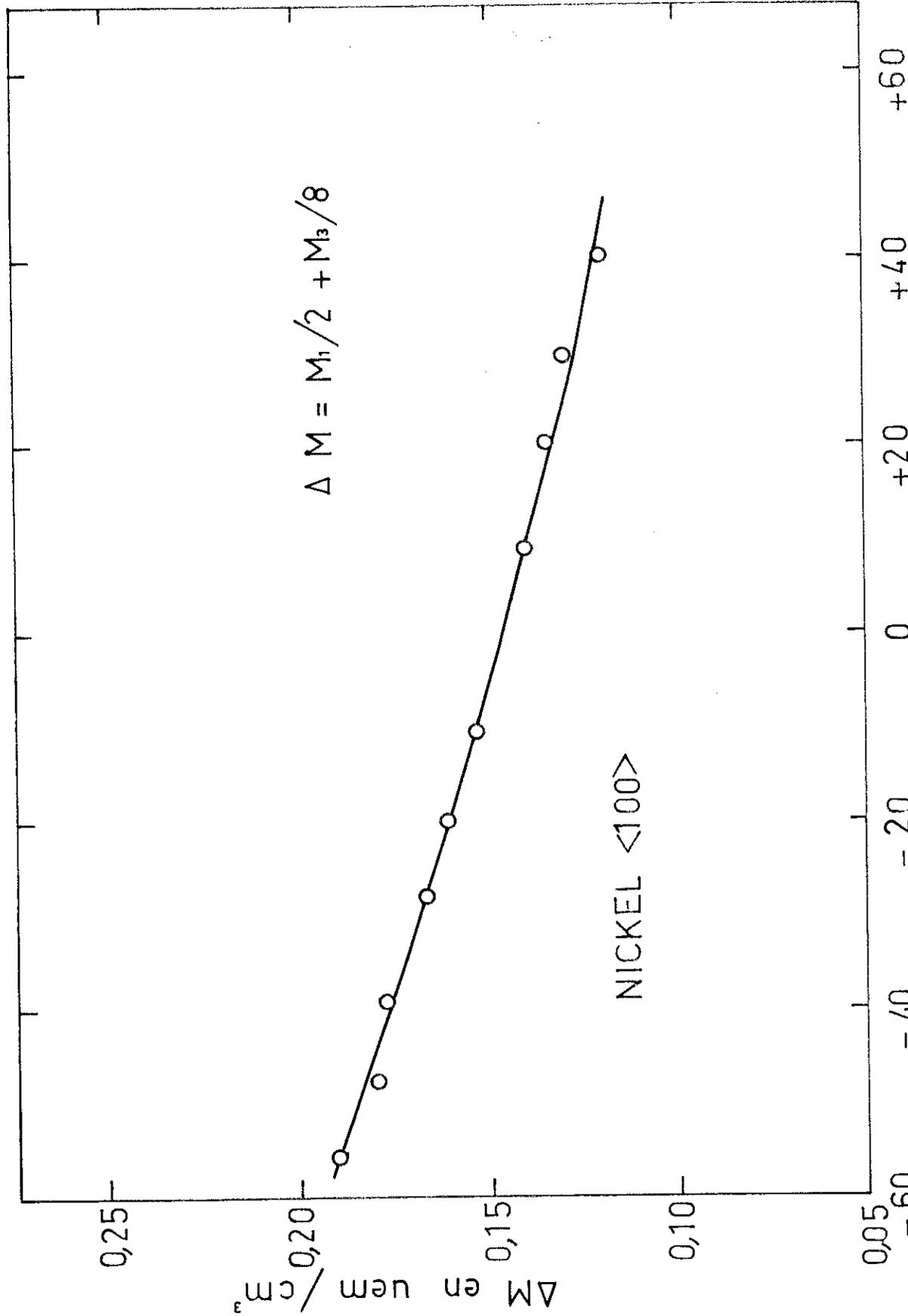


fig 30



TEMPERATURE en degres centigrades

fig 31

Malgré les difficultés expérimentales que nous avons signalées au chapitre II, en ce qui concerne les mesures d'anisotropie de l'aimantation à basse température, il nous a paru nécessaire de faire ces mesures afin de vérifier le comportement mécanique du système porte-échantillon et porte-bobines. Les expériences effectuées nous ont permis de tirer les conclusions suivantes :

a) la constante des bobines reste inchangée (à mieux que 1 %) dans la gamme de température de 77° à 300°K.

b) les mesures effectuées en perpendiculaire (figure 32) pour l'harmonique 4 donnent une valeur de ΔK en accord avec celle obtenue par mesures de couples. L'écart subsistant (2 %) est facilement justifiable par la contribution à ΔE , de termes qui, à température ambiante, sont de l'ordre de 10^{-3} des termes prépondérants. A la température de l'azote liquide, en raison de l'augmentation des constantes K_2 et K_3 , ces termes deviennent de l'ordre de 10^{-2} des termes prépondérants.

c) les mesures effectuées au parallèle sont fortement perturbées par l'apparition du terme en 8θ , d'amplitude double du terme en 4θ . Le résultat obtenu est présenté sur la figure 33. Une extrapolation en H^{-1} et H^{-2} semble nécessaire, mais donne pour ΔM une valeur très différente de celle obtenue par les mesures de couples. L'ordre de grandeur des coefficients des termes en H^{-1} et H^{-2} n'est pas justifiable par la contribution de termes qui étaient négligeables à températures voisines de l'ambiante.

d) nous avons mesuré le terme en 8θ parallèle (figure 34). L'expression pour la variation en fonction du champ est donnée par l'expression (43).

Etant donné l'ordre de grandeur de $\frac{M_3}{16}$, nous n'avons pu le mesurer. Par contre, la pente de la droite donne une valeur de $K_1 = -8,6 \cdot 10^5 \text{ erg/cm}^3$ à comparer à $-8,4 \cdot 10^5 \text{ erg/cm}^3$ obtenue par Escudier.

Etude du plan (110) du nickel :

L'étude pour le plan (110) ne présentant aucun trait original par rapport à celle décrite pour le plan (100), nous nous limitons à présenter quelques courbes caractéristiques (figures 35, 36, 37 et 38), ainsi

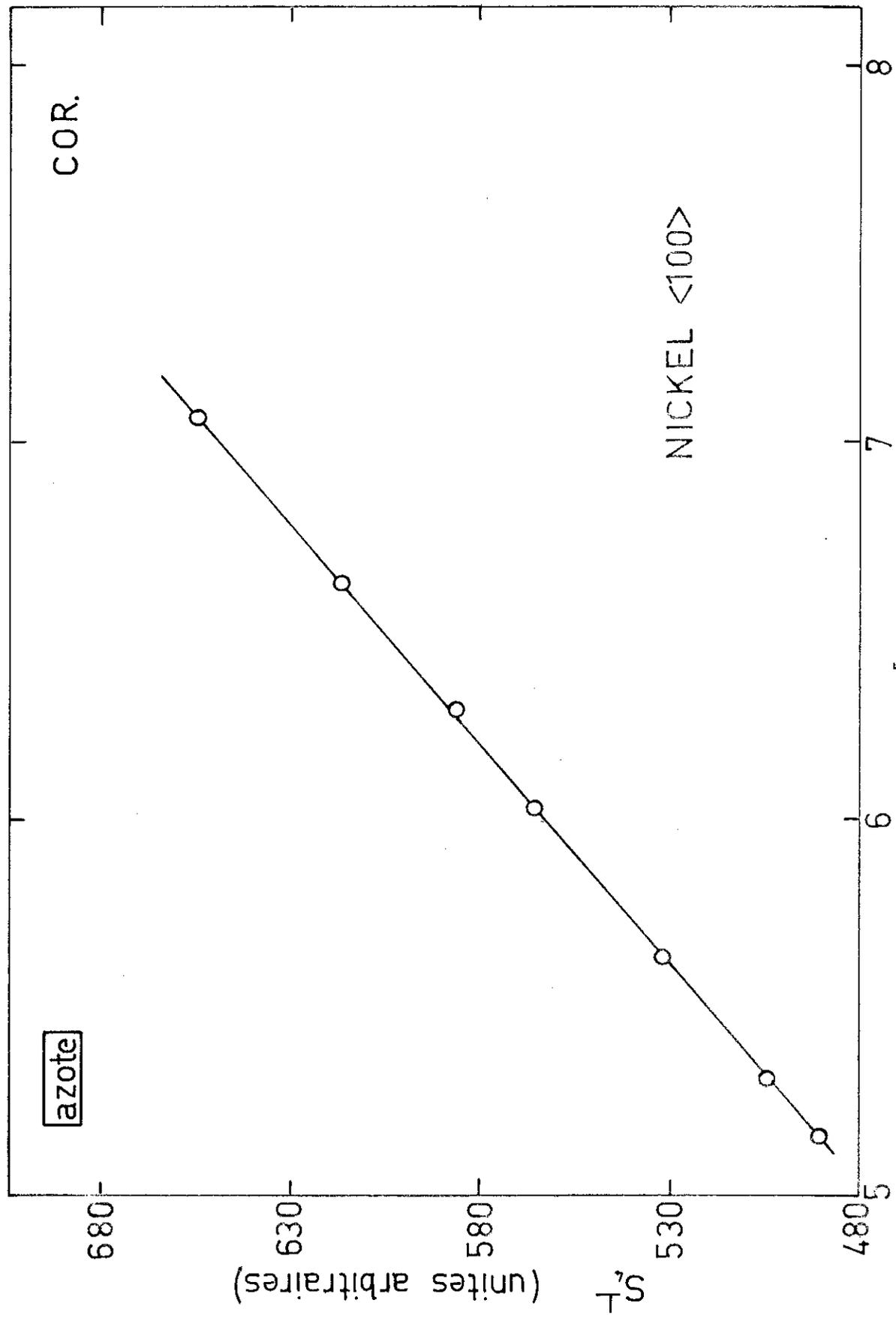
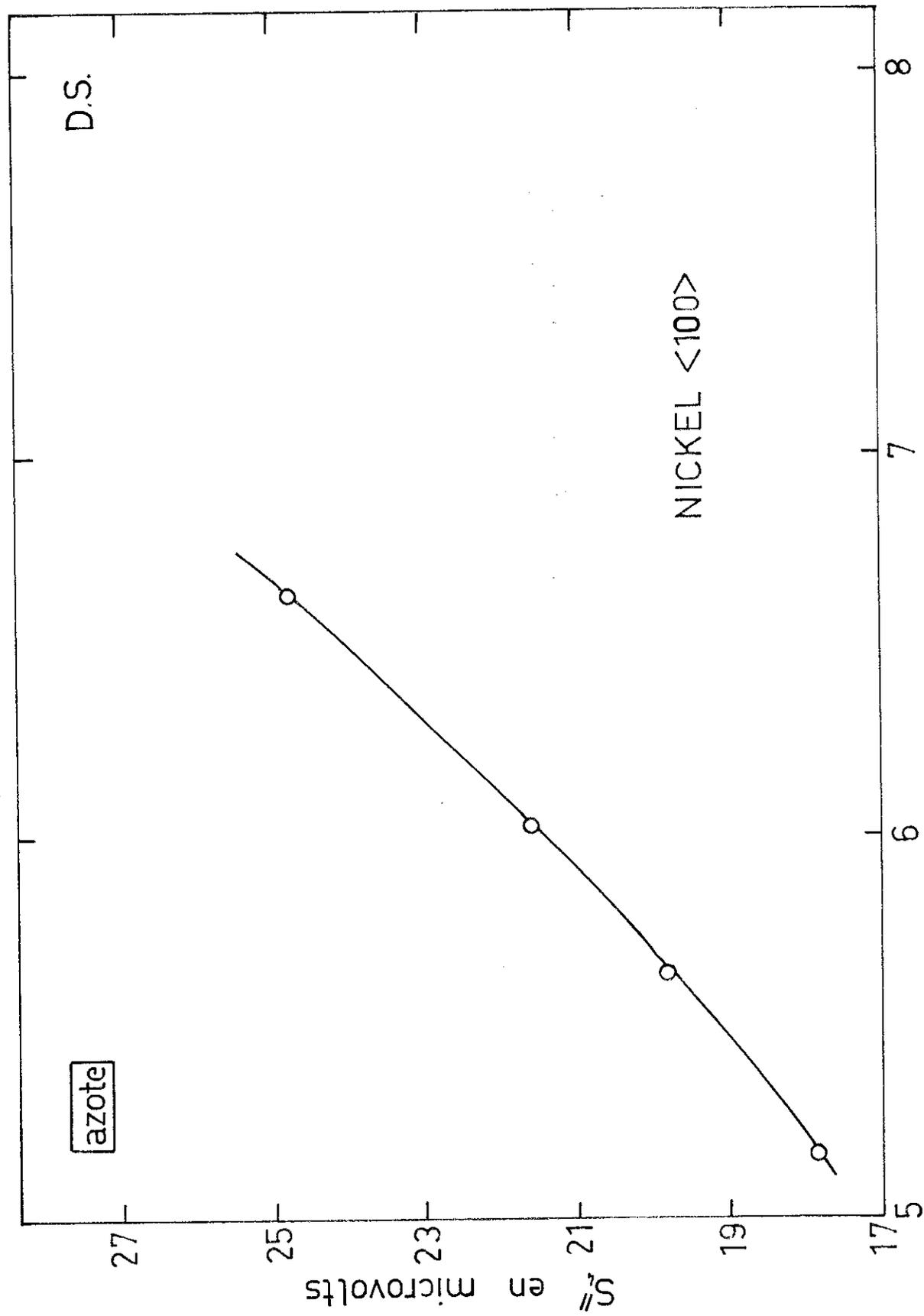


fig 32



$(1/H) \times 10^5$ H en Oerstedts

fig. 33

D.S.

azote

NICKEL <100>

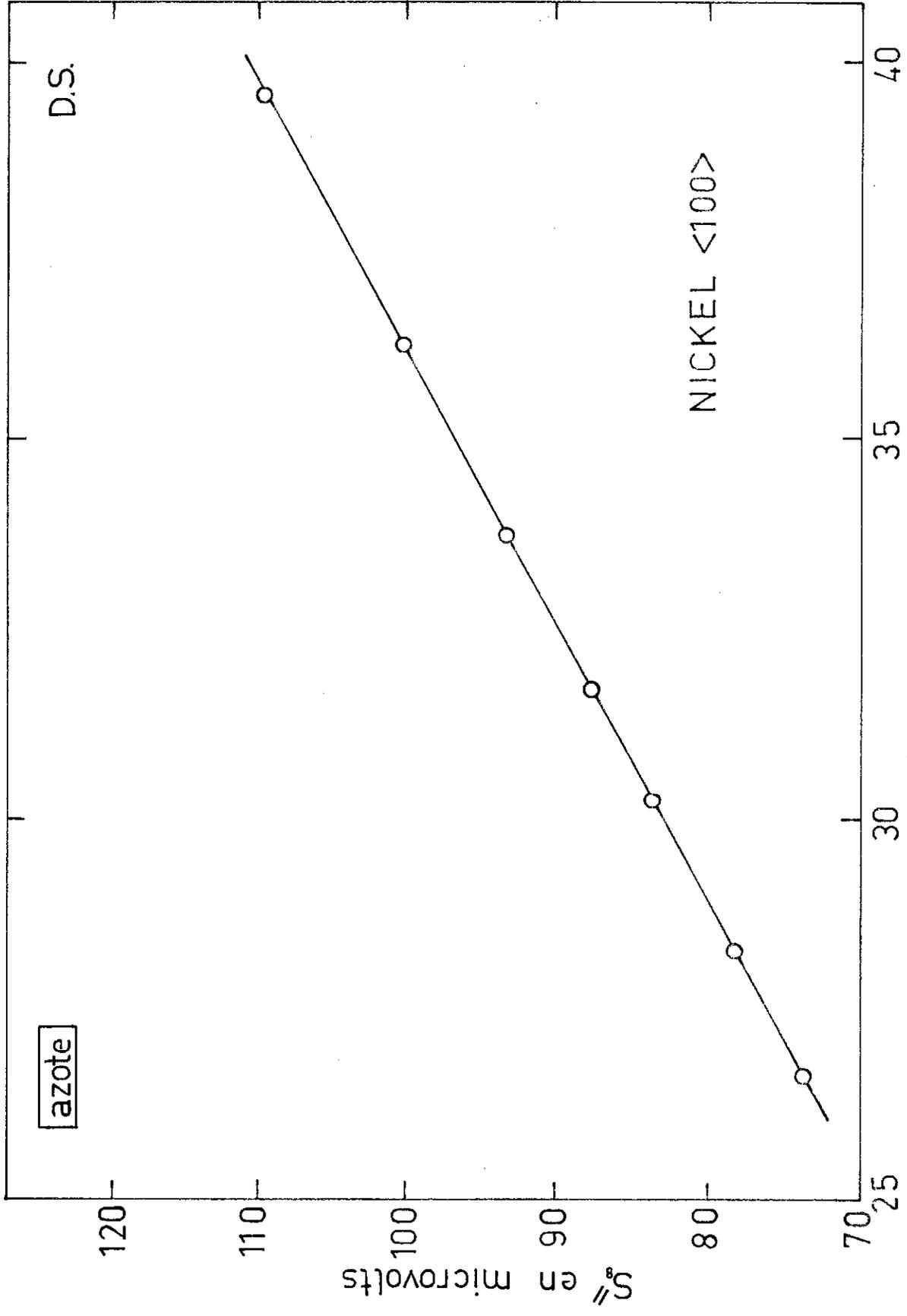


fig 34

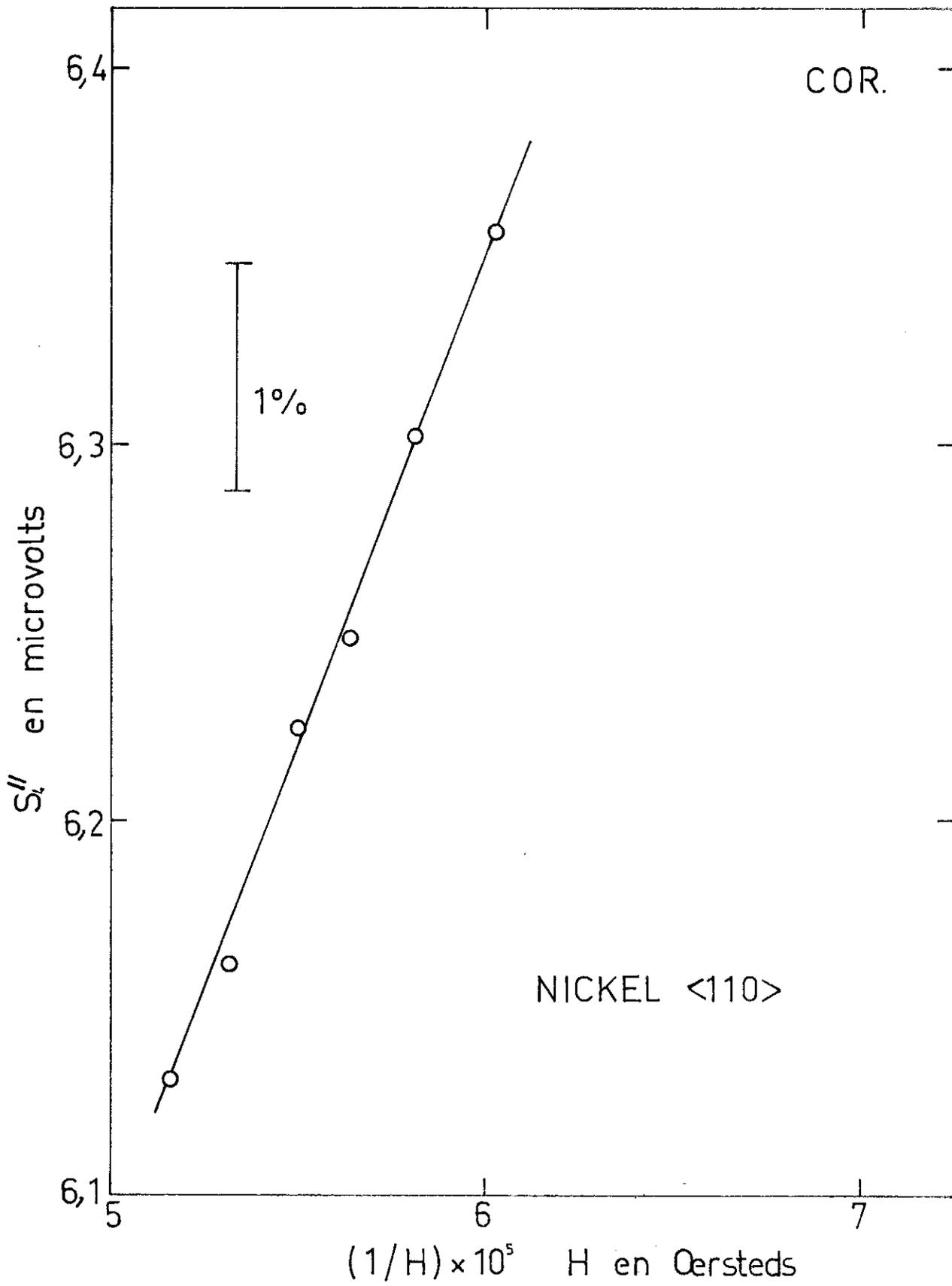


fig 35

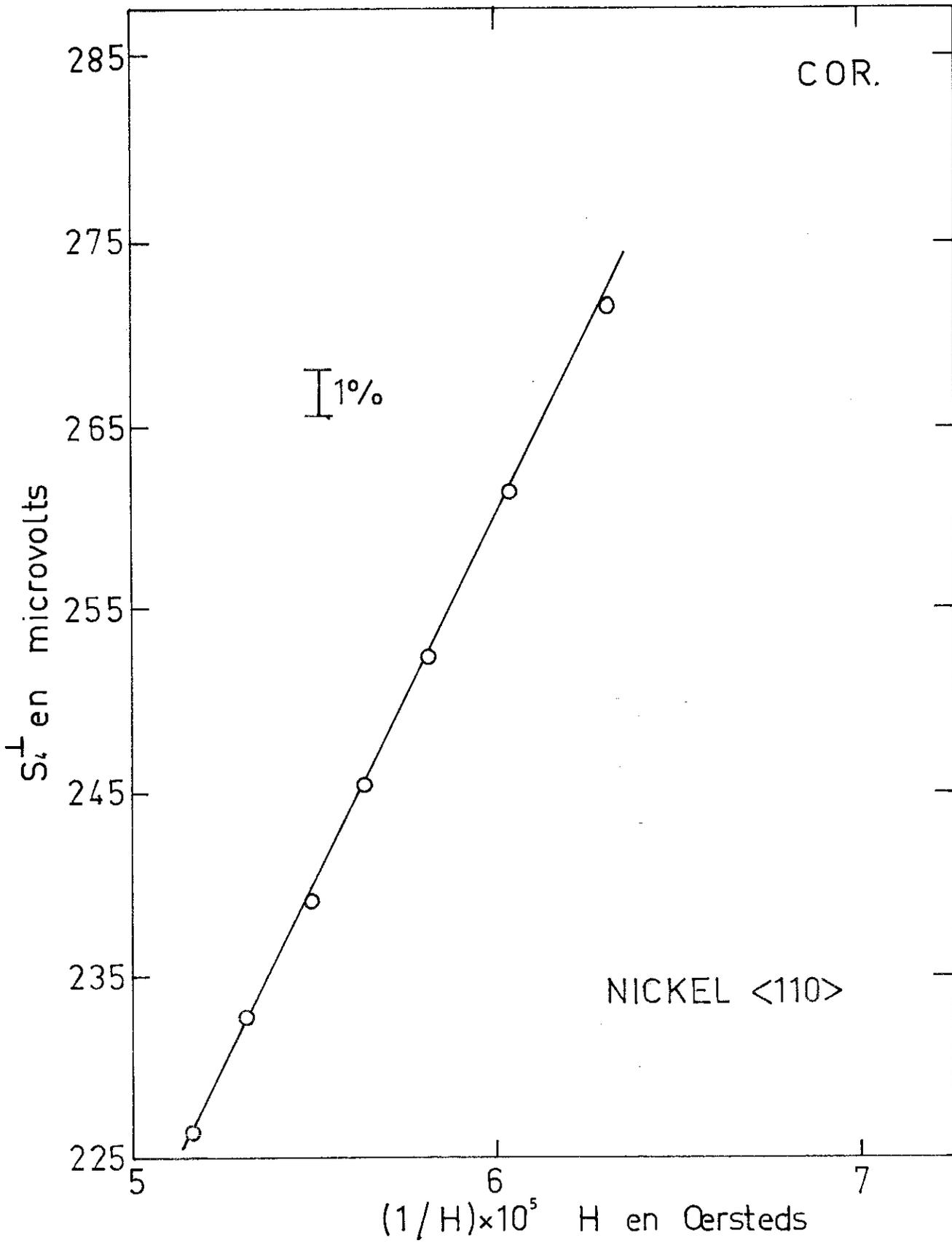


fig 36

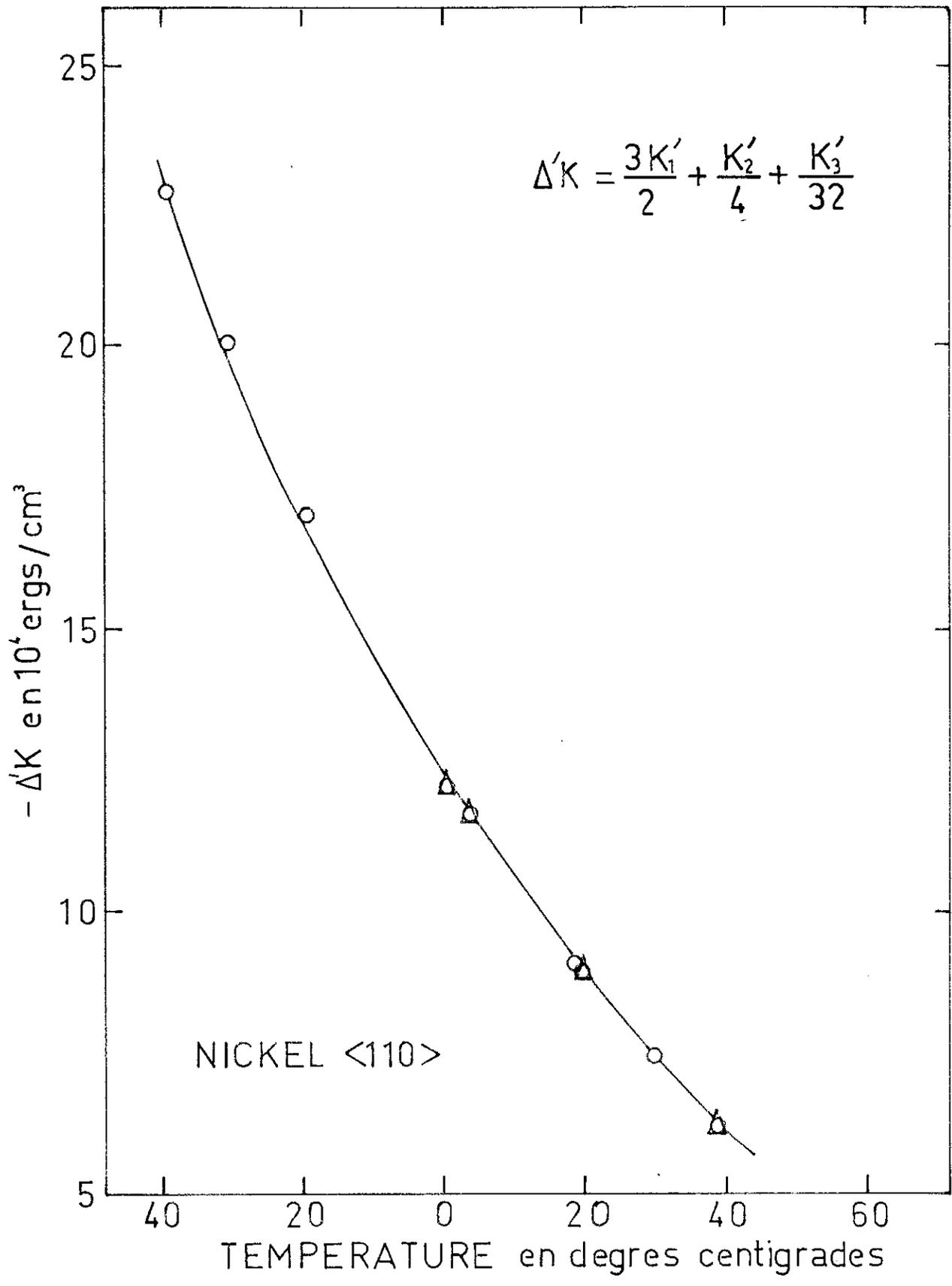
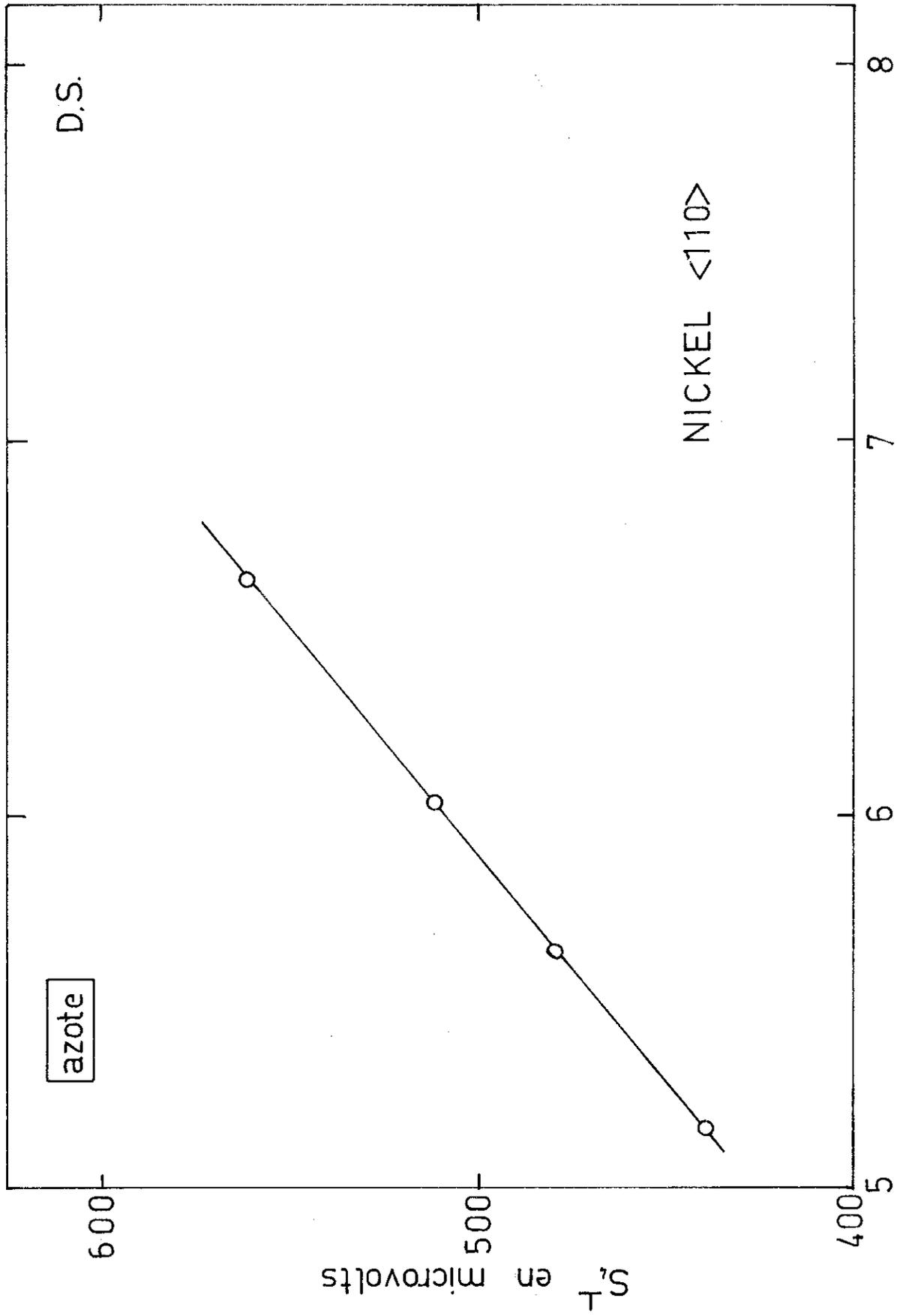


fig 37



$(1/H) \times 10^5$ H en Oersted

fig 38

que la variation de $\Delta'K$ en fonction de la température avec $\Delta'K = \frac{3K'_1}{2} + \frac{K'_2}{4} + \frac{K'_3}{32}$. L'étude de ce plan, d'analyse plus complexe que celle du plan (100) a été effectuée pour confirmer les résultats obtenus précédemment. Les triangles sur la figure 37 représentent les résultats obtenus par mesure de couples.

VI - ETAT DE SURFACE DE L'ECHANTILLON ; SON INFLUENCE SUR LES MESURES

D'ANISOTROPIE DE L'AIMANTATION

Au cours de l'étude que nous avons effectuée sur le nickel, on a pu constater que les traitements mécaniques, chimiques et thermiques effectués sur l'échantillon lors des processus de fabrication intervenaient dans les résultats obtenus (22).

Nous avons dès lors entrepris une étude systématique de l'influence de l'état de surface de l'échantillon sur l'anisotropie de l'aimantation. Nous allons décrire les différents traitements correspondant aux courbes représentées sur la figure 39. Ces résultats ont été obtenus avec le même échantillon qui a subi des traitements successifs. Comme état de départ, nous avons pris celui qui est obtenu directement après découpage par électroérosion, sans aucun recuit ou polissage. Nous analyserons les variations de la composante S_4'' en fonction du champ, à une température de 20°C et pour le plan (100).

Le champ extérieur prenait des valeurs comprises entre 5 et 20 kO

Sur la courbe 1, dans toute la gamme de champ disponible, on constate une variation linéaire de S_4'' avec l'inverse du champ extérieur corrigé du champ démagnétisant. Comme nous le verrons par la suite, nous avons tracé la variation de S_4'' en fonction de H_i^{-1} afin de vérifier sa possible interprétation par le modèle de Brown (23) d'approche à la saturation. Les différences obtenues avec la courbe de variation $S_4''(H_i^{-1})$ sont négligeables.

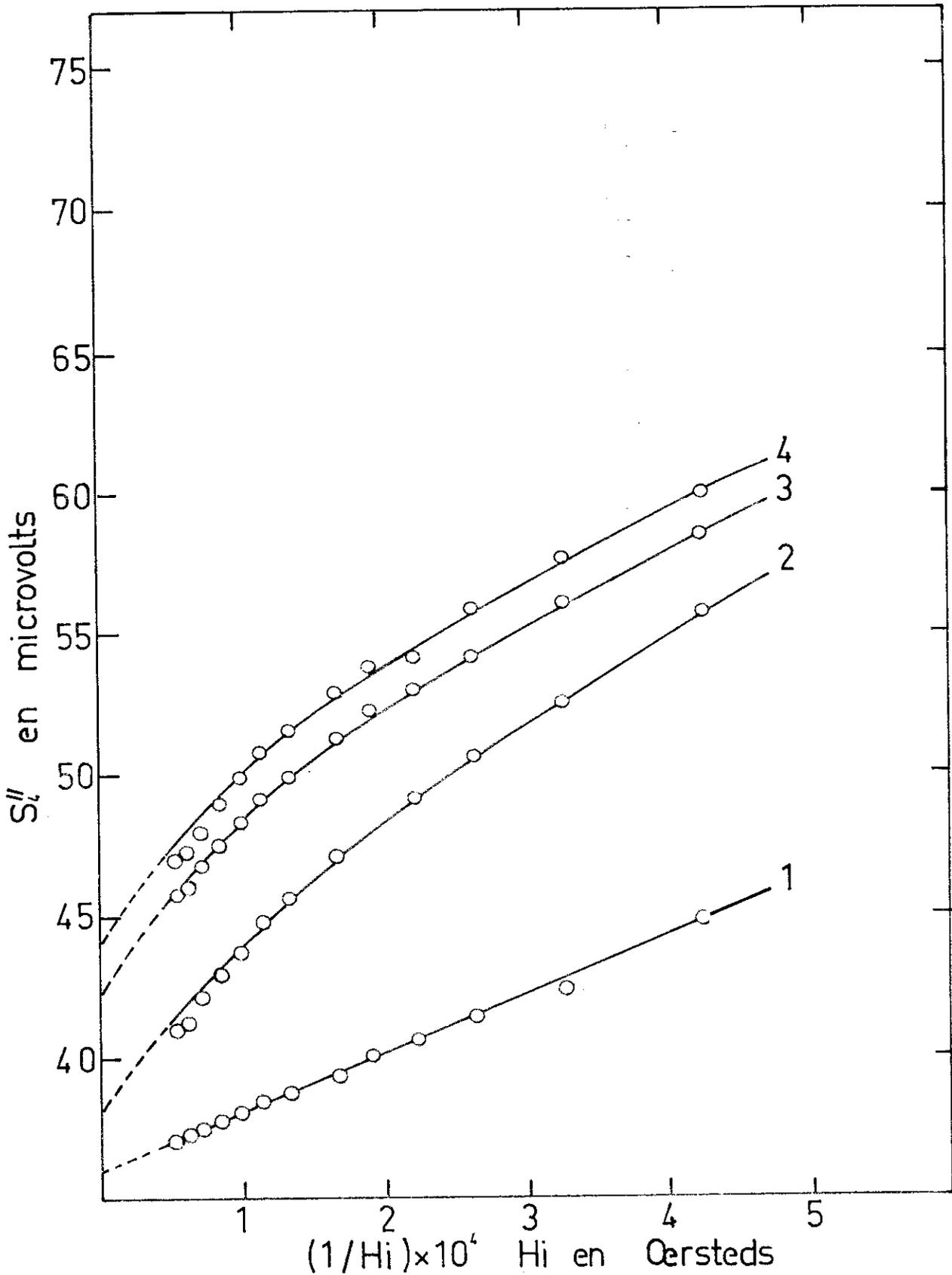


fig 39

La courbe 2 a été obtenue après rodage de l'échantillon avec de la pâte émeri de 8μ .

La courbe 3 a été obtenue après un nouveau rodage avec de la pâte diamant de $0,5\mu$.

Ces deux courbes font apparaître nettement la superposition d'un terme en H_i^{-2} au terme en H_i^{-1} déjà existant.

L'extrapolation à champ infini, effectuée par moindres carrés, avec une expression du type $S_4'' = A + BH_i^{-1} + CH_i^{-2}$ donne pour $\Delta M = \frac{M_1}{2} + \frac{M_3}{8}$ des valeurs variant jusqu'à 10 % en-dessus de la valeur correspondante obtenue par électroérosion.

Des rodages successifs, effectués à la pâte diamant de $0,5\mu$, ont donné des courbes intermédiaires entre la courbe 3 et la courbe 4, celle-ci constituant en quelque sorte une "courbe limite".

Au cours des mesures précédentes, aucune variation de phase significative du signal à mesurer par rapport au signal de référence n'a été enregistrée.

Un recuit sous hélium, à une température de 600°C , a fait apparaître, comme le montre le cliché Rayons X de la figure 16, un grand nombre de petites tâches, de même symétrie que le cristal, mais désorientées par rapport à celui-ci. Les courbes 2, 3 et 4, de la figure 39 semblent suivre une loi du type $S_4(H_i) = S_4(0) + a H_i^{-1} + b H_i^{-2}$ et peuvent être interprétées par la théorie d'approche à la saturation de Brown (23). Cet auteur montre que des concentrations ponctuelle, linéaire ou plane de forces (par exemple : dislocations) font apparaître une loi du type :

$$\frac{M}{M_s} = 1 - a H^{-\frac{1}{2}n}$$

avec $n = 1, 2, 3$ respectivement.

Une extension de ce modèle aux cas des mesures d'anisotropie permet ainsi de justifier l'apparition d'un terme en H_i^{-1} .

Il est en effet très probable que les traitements mécaniques qui perturbent à un degré plus ou moins important la surface de l'échantillon fassent apparaître une distribution de dislocations qui seront à l'origine du terme $a H_i^{-1}$. De même, le terme $b H_i^{-2}$ peut s'interpréter par l'existence de cristallites désorientées localement.

De nombreuses études ont été consacrées à l'approche à la saturation sur des monocristaux déformés. Une étude particulièrement détaillée a été faite par les chercheurs du Max-Planck-Institut de Stuttgart (24, 25, 26, 27). Par contre, trop peu d'études ont été effectuées sur la variation des constantes d'anisotropie avec le degré de déformation plastique de l'échantillon.

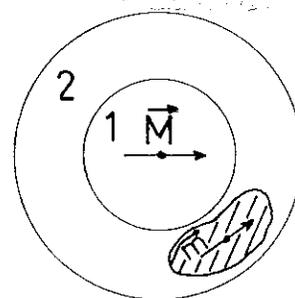
Cependant, Baatacharyya et al. (28) ont observé une variation maximale de 6,5 % de la constante K_1 sur des disques de nickel ayant subi une tension ϵ de 0,17. La tension ϵ est définie par le rapport entre la variation d'épaisseur après déformation et l'épaisseur initiale.

Les déformations subies par nos échantillons en cours de rodage apparaissent comme nettement moins importantes que celles décrites par ces auteurs. Ceci confirmerait l'indépendance des mesures des constantes d'anisotropie magnétocristalline des traitements que nous avons effectués.

Une interprétation des résultats obtenus, et en particulier du comportement du signal en parallèle, ainsi que celui obtenu en perpendiculaire, est indiquée sur le schéma ci-contre.

On y représente une sphère décomposée en deux régions : la région 1 caractérisée par une aimantation uniforme \vec{M} et comprenant tout le volume de l'échantillon à l'exception d'une mince couche superficielle, la région 2,

perturbée par les différents traitements subis et dans laquelle on peut



considérer plusieurs "zones", dont une est représentée en hachuré. Cette zone sera caractérisée par son aimantation \vec{m} , non colinéaire avec \vec{M} . \vec{M} et \vec{m} sont des aimantations par unité de volume.

L'aimantation résultante de la région 1 peut être représentée par un dipôle unique, placé au centre de l'échantillon, et le signal induit par cette région sera proportionnel à l'anisotropie de l'aimantation. Par contre, le signal induit par les différentes zones de la région 2 sera donné par une fonction vraisemblablement compliquée mais qui en tout état de cause sera proportionnelle à l'aimantation totale \vec{m} . De plus, la constante des bobines intervenant pour le calcul de la force électromotrice induite pour cette région sera différente de celle qui intervient pour le calcul du dipôle. On peut ainsi concevoir une contribution non négligeable d'un petit élément de volume perturbé par rapport à la contribution de tout le reste de l'échantillon.

Dans la mesure en perpendiculaire, la contribution de la région 1 est proportionnelle à \vec{M} , tandis que celle de 2 à \vec{m} . Compte tenu du rapport des volumes, il apparaît une très faible contribution des régions perturbées.

VII - RESULTATS OBTENUS SUR L'ALLIAGE CoFe (8 % Fe)

Une fois la mise au point de l'appareillage terminée, avec l'étude du nickel, nous avons étudié l'alliage CoFe avec 8 % de Fer, de structure cubique. Le cristal taillé en sphère de 8 mm de diamètre a été fourni par Monsieur Nowicki, de l'Institut de Physique, à Poznam, Pologne.

Nous nous sommes surtout intéressés à la variation de l'harmonique d'ordre 4 du signal induit dans les bobines, en fonction du champ extérieur et de la température.

Etude du plan (110) :

a) mesure en parallèle : la caractéristique principale des résultats obtenus en parallèle réside dans la très petite variation du signal S_4^{\parallel} en fonction du champ, comme le montre la figure 40, accompagnée d'une absence de variation de phase du signal par rapport au signal de référence. Par extrapolation linéaire en H^{-1} , nous avons pu déterminer ΔM_{110} , dont la variation avec la température est donnée sur la figure 41.

b) mesure en perpendiculaire : S_4^{\perp} varie linéairement avec l'inverse du champ appliqué, en accord avec l'expression (49), figure 42, et d'après la pente de la droite, on obtient

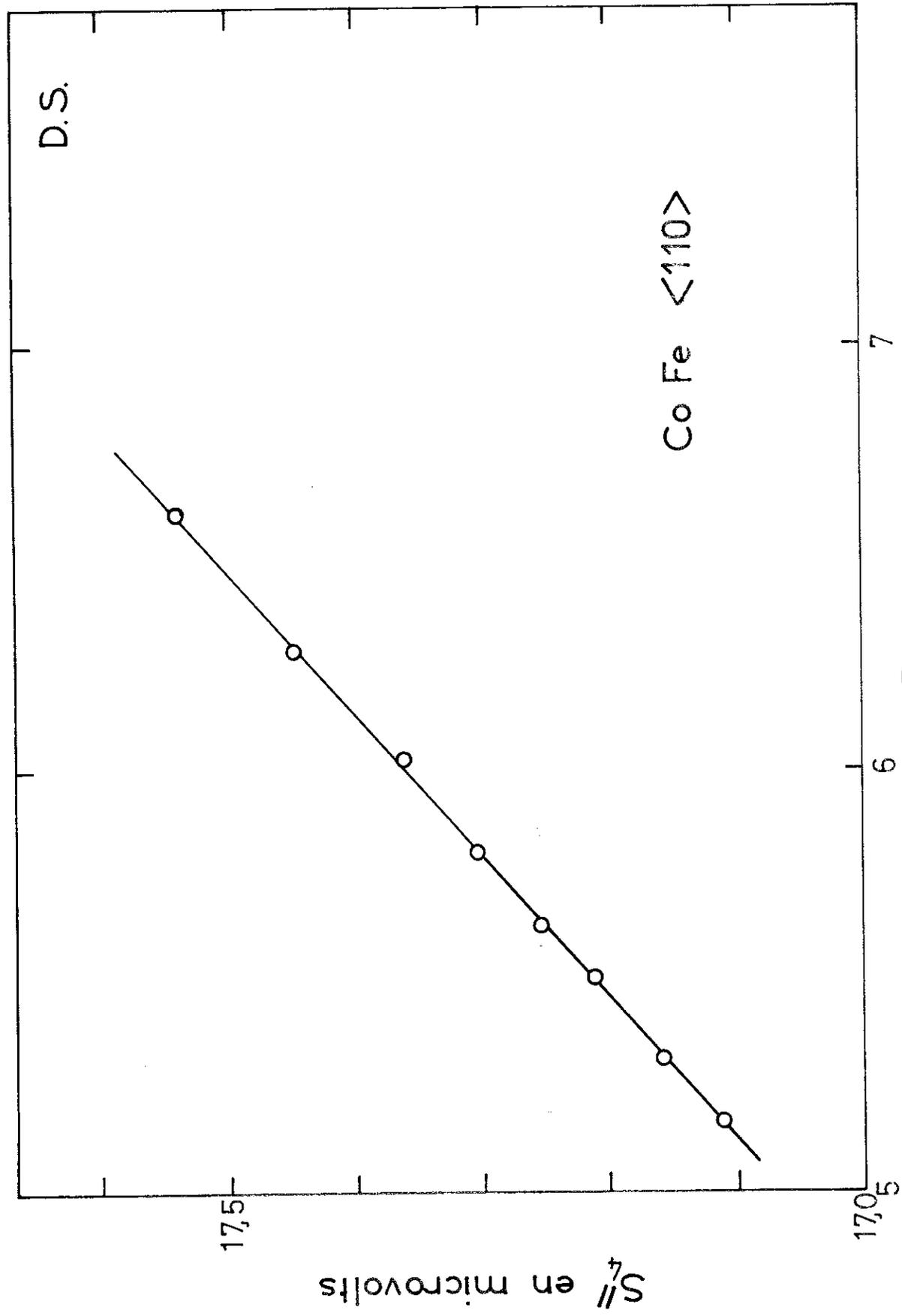
$$\Delta'K = \frac{3K_1}{2} + \frac{K_2}{4}$$

dont la variation avec la température est donnée sur la figure 43.

Etude du plan (100) :

Lors de l'orientation du cristal, une mosaïque de quelques degrés, (3° à 4°), a été observée dans les directions (100).

Nous avons fait quelques mesures dans cette direction, afin de vérifier l'influence de ces désorientations sur les mesures d'anisotropie de l'aimantation.



(1/H)x10⁵ H en Oersted
fig 40

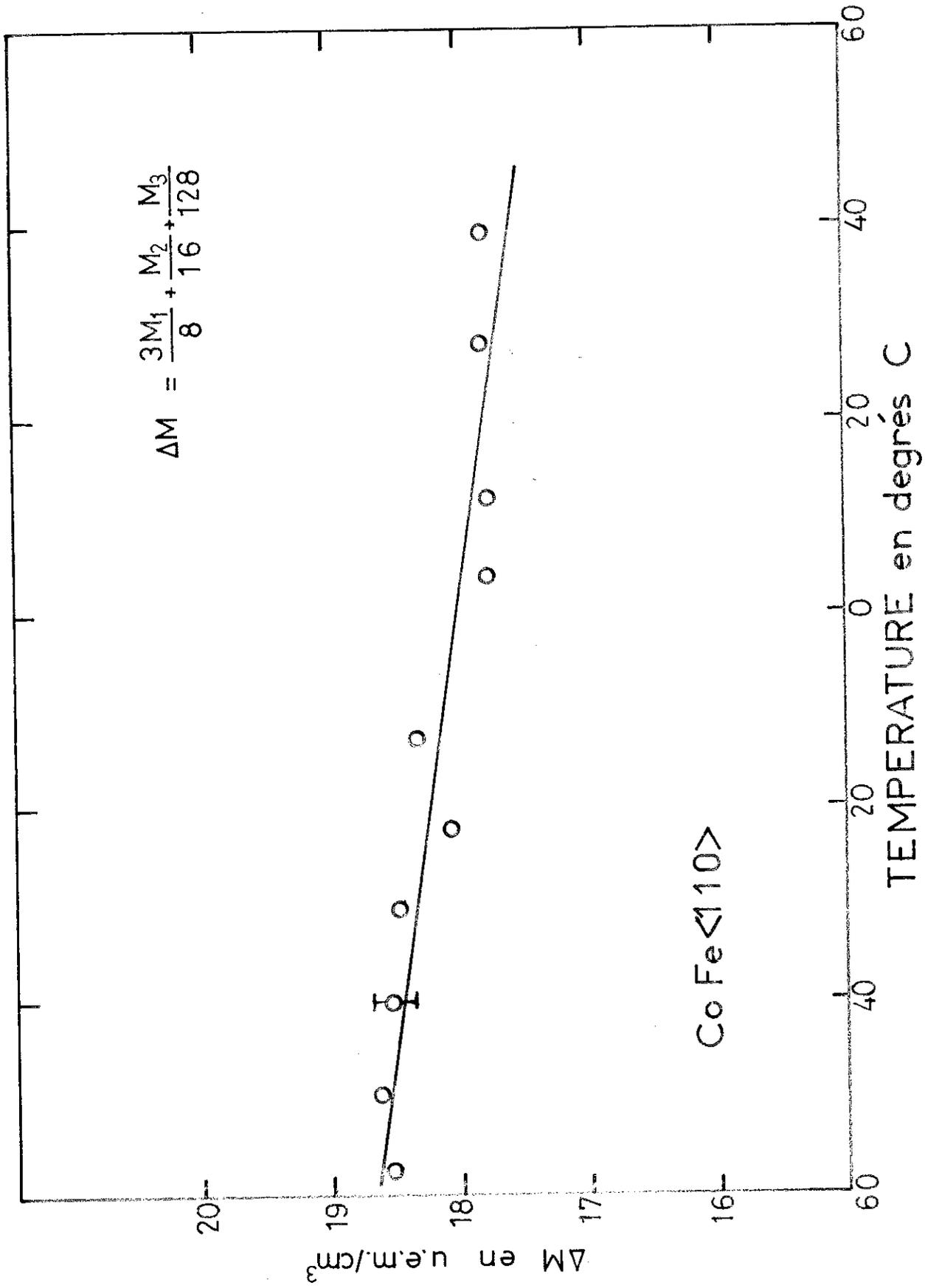


fig 41

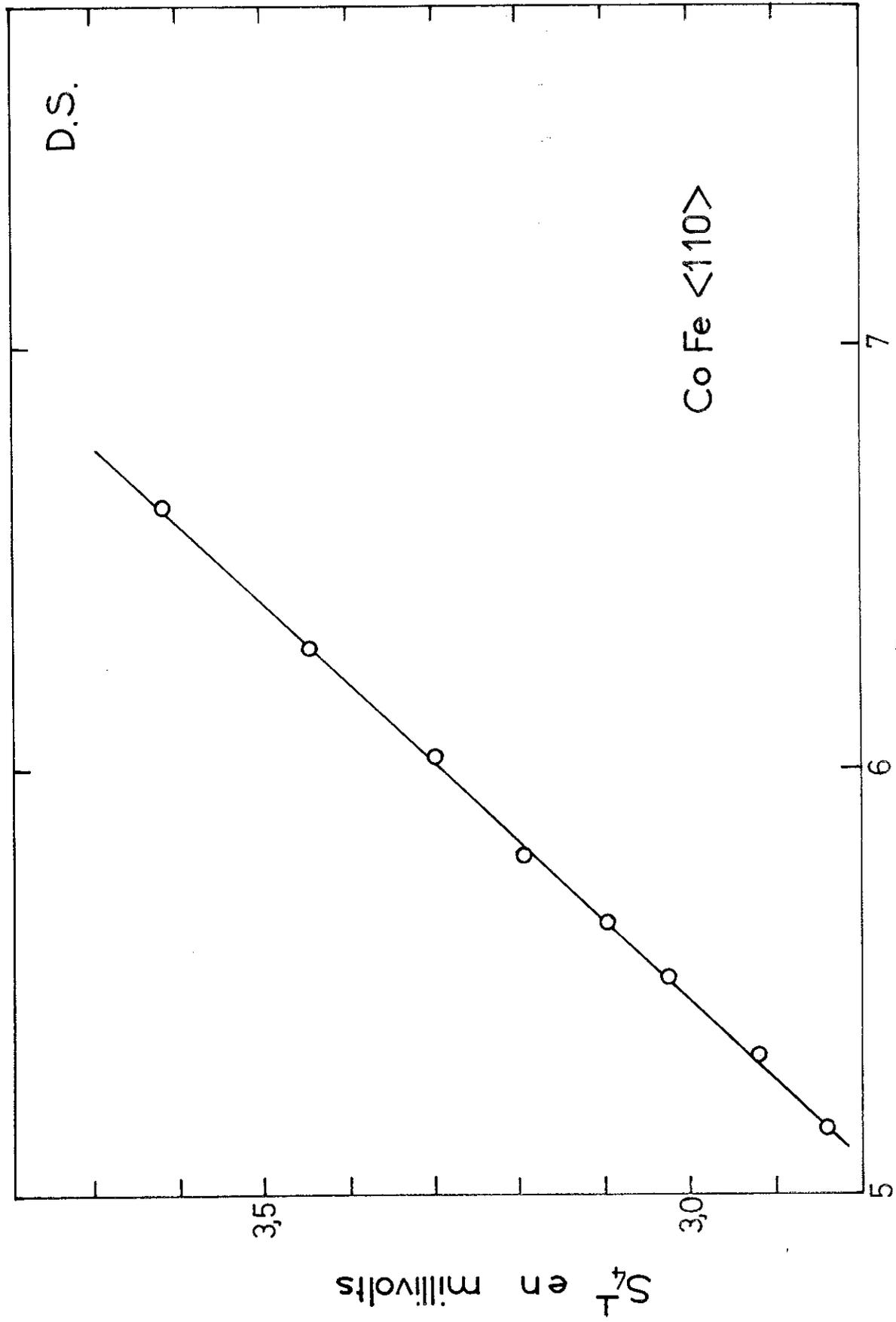


fig 42

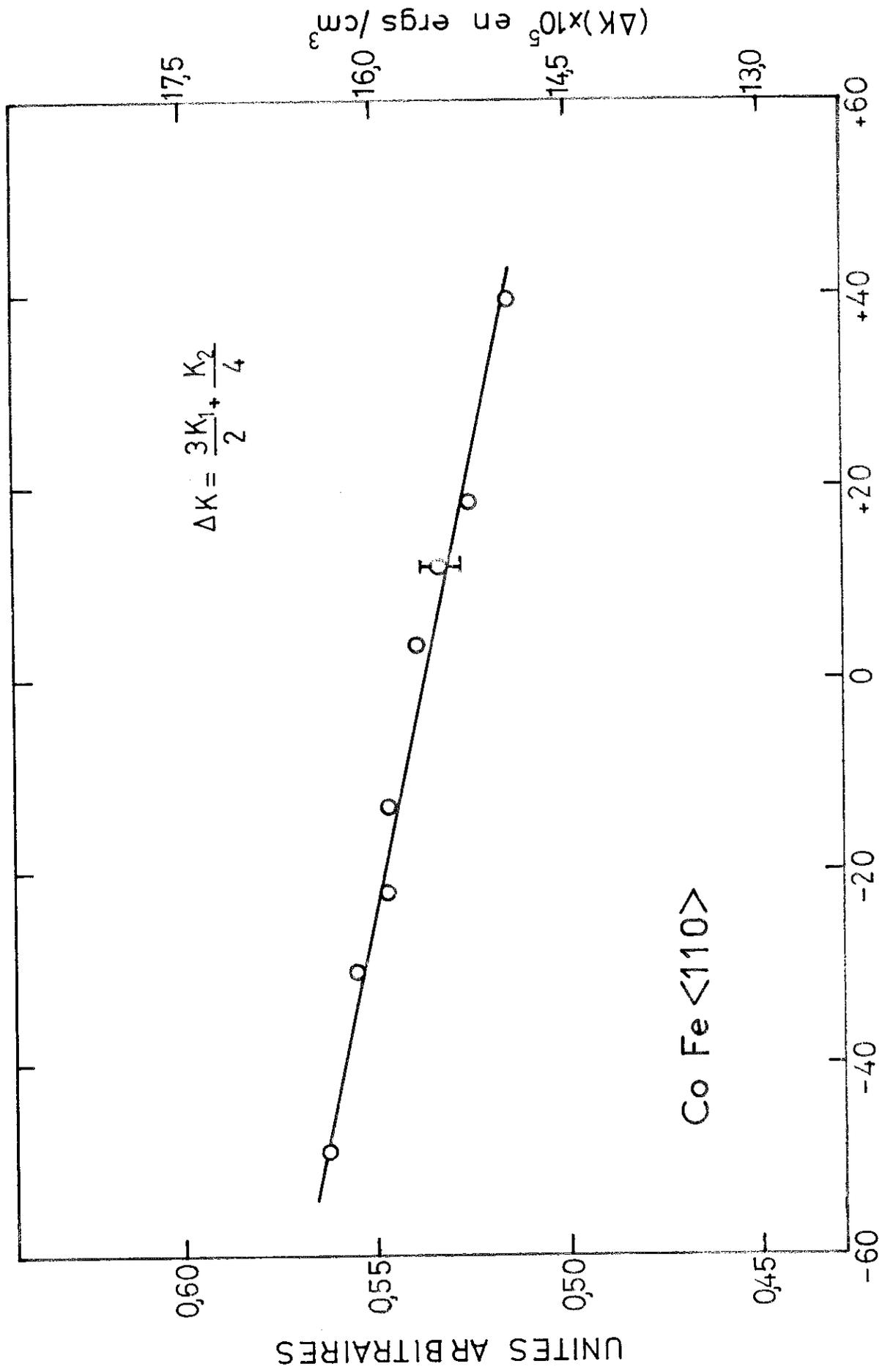


fig 43

Comme on peut le constater sur la figure 44, la variation en fonction de H^{-1} est toujours linéaire mais elle est plus importante que celle trouvée dans le plan (110).

La mesure en perpendiculaire nous donne la valeur de $\Delta K = \frac{K_1}{2} + \frac{K_3}{8}$.
 La comparaison de ΔK_{100} et ΔK_{110} à l'ambiante montre que à 1 % près on peut négliger dans les deux expressions les contributions de K_2 et K_3 et on obtien par exemple à 20°C, $K_1 \approx 10^6$ ergs/cm³.

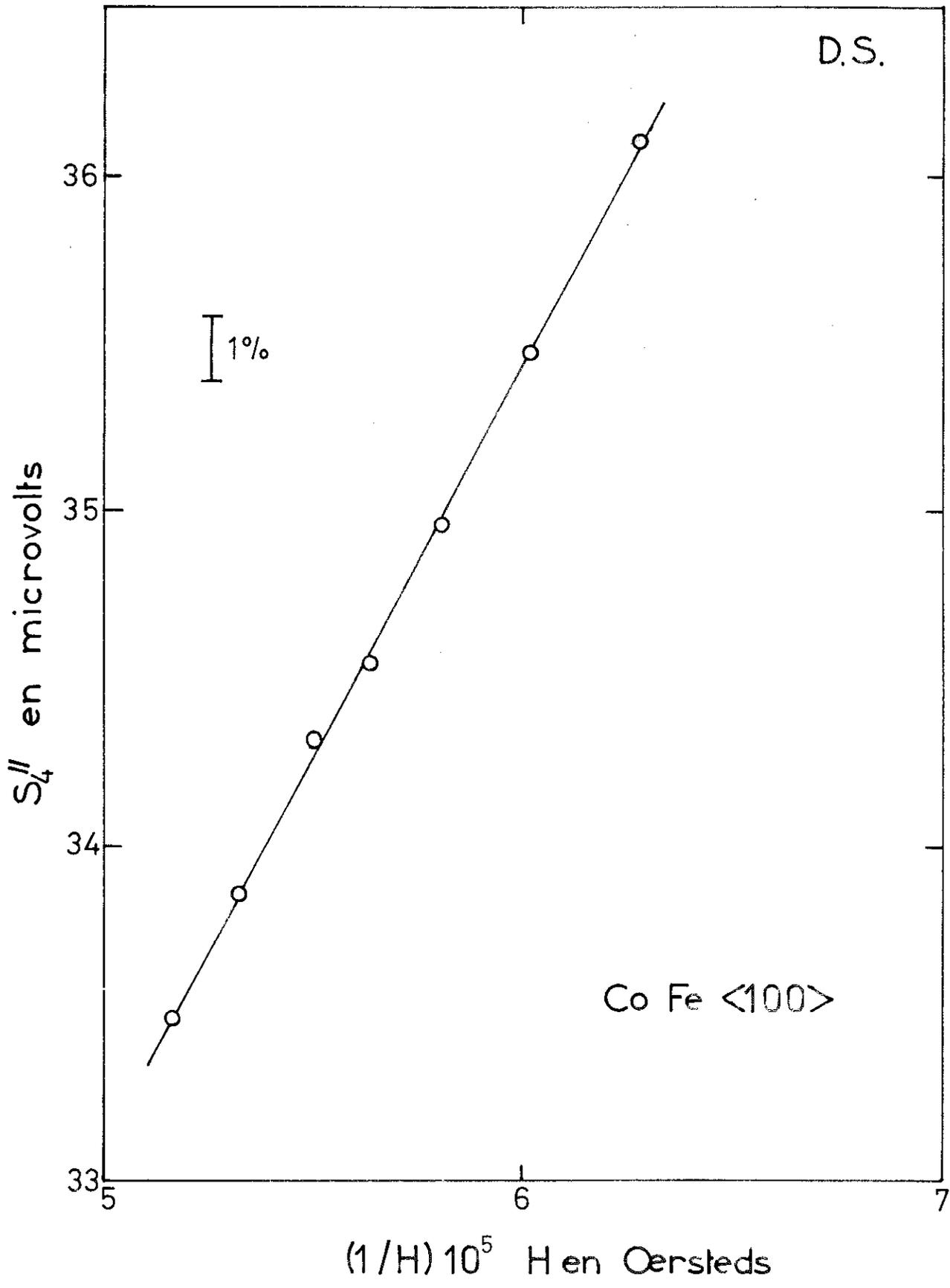


fig 44

CHAPITRE IV

QUELQUES CONSIDERATIONS THEORIQUES

CONTE PREMIER : OÙ CANDIDE RENCONTRE LA LOI EN PUISSANCE 10 ET CE QU'IL

EN ADVIENT

En parcourant la très abondante littérature consacrée à l'anisotropie des ferromagnétiques, on constate que ce sont les variations thermiques des constantes d'anisotropie magnétocristalline qui ont été les plus étudiées. On a cherché à vérifier l'accord entre les résultats expérimentaux et la loi en puissance dix.

L'origine de celle-ci remonte à 1936 ; on la trouve dans un travail d'Akulov ⁽²⁹⁾ intitulé "contribution à la théorie quantique de la variation thermique de la courbe d'aimantation". L'idée qui est à la base de cette étude est de considérer chaque spin comme indépendant. Son énergie, indépendante de la température, ne dépend que de son orientation par rapport aux axes cristallographiques et provient de l'interaction avec le champ cristallin.

Cette énergie peut s'écrire :

$$\varepsilon = \varepsilon_0 + K_1 (0) \left[v_1^2 v_2^2 + v_2^2 v_3^2 + v_3^2 v_1^2 \right] + \dots \quad (63)$$

où v_1, v_2, v_3 sont les cosinus directeurs du spin considéré.

L'énergie libre du cristal, en effectuant un calcul de perturbation au premier ordre, sera donnée par :

$$F = F_0 + K_1 (0) \langle v_1^2 v_2^2 + \dots + v_3^2 v_1^2 \rangle \quad (64)$$

Le résultat de ce calcul sera à comparer à l'expression :

$$F = K_0 (T) + K_1 (T) (\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_3^2 \alpha_1^2) \dots \quad (65)$$

On obtient ainsi :

$$K_1 (T) = K_1 (0) \left(1 - 10 \frac{M_s (0) - M_s (T)}{M_s (0)} \right) \quad (66)$$

Dans la gamme de température pour laquelle :

$$\frac{M_s (0) - M_s (T)}{M_s (0)} \ll 1$$

(66) devient :

$$\frac{K_1 (T)}{K_1 (0)} = \left[\frac{M_s (T)}{M_s (0)} \right]^{10} \quad (67)$$

Cette expression est connue sous le nom de loi en puissance 10 de la première constante d'anisotropie magnétocristalline.

Il faut bien remarquer que le facteur 10 dans cette expression ne provient pas de l'emploi d'un modèle déterminé, mais uniquement de la combinaison des cosinus directeurs intervenant dans l'équation (63). Dans certains développements ultérieurs de cette loi, on trouve une variation en puissance $\frac{\ell (\ell + 1)}{2}$; en particulier pour $\ell = 4$, on retrouve la loi en puissance 10 d'Akulov. Cette variation $\frac{\ell (\ell + 1)}{2}$ provient de considérations de symétrie avec un développement des polynômes de Legendre sous la forme :

$$P_\ell (\cos \theta) = 1 - \frac{\ell (\ell + 1)}{2} \frac{\theta^2}{2} + \dots = (\cos \theta)^{\frac{\ell (\ell + 1)}{2}}$$

l'approximation restant valable pour θ petit, ce qui limite son application aux basses températures.

Par la suite, et pendant vingt ans, le théorème d'Akulov a subi une série de succès et de revers, allant de l'accord le plus complet obtenu pour des échantillons de fer jusqu'à un flagrant désaccord pour le nickel.

Pourtant, déjà en 1937, Van Vleck ⁽³⁰⁾ se penchait sur un problème plus fondamental "... we shall confine our attention to the theoretical explanation of the existence of nonvanishing constants K_1 , K_2 of the proper order of magnitude, in other words, the origin of the anisotropy on the basis of atomic theory...". Ce modèle a permis de montrer comment l'anisotropie peut être interprétée à partir d'un modèle d'électrons localisés.

L'Hamiltonien d'Heisenberg, $-2J \sum_{i,j} \vec{S}_i \cdot \vec{S}_j$ où i et j sont les sites atomiques des moments \vec{S}_i et \vec{S}_j , est invariant par rotation ; il ne peut donc contribuer par un terme anisotrope à l'énergie du cristal. Par contre, Van Vleck a montré qu'en raison du couplage spin-orbite, dont déjà Bloch et Gentile ⁽³¹⁾ ont suggéré l'importance pour l'anisotropie, il existe un couplage pseudo-dipolaire de la forme :

$$C_{ij}(\vec{r}_{ij}) \{ \vec{S}_i \cdot \vec{S}_j - \frac{3(\vec{S}_i \cdot \vec{r}_{ij})(\vec{S}_j \cdot \vec{r}_{ij})}{r_{ij}^2} \} \quad (68)$$

entre deux spins dans les sites i et j , séparés par le vecteur \vec{r}_{ij} .

Il existe aussi un couplage pseudo-quadrupolaire :

$$D_{ij} (\vec{S}_i \cdot \vec{r}_{ij})^2 (\vec{S}_j \cdot \vec{r}_{ij})^2 \cdot r_{ij}^{-4} \quad (69)$$

Les constantes de couplage C_{ij} et D_{ij} sont indépendantes de la température.

La constante d'anisotropie K_1 pour les cristaux cubiques est alors obtenue par un calcul de perturbations au deuxième ordre sur les termes de couplage dipolaire et au premier ordre sur les termes quadrupolaires. Le calcul poussé à un ordre plus élevé fait apparaître la constante K_2 .

La principale difficulté avec ce modèle est qu'il prévoit une valeur du rapport K_2/K_1 trop petite, les deux constantes étant obtenues par des calculs de perturbations poussés à des ordres différents. Zener (32) a étendu jusqu'au point de Curie la gamme de température où le modèle d'Akulov et Van Vleck était applicable et il a généralisé la loi en puissance 10 sous la forme :

$$k_\ell (T) = m \frac{\ell (\ell + 1)}{2}$$

où $k_\ell (T)$ est le coefficient d'ordre ℓ du développement en harmoniques sphériques et m est l'aimantation réduite $M_s (T)/M_s (0)$.

Par la suite, le modèle de Van Vleck a fait l'objet de plusieurs développements. Les calculs de la loi de variation thermique ont alors donné une loi en puissance 16, Kasuya (33) ; corrigée par Charap et Weiss (34), cette loi est alors devenue une loi en puissance 8 ; enfin l'introduction de certains termes manquants a donné à nouveau la loi en puissance 10.

Il a fallu attendre 1959 pour que Van Vleck (35) mette tous les adeptes du modèle localisé d'accord. Cet auteur a montré que la validité de la loi en puissance 10 était liée au fait qu'il existe entre deux spins à basse température une corrélation rigide. L'hypothèse de cette corrélation à basse température est justifiée par la théorie des ondes de spins, amenant à considérer le complexe de deux ions de spin S comme un seul ion de spin $2S$. Il a également montré que la loi en puissance 10 est restreinte aux matériaux dont les propriétés magnétiques étaient interprétables par un modèle de spins localisés, ce qui exclut tout naturellement les métaux 3d.

"Ce dernier paragraphe fit dire très sagement à Candide qu'il devait exister un autre modèle et il remonta ainsi le cours du temps à sa recherche".

CONTE DEUXIEME : COMMENT CANDIDE REUSSIT A SE DEBARRASSER DU MODELE

LOCALISE ET DEVINT LE DEFENSEUR DU MODELE ITINERANT

En 1936, avec les travaux de Slater ⁽³⁶⁾, Stoner ⁽³⁷⁾ et Wohlfarth ⁽³⁸⁾, apparaît le modèle des électrons itinérants ou modèle collectif du ferromagnétisme.

Cette théorie, qui s'est développée parallèlement à celle qui s'appuie sur un modèle d'électrons localisés, a été appliquée en particulier aux métaux 3d.

Ces deux modèles ont évolué au cours du temps, chacun prenant certaines caractéristiques de l'autre et perdant ainsi son caractère propre initial.

Il existe néanmoins certains résultats expérimentaux qui ont tendance à favoriser le modèle itinérant. Parmi ceux-ci, Herring ⁽³⁹⁾ cite :

a) l'ordre de grandeur de la chaleur spécifique électronique du nickel qui met en évidence la participation des électrons d aux phénomènes de conduction ⁽³⁹⁾ ;

b) la valeur non entière du moment à saturation du nickel ⁽³⁹⁾ $\mu = 0,615 \mu_B/\text{atome}$. Toutefois, Van Vleck ⁽⁴⁰⁾, en 1953, a suggéré que cela pouvait provenir de l'existence de deux configurations possibles pour les atomes de nickel d^9 et d^{10} ; l'état moyen donné par $d^{9,4}$ correspond ainsi à un nombre non entier de magnétons de Bohr. Ce modèle n'est plus un modèle strictement localisé et devrait plutôt être appelé : modèle itinérant corrélé

c) enfin, les expériences faisant intervenir les propriétés de la surface de Fermi du nickel ⁽⁴¹⁾ démontrent clairement le caractère itinérant des électrons d.

La première application du modèle itinérant à l'anisotropie des ferromagnétiques est due à Brooks ⁽⁴²⁾, en 1940. "... At Professor Van Vleck's suggestion, we have treated ferromagnetic anisotropy from the standpoint of the "itinerant" or "collective" electron model of Bloch,

Stoner and Slater, in which each electron is treated as belonging to the metal as a whole and as moving independently of the other electrons in a self-consistent field determined by the potential of the ions and the "time exposure" field of the other electrons...".

Pour Brooks, c'est le couplage spin-orbite qui, en perturbant la structure de bandes, est à l'origine de l'anisotropie magnétique.

Les progrès effectués depuis le premier calcul de Brooks résultent surtout d'une meilleure description des états de base intervenant pour le calcul des bandes.

Fletcher ⁽⁴³⁾ utilise des états de base obtenus par combinaison linéaire des orbitales atomiques (LCAO). Ce modèle présente déjà un avantage par rapport à celui de Brooks qui ne considérait que des orbitales t_{2g} et négligeait ainsi les deux orbitales e_g .

La principale limitation de ces modèles est qu'ils négligent l'hybridation entre les électrons des bandes s et des bandes d.

Parmi les travaux récents sur l'anisotropie dans le cadre d'un modèle itinérant citons celui de Furey ⁽⁴⁴⁾ qui a calculé l'anisotropie du nickel utilisant le schéma d'interpolation de bandes de Hodges, Ehrenreich et Lang ⁽⁴⁵⁾. Il utilise comme fonction de base les cinq LCAO plus les 4 OPW, incluant l'hybridation entre deux électrons. Furey met en évidence la contribution des états dégénérés, comme le montre la figure 45 représentant la surface de quelques bandes d près du point X pour deux directions d'aimantation. Les écarts d'énergie sont plus grands près de X et n'ont pas tous le même signe. En faisant varier la température, l'occupation des états les plus importants change et l'énergie totale peut aussi varier rapidement. Ce modèle présente l'avantage d'expliquer une variation rapide de l'énergie avec la température en identifiant cette variation à celle des niveaux d'énergie des états près du point X. La figure 46 permet de comparer les résultats expérimentaux obtenus plus tard par Franse ⁽⁴⁶⁾ à la courbe théorique de Furey. L'accord est excellent. Cet auteur suggère que le calcul de

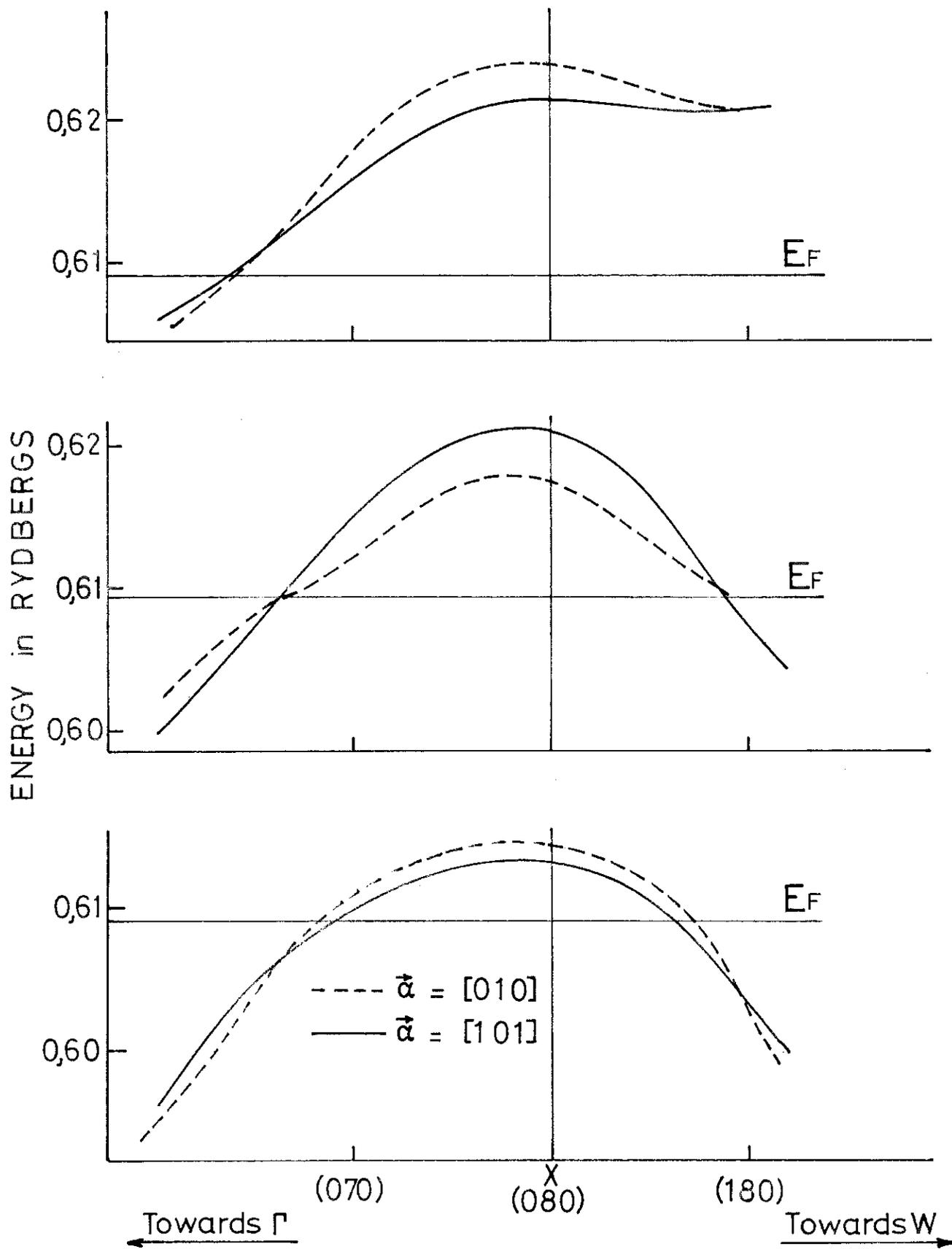
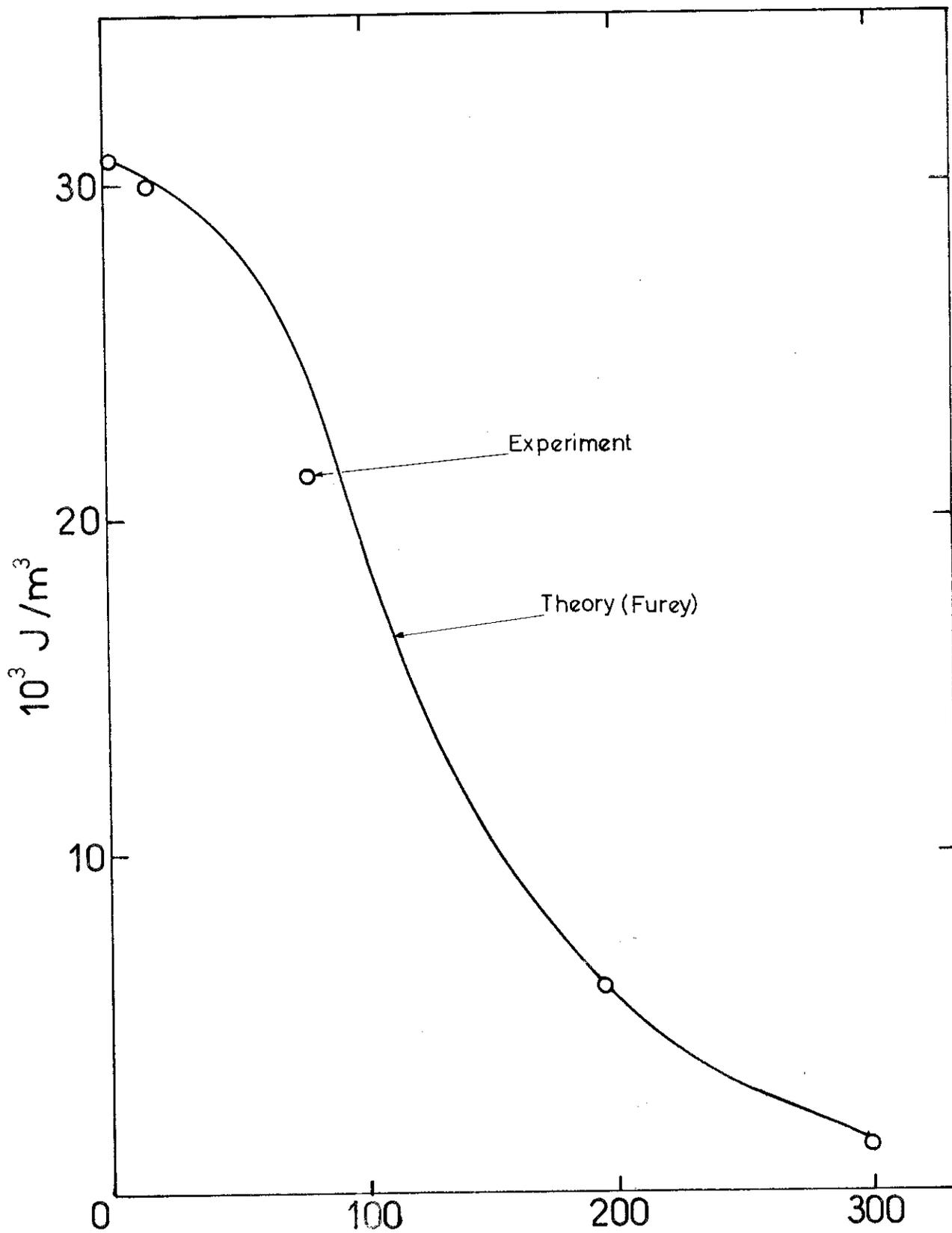


fig 45



T (K)

fig 46

l'anisotropie de l'aimantation soit fait par l'emploi du modèle de Furey.

CONTE TROISIEME : CANDIDE FAIT CONNAISSANCE AVEC L'ANISOTROPIE DE

L'AIMANTATION

L'existence d'une anisotropie de l'aimantation a été proposée par Callen et Callen en 1960. Pour ces auteurs, l'anisotropie de l'aimantation résulte directement de l'anisotropie de l'énergie. Le calcul des coefficients d'anisotropie de l'aimantation, intervenant dans le développement du module du vecteur aimantation en fonctions sphériques, utilise un modèle localisé dans lequel on attribue à chaque spin une énergie d'anisotropie. L'énergie d'échange est représentée par un champ moléculaire. Ceci donne :

$$M_{\ell}(T) = - \frac{\ell(\ell+1)}{2M_0(0)} \cdot k_{\ell}^0 \cdot C \cdot T^{1/2} \quad (70)$$

où M_{ℓ} est la constante d'anisotropie de l'aimantation d'ordre ℓ et k_{ℓ}^0 est le coefficient d'anisotropie d'ordre ℓ et provient du développement de l'énergie libre du cristal sous la forme

$$F = \sum k_{\ell}(T, H) \sum_{m=-\ell}^{+\ell} C_{\ell}^m Y_{\ell}^m \quad (71)$$

Cette expression prévoit que tous les M_{ℓ} seront nuls à 0°K, l'aimantation à saturation à cette température se réduisant à la partie isotrope de M.

L'ordre de grandeur des M_{ℓ} prévu par cette théorie est en désaccord avec les résultats expérimentaux obtenus pour le nickel.

Pour tenter d'expliquer ces divergences, Aubert (2) suggère un modèle où l'on considère, en première approximation, que le système de spins est isotrope et que la partie principale de l'anisotropie de l'aimantation est due à une contribution orbitale.

Pour cela, il considère le métal comme étant constitué de deux systèmes couplés entre eux, à savoir le système des spins et le système des moments orbitaux, et où :



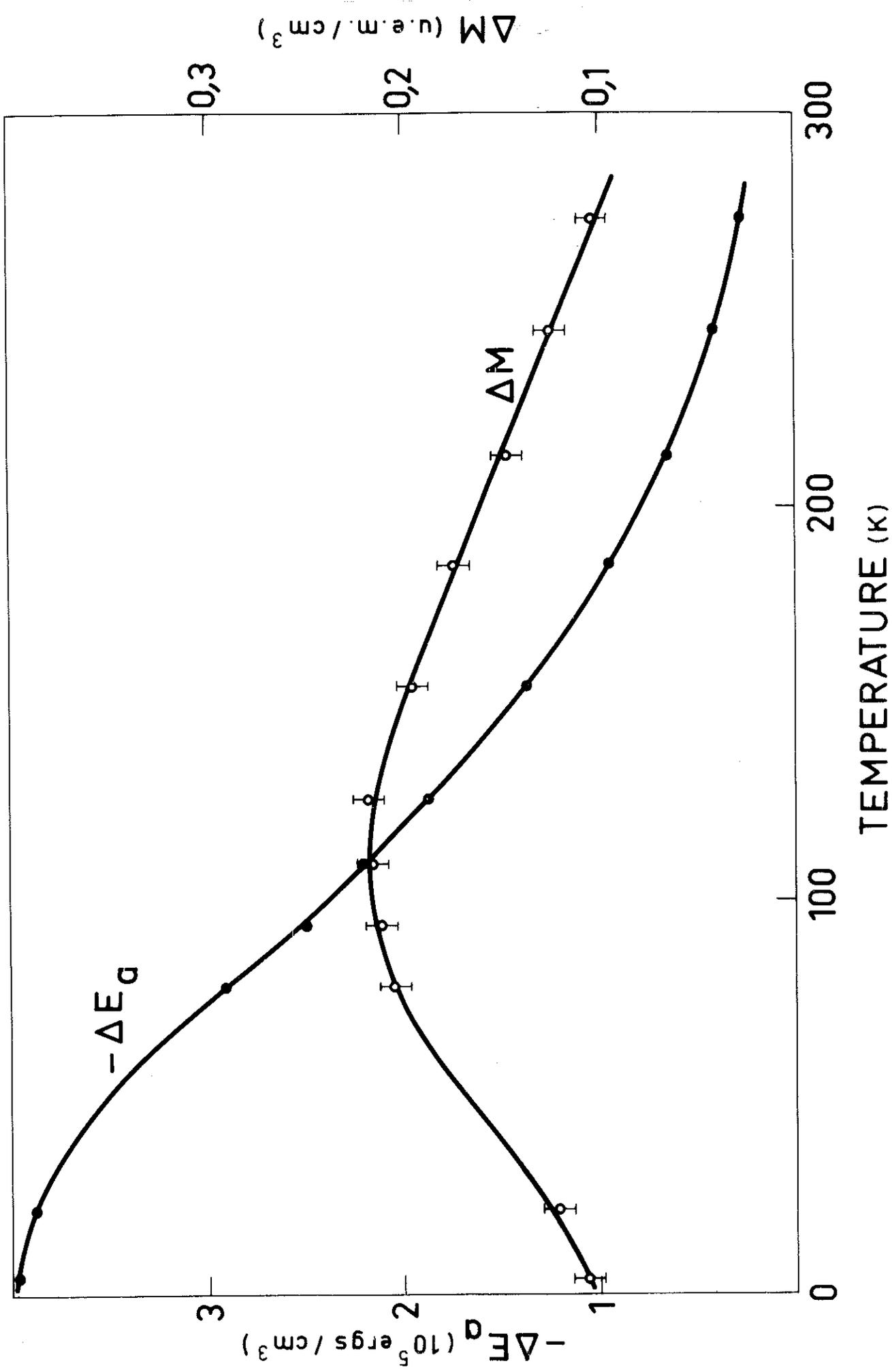
a) le système des spins, couplés entre eux par les interactions d'échange est responsable du ferromagnétisme. Ce système possède une aimantation isotrope M_s .

b) le système des moments orbitaux est bloqué dans certaines directions du cristal par l'intermédiaire du champ cristallin.

c) l'interaction entre les deux systèmes se fait par l'intermédiaire du couplage spin-orbite. On suppose pouvoir représenter cette interaction par un champ magnétique H_s de même direction que M_s et agissant sur le système orbital.

d) ce modèle présente l'avantage d'interpréter la variation très rapide avec la température de l'énergie d'anisotropie du nickel, ainsi que de mettre en évidence le rôle que joue l'aimantation orbitale dans l'anisotropie de l'aimantation. Il prévoit une augmentation régulière de l'anisotropie de l'aimantation au fur et à mesure que la température décroît. Cette théorie était en accord avec les résultats disponibles sur le nickel (jusqu'à 100°K) au moment où elle fut formulée. Dernièrement, Aubert et Escudier ⁽⁷⁾ ont étudié la variation de l'anisotropie jusqu'à 4°K. Leurs résultats sont représentés sur la figure 47. On notera, vers 100°K, un maximum pour la courbe et en-dessous de cette température, une décroissance de ΔM .

Il est intéressant de constater que si le modèle de Callen et Callen prévoit un maximum dans la courbe de variation de ΔM avec la température, mais avec annulation à 0°K, le modèle d'Aubert donne le bon ordre de grandeur et justifie la loi de variation de ΔM jusqu'à 100°K ; par contre, il ne prévoit pas de maximum sur cette courbe. Il paraît raisonnable d'admettre que seulement une partie de l'anisotropie de l'aimantation est d'origine orbitale, la partie restante provenant du système de spins.



CONTE QUATRIEME : LE REVE DE CANDIDE

Les récents progrès effectués sur la structure des bandes des ferromagnétiques, ainsi que les possibilités de calcul offertes par les ordinateurs, permettront probablement une approche de plus en plus rigoureuse du problème de l'anisotropie des ferromagnétiques.

En plus, les résultats expérimentaux extrêmement précis obtenus surtout par les balances de torsion seront en mesure de faciliter la tâche des théoriciens.

"Ce jour-là, Candide fit un beau rêve....."

CONCLUSION

Le montage expérimental réalisé et que nous venons de décrire était initialement destiné aux mesures d'anisotropie de l'aimantation entre la température ambiante et $4,2^{\circ}\text{K}$. Les difficultés expérimentales rencontrées et en particulier celles qui sont liées aux propriétés intrinsèques du matériau - effet des courants de Foucault, ordres de grandeur relatifs des harmoniques à analyser, etc... - nous ont empêché d'étendre notre étude de l'anisotropie de l'aimantation en-dessous de -50°C . Au-dessus de cette température, et jusqu'à $+50^{\circ}\text{C}$, nous avons pu mesurer une contribution anisotrope à l'aimantation du nickel de l'ordre de $5 \cdot 10^{-4}$ de la partie principale isotrope. Les valeurs ainsi déterminées sont en bon accord avec celles obtenues indirectement à partir des mesures de couples. Nous avons pu aussi montrer l'importance de l'état de surface de l'échantillon dans ce type d'expériences. Par ailleurs, notre appareillage permet de mesurer les constantes d'anisotropie magnétocristalline. La méthode que nous avons mise au point pour ce faire est extrêmement rapide. La précision obtenue n'est dépassée que par les deux balances de torsion actuellement existantes mais dont le maniement est beaucoup plus pénible et le prix de revient largement supérieur. Les mesures de couples resteront néanmoins la méthode la plus précise pour la détermination de l'anisotropie de l'énergie et de l'aimantation. Le magnétomètre à échantillon tournant, par sa commodité de maniement et la rapidité des mesures, semble être l'appareil le plus intéressant pour l'étude de l'anisotropie magnétocristalline quand on ne recherche pas de précisions extrêmes. Enfin, nous avons été amenés à réaliser un ensemble de traitement du signal par corrélation, de performances, à très basse fréquence, comparables sinon meilleures à celles des amplificateurs à détection de phase actuellement commercialisés.

APPENDICE I

ANALYSE DE LA DETECTION SYNCHRONE ⁽⁴⁷⁾

Une détection synchrone peut se ramener à un inverseur double, commandé par le générateur pilote à la fréquence ν_s du signal à étudier. A l'entrée de l'inverseur double (figure 15-3), nous appliquons le signal $V_s = V_0 \sin(2\pi \nu_s t + \phi)$. Le passage de la position 1 à la position 2, commandé par la référence à la fréquence ν_s , inverse le signal en sortie. Ceci revient à dire que l'inverseur effectue successivement les multiplications par + 1 et - 1 (figures 15-4 et 15-5). Le signal en sortie se caractérise par sa valeur moyenne :

$$V_{0s} = \frac{1}{\pi} \int_{\phi}^{\phi + \pi} \sin \omega t \, dt = \frac{2}{\pi} V_0 \cos \phi \quad (\text{I-1})$$

Ceci est valable pour un signal cohérent à la fréquence ν_s avec le générateur pilote.

Pour un signal non cohérent, à la fréquence ν_s , le terme $\cos \phi$ fluctuera entre + 1 et - 1 et l'intégrale tend vers zéro lorsque le temps augmente :

$$\lim_{T \rightarrow \infty} \frac{1}{T} \int_0^T \cos \phi(t) \cdot dt = 0 \quad (\text{II-2})$$

On voit l'intérêt d'un amplificateur moyennneur à grande constante de temps.

Le signal carré peut être décomposé sous la forme :

$$u = \frac{4}{\pi} \left[\cos 2\pi \nu_s t - \frac{1}{3} \cos 2\pi 3\nu_s t + \frac{1}{5} \cos 2\pi 5\nu_s t \dots \right] \quad (\text{II-3})$$

ne contenant que les harmoniques impaires du signal.

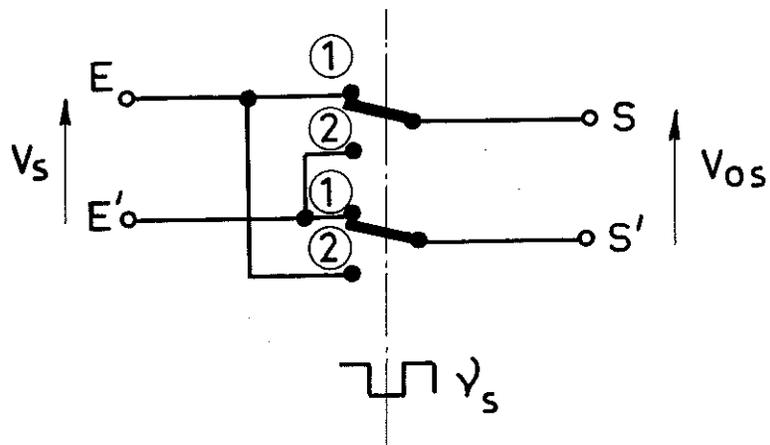


Fig. 15-3

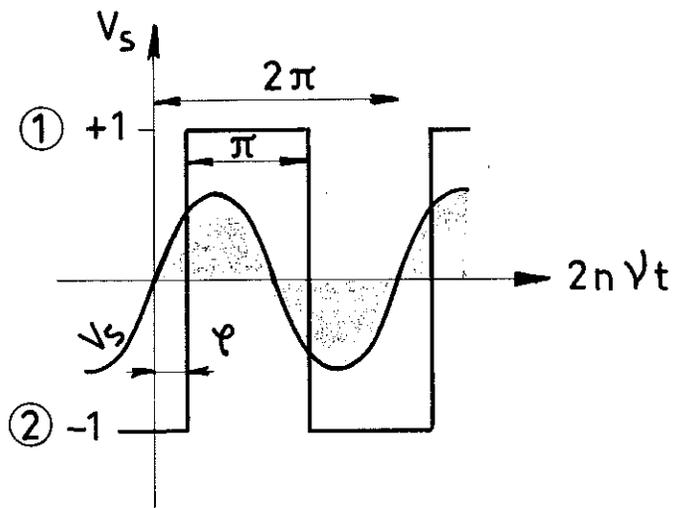


Fig. 15-4

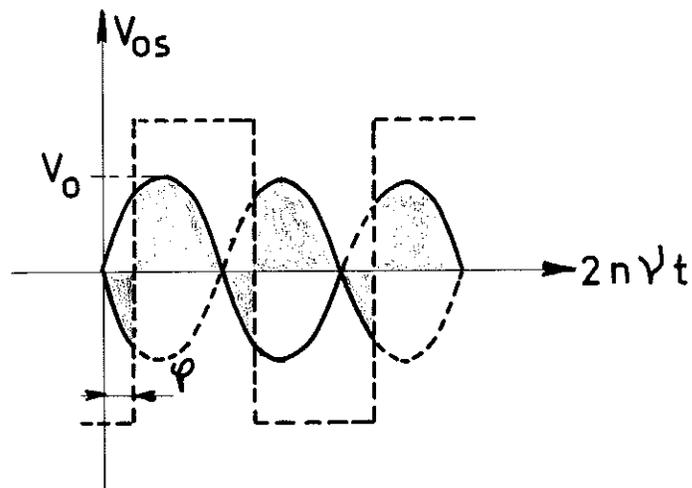


Fig 15-5

$$v = v_s, 3v_s, 5v_s, 7v_s \dots, (2k - 1) v_s \dots \quad (I-4)$$

avec k entier.

La multiplication par le signal carré (figure 15-6) du signal d'entrée de fréquences v_s fera intervenir des fréquences v_r , telles que :

$$v_r = v_s \pm (2k - 1) v_s \quad (I-5)$$

ces fréquences étant celles qui composeront le signal de sortie.

Ce signal sera à valeur moyenne non nulle :

$$v_r = v_s - (2k - 1) v_s = 0 \quad (I-6)$$

ce qui ne pourra être obtenu que pour des termes en $v_s - (2k - 1) v_s$.

On peut voir que les fréquences se présentant à l'entrée de la détection donneront un signal de sortie à valeur moyenne non nulle chaque fois que :

$$v_i - (2k - 1) v_s = 0 \quad (I-7)$$

$$v_i = v_s, 3v_s, 5v_s \dots$$

Les harmoniques impaires de v_s seront transmises avec des affaiblissements de $1, \frac{1}{3}, \frac{1}{5}, \frac{1}{7}, \dots$

Les figures 15-7 et 15-8 montrent la composition d'une harmonique impaire et d'une harmonique paire respectivement.

La détection synchrone effectuée une transposition autour de zéro des fréquences qui sont cohérentes avec v_s et leurs harmoniques impaires (figure 15-9). La sortie contiendra des signaux à valeur moyenne nulle,

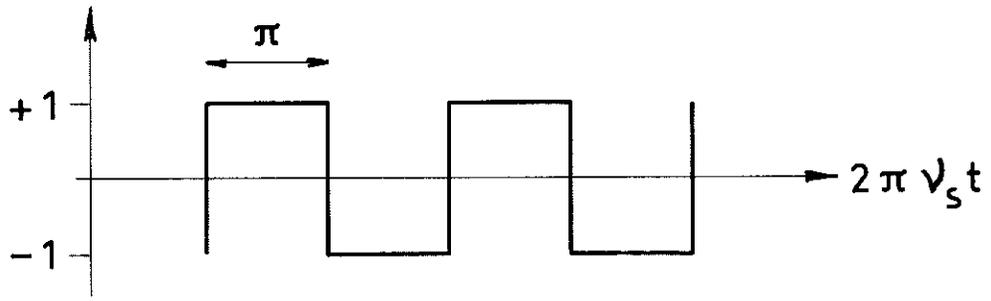


Fig. 15-6

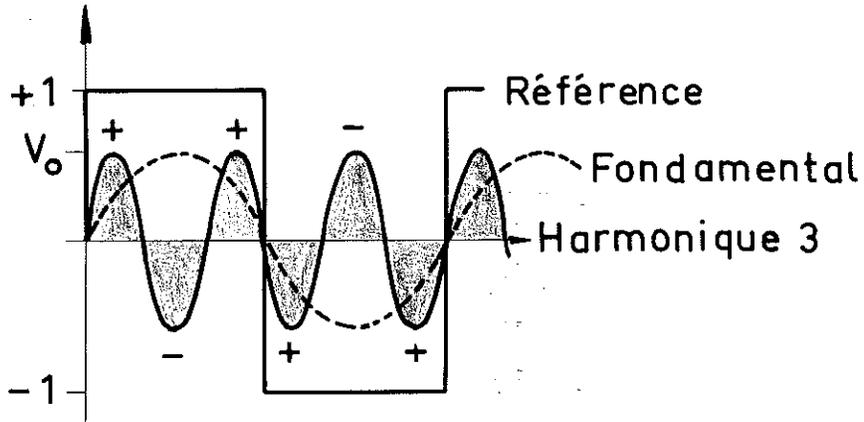


Fig. 15 - 7

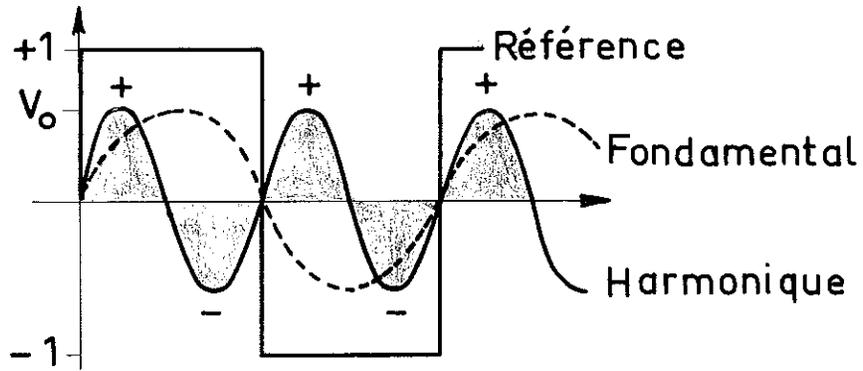


Fig. 15-8

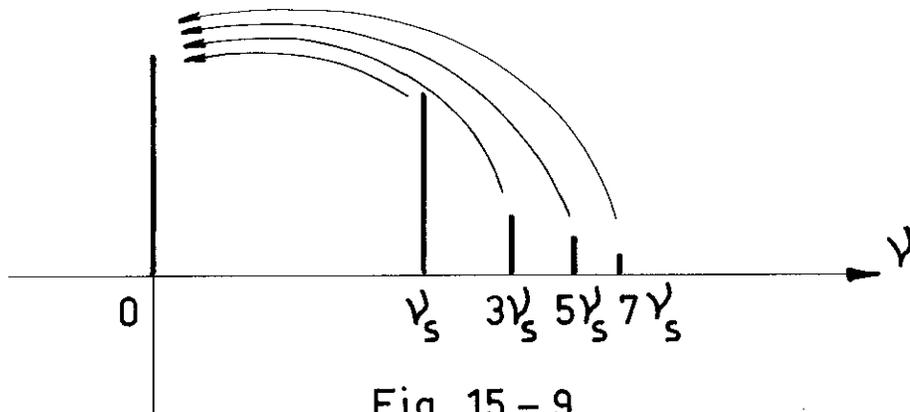


Fig. 15 - 9

résultant d'un signal de battement avec des harmoniques impaires, de toutes les autres fréquences. On voit l'intérêt de placer en sortie un circuit moyenneur (RC parallèle). On aura alors que des signaux de valeur moyenne non nulle avec une bande passante d'autant plus étroite que la constante de temps est grande (figure 15-10).

Pour parfaire la réduction de bande, il suffit de ne transmettre à la détection synchrone que des fréquences voisines de ν_s . C'est le rôle de l'amplificateur sélectif qui précède la détection (figure 15-11).

Les amplificateurs à détection synchrone, appelés "amplificateurs lock-in", utilisent comme fonction de multiplication, non pas la fonction carrée de référence mais une fonction sinusoïdale obtenue à partir de celle-ci. Nous allons décrire rapidement les simplifications qui découlent de l'emploi de cette variante.

L'harmonique d'ordre n de la fonction à analyser sera représentée sous la forme $\cos(n\omega t + \phi) = a_n \cos n\omega t + b_n \sin n\omega t$ où ω est sa pulsation et n un nombre entier.

La fonction de référence sera $\cos(\Omega t)$ où Ω est sa pulsation.

L'opération effectuée par le lock-in est représentée mathématiquement par :

$$\begin{aligned} & \lim_{T \rightarrow \infty} \int_0^T \cos(n\omega t) \cos \Omega t \cdot dt = \\ & = \lim_{T \rightarrow \infty} \int_0^{\infty} \cos \left[(n\omega + \Omega) t + \phi \right] dt + \\ & + \lim_{T \rightarrow \infty} \int_0^T \cos \left[(n\omega - \Omega) t + \phi \right] dt \end{aligned} \quad (I-8)$$

Cette limite sera nulle sauf pour les valeurs de Ω telles que

$$\Omega = n\omega$$

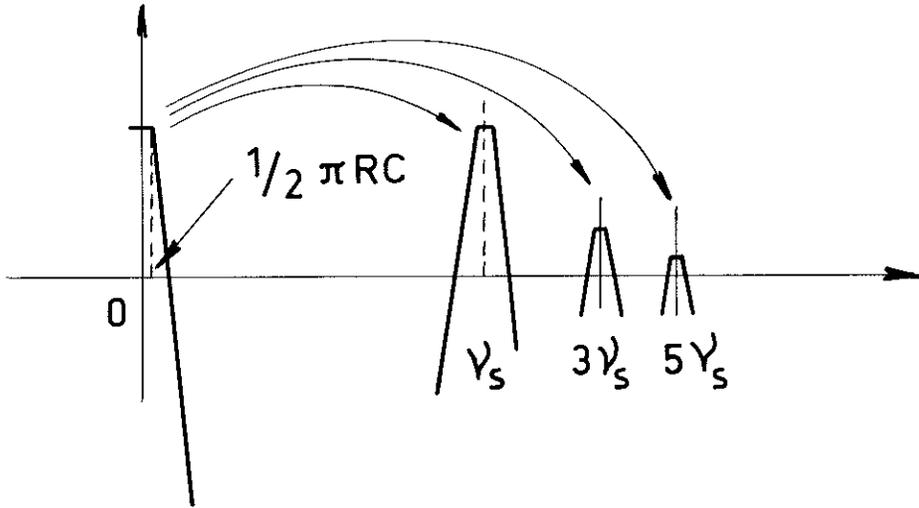


Fig 15 - 10

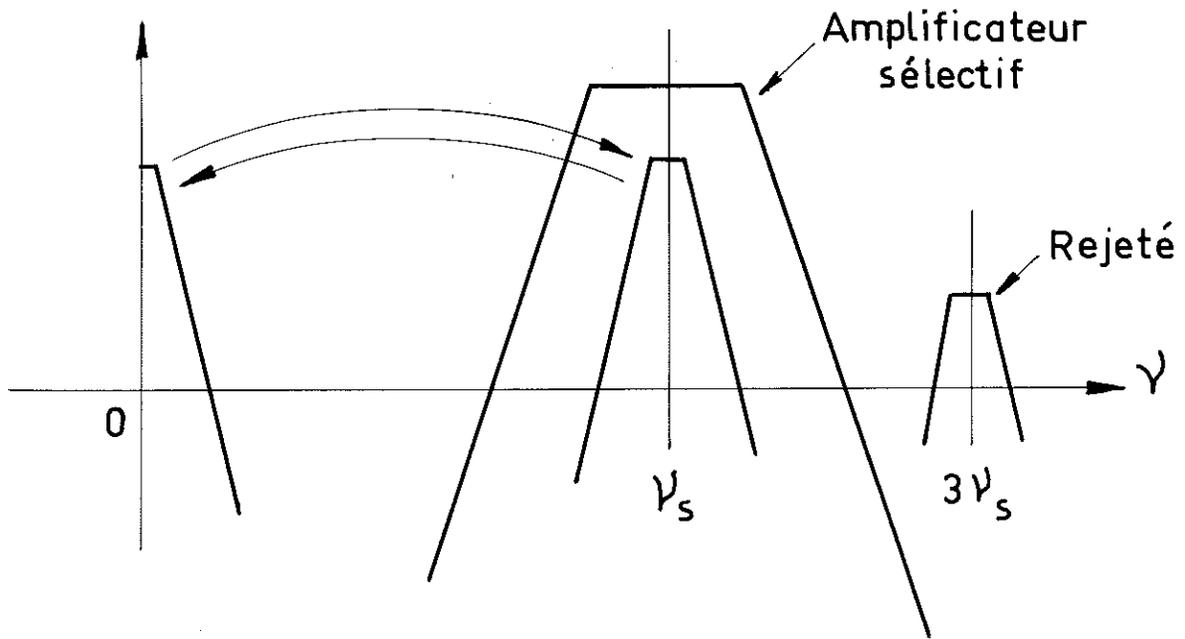


Fig 15-11

Cette expression démontre la nécessité pour la fonction de référence d'avoir la même pulsation que l'harmonique à analyser.

Si on introduit le déphasage ψ , entre la fonction de référence et le signal, on obtient :

$$\lim_{T \rightarrow \infty} \int_0^T A \cos (n \omega t + \phi) \cos (n \omega t + \psi) dt \quad (\text{I-9})$$

Le signal de sortie sera proportionnel à :

$$S = A \cos (\phi - \psi) \quad (\text{I-10})$$

Le réglage sur ψ permet d'obtenir soit l'annulation de S soit l'amplitude A .

APPENDICE II

LA CORRELATION : AUTOCORRELATION, INTERCORRELATION

On définit "la fonction de corrélation" de deux fonctions périodiques $f_1(t)$ et $f_2(t)$ de même période fondamentale T_1 par :

$$\frac{1}{T_1} \int_{-T_1/2}^{T_1/2} f_1(t) \cdot f_2(t-\tau) dt \quad (\text{II-1})$$

On établit aisément en décomposant $f_1(t)$ et $f_2(t)$ en série de Fourier sous la forme

$$f_1(t) = \sum_{-\infty}^{+\infty} F_1(n) e^{jn\omega_1 t} \quad (\text{II-2})$$

$$f_2(t) = \sum_{-\infty}^{+\infty} F_2(n) e^{jn\omega_1 t} \quad (\text{II-3})$$

avec

$$F_1(n) = \frac{1}{T_1} \int_{-T_1/2}^{T_1/2} f_1(t) e^{-jn\omega_1 t} dt \quad (\text{II-4})$$

et

$$F_2(n) = \frac{1}{T_1} \int_{-T_1/2}^{T_1/2} f_2(t) e^{-jn\omega_1 t} dt \quad (\text{II-5})$$

$F_1(n)$ et $F_2(n)$ étant les transformées de Fourier de $f_1(t)$ et $f_2(t)$

que la fonction de corrélation (II-1) a comme transformée de Fourier $F_1^*(n) \cdot F_2(n)$ (* indiquant le complexe conjugué) :

$$\frac{1}{T_1} \int_{-T_1/2}^{T_1/2} f_1(t) f_2(t-\tau) dt \stackrel{\rightarrow}{\leftarrow} F_1^*(n) F_2(n) \quad (\text{II-6})$$

l'expression exacte qui les lie étant :

$$\frac{1}{T_1} \int_{-T_1/2}^{T_1/2} f_1(t) \cdot f_2(t+\tau) dt = \sum_{-\infty}^{+\infty} F_1^+(n) \cdot F_2(n) \cdot e^{jn\omega_1 \tau} \quad (\text{II-7})$$

Cette relation est connue sous le nom de théorème de corrélation des fonctions périodiques.

Du point de vue physique, il faut remarquer que la transformée de Fourier d'une fonction périodique $f(t)$ est une représentation de cette fonction dans le domaine des fréquences.

Afin de montrer que toutes les informations concernant les amplitudes et les phases sont contenues dans $F(n)$, il suffit de passer de

$$f(t) = \frac{a_0}{2} + \sum_{n=1}^{\infty} (a_n \cos n\omega_1 t + b_n \sin n\omega_1 t) \quad (\text{II-8})$$

$$\text{à} \quad f(t) = \sum_{-\infty}^{+\infty} F(n) e^{jn\omega_1 t} \quad (\text{II-9})$$

$$F(n) = \frac{1}{2} (a_n - jb_n) \quad \text{pour } n = 0, \pm 1, \pm 2, \dots$$

ce qui peut s'écrire sous la forme :

$$F(n) = \frac{1}{2} \sqrt{a_n^2 + b_n^2} e^{j \cdot \text{tg}^{-1} \left(-\frac{b_n}{a_n} \right)} \quad (\text{II-10})$$

afin de séparer les caractéristiques d'amplitude et de phase

$$f(t) = \sum_{-\infty}^{+\infty} |F(n)| e^{j(n\omega_1 t + \theta_n)} \quad (\text{II-11})$$

$F(n)$ étant en général une fonction complexe est appelée spectre complexe de $f(t)$.

Autocorrélation :

Dans le cas où $f_2(t) = f_1(t)$, II-1 devient :

$$\frac{1}{T_1} \int_{-T_1/2}^{T_1/2} f_1(t) f_1(t-\tau) dt = \sum_{-\infty}^{+\infty} |F_1(n)|^2 e^{jn\omega_1 \tau}$$

pour tout $-\infty < \tau < \infty$ (II-12)

Le premier membre de (II-12) est appelé "fonction d'auto-corrélation" de $f_1(t)$ et sera désigné par $\phi_{11}(\tau)$

$$\phi_{11}(\tau) = \frac{1}{T_1} \int_{-T_1/2}^{T_1/2} f_1(t) f_1(t-\tau) dt \quad (\text{II-13})$$

A partir de l'expression

$$\phi_{11}(\tau) = \frac{a_0^2}{4} + \frac{1}{2} \sum_{-\infty}^{+\infty} (a_n^2 + b_n^2) \cos n\omega_1 \tau \quad (\text{II-14})$$

on voit que :

a) la fonction d'autocorrélation d'une fonction périodique a la même période fondamentale que le signal périodique lui-même et contient toutes les fréquences de ce signal et celles-ci seulement ;

b) la fonction d'autocorrélation conserve l'information fréquence, mais perd l'information phase, le spectre de phase étant identiquement nul.

Si on écrit $\phi_{11}(\tau)$ sous la forme

$$\phi_{11}(\tau) = \sum_0^{\infty} c_n^2 \cos n\omega_1 \tau \quad (\text{II-15})$$

avec

$$c_0^2 = \frac{a_0^2}{4} \text{ et } c_n^2 = \frac{a_n^2 + b_n^2}{2}$$

on conclut que la fonction d'autocorrélation s'exprime sous la forme d'une série de cosinus avec des phases initiales nulles pour toutes les harmoniques représentées et dont les coefficients sont les valeurs quadratiques moyennes

correspondantes de la fonction $f_1(t)$.

Intercorrélation :

Pour deux fonctions périodiques $f_1(t)$ et $f_2(t)$ de même période fondamentale, on définit la "fonction d'intercorrélation" de $f_1(t)$ et $f_2(t)$ par

$$\phi_{12}(\tau) = \frac{1}{T_1} \int_{-T_1/2}^{T_1/2} f_1(t) f_2(t-\tau) dt \quad (\text{II-16})$$

La transformée de Fourier de (II-16) sera notée

$$\Psi_{12}(n) = F_1^*(n) F_2(n) \quad (\text{II-17})$$

L'expression générale de la fonction d'intercorrélation, exprimée en fonction des coefficients du développement en série de Fourier des fonctions périodiques $f_1(t)$ et $f_2(t)$ sera

$$\phi_{12}(\tau) = \frac{a_{10} a_{20}}{4} + \frac{1}{2} \sum_1^{\infty} c_{1n} c_{2n} \cos(n\omega_1 \tau + \theta_{2n} - \theta_{1n})$$

où

$$c_n = \sqrt{a_n^2 + b_n^2} \quad \text{et} \quad \theta_n = \text{tg}^{-1} \left(-\frac{b_n}{a_n} \right) \quad (\text{II-18})$$

sous une forme plus simplifiée

$$\phi_{12}(\tau) = \sum_0^{\infty} C_{1n} \cdot C_{2n} \cos(n\omega_1 \tau + \theta_{2n} - \theta_{1n}) \quad (\text{II-19})$$

avec

$$C_{1n} = \frac{c_{1n}}{\sqrt{2}} \quad C_{2n} = \frac{c_{2n}}{\sqrt{2}}$$

et

$$C_{10} = \frac{a_{10}}{\sqrt{2}} \quad C_{20} = \frac{a_{20}}{\sqrt{2}}$$

L'expression (II-19) nous permet de constater que :

a) les coefficients des harmoniques de la fonction d'intercorrélation sont le produit des valeurs correspondantes des fonctions $f_1(t)$ et $f_2(t)$;

b) la fonction d'intercorrélation retient les différences de phase entre les harmoniques présentes tandis que la fonction d'autocorrélation perd tout renseignement sur les phases.

C'est cette dernière particularité de la fonction d'intercorrélation qui a décidé notre choix, l'information phase étant en effet essentielle pour l'interprétation des résultats.

Nous allons illustrer ce qu'est le fonctionnement d'un intercorrélateur en prenant comme exemple le problème physique réel que nous avons eu à résoudre.

Soit une fonction périodique, que l'on peut exprimer sous la forme

$$f_1(t) = \sum_n (a_n \cos n\theta + b_n \sin n\theta), \text{ où } \theta = \omega t \quad (\text{II-20})$$

ω étant la vitesse angulaire de rotation de notre système et $f_1(t)$ la fonction générée dans les bobines.

$f_2(t)$ est une fonction carrée qui prendra la valeur $+1$, -1 , et que l'on exprime sous la forme

$$f_2(t) = (-1)^k \quad (\text{II-21})$$

et où au cours d'une période de rotation T , k prend les valeurs $0, 1, \dots, 2p - 1$; ce qui peut s'exprimer autrement en disant qu'il y a inversion de $f_1(t)$ tous les $\frac{T}{p}$.

Au cours de la rotation, le corrélateur effectuera deux opérations : l'inversion périodique suivie d'intégration.

Examinons quel est le résultat de ces deux opérations, sur les termes en $\sin \theta$ et $\cos \theta$, ce qui revient à calculer les deux expressions suivantes :

$$S_1 = \sum_{k=0}^{2p-1} (-1)^k \int_{k\frac{\pi}{p}}^{(k+1)\frac{\pi}{p}} \cos n\theta \cdot d\theta \quad (\text{II-22})$$

et

$$S_2 = \sum_{k=0}^{2p-1} (-1)^k \int_{k\frac{\pi}{p}}^{(k+1)\frac{\pi}{p}} \sin n\theta \cdot d\theta \quad (\text{II-23})$$

$$S_1 + i \cdot S_2 = \frac{i}{n} (1 - e^{in\frac{\pi}{p}}) \cdot \frac{1 - e^{in2\pi}}{1 + e^{in\frac{\pi}{p}}} \quad (\text{II-24})$$

sera nulle pour tout n autre que

$$n = (2q + 1) \cdot p \quad (\text{II-25})$$

Pour ces valeurs de n , $S_1 = 0$ et $S_2 = \frac{4p}{n}$.

En conclusion, avec une inversion tous les $\frac{\pi}{p}$, suivie d'intégration sur un nombre entier de tours, les termes en $\cos n\theta$ s'annuleront ainsi que les termes en $\sin n\theta$, sauf ceux dont n vérifie l'équation (II-25).

Par exemple, pour $p = 4$:

La première harmonique présente sera l'harmonique 4 avec un coefficient $4a_4$

La deuxième harmonique présente sera l'harmonique 12 avec un coefficient $\frac{4a_{12}}{3}$

La troisième harmonique présente sera l'harmonique 20 avec un coefficient $\frac{4a_{20}}{5}$

Ce que nous venons de dire s'exprime facilement à l'aide de la figure II-1 qui représente le découpage d'un certain nombre d'harmoniques par une fonction carrée de référence. La moyenne sur θ et 2θ s'annule tandis que 4θ ressortira. Le schéma permet de comprendre l'importance du réglage de l'origine des déclenchements par rapport au signal à mesurer, un léger déphasage pouvant introduire des termes supplémentaires non négligeables.

Les expressions II-22 jusqu'à II-25 supposent le cas où la fonction de référence est synchrone avec le signal, mais aussi avec une différence de phase nulle. Nous avons choisi ce cas particulièrement simple étant donné que c'est celui qui en pratique se présente lors de la mesure d'un terme parallèle. Au cours du chapitre III, nous considérons le cas plus général, où il existe un déphasage β entre $f_1(t)$ et $f_2(t)$.

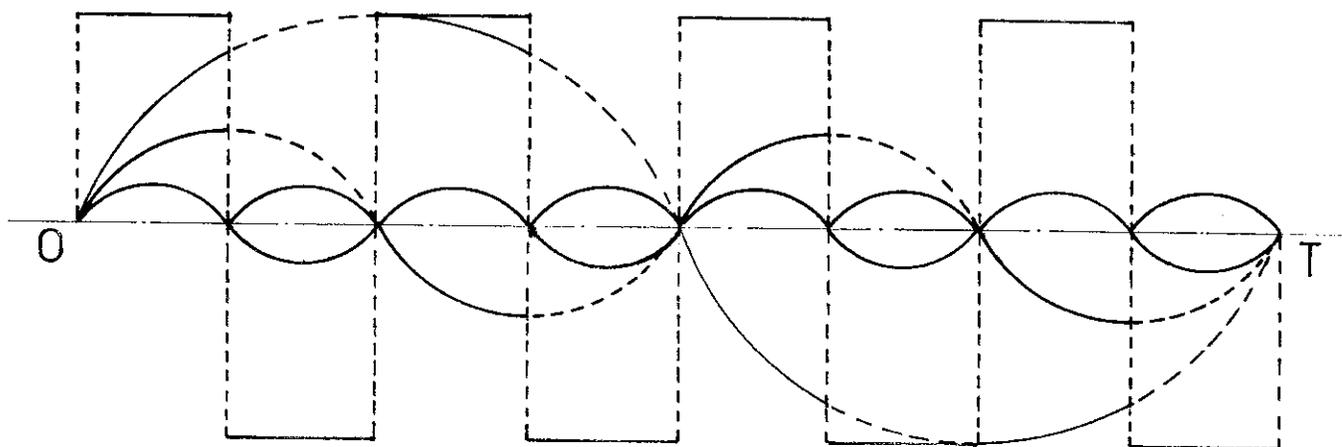


fig II-1

APPENDICE III

EXPRESSION DU MODULE DE L'AIMANTATION ET DE SA COMPOSANTE

DANS LA DIRECTION DU CHAMP, EN FONCTION DE L'ANGLE ϕ

Considérons l'expression de M sous la forme :

$$M = M_0 + a \cos 2\theta + b \cos 4\theta + c \cos 6\theta + d \cos 8\theta \quad (\text{III-1})$$

Comme $\theta = \phi - \epsilon$, le développement de M en fonction de ϕ se réduit au calcul des expressions du type $\sin n\epsilon$ et $\cos n\epsilon$ avec n entier.

L'expression du couple d'anisotropie

$$\Gamma = MH \sin \epsilon = A \sin 2\phi + B \sin 4\phi + C \sin 6\phi + D \sin 8\phi \quad (\text{III-2})$$

permet de calculer ces expressions.

En utilisant les notations suivantes :

$$M^* = A \sin 2\phi + B \sin 4\phi + C \sin 6\phi + D \sin 8\phi \quad (\text{III-3})$$

et

$$A^* = (M^*)^2 = m + \alpha \cos 2\phi + \beta \cos 4\phi + \delta \cos 6\phi + \rho \cos 8\phi \quad (\text{III-4})$$

où

$$m = \frac{A^2 + B^2 + C^2 + D^2}{2} \quad \alpha = \frac{AB + BC + CD}{2}$$

$$\beta = \frac{AC + BD - A^2}{2} \quad \delta = \frac{AD - AB}{2}$$

$$\rho = -\frac{B^2 + AC}{2} \quad \text{et} \quad k = HM$$

on obtient en négligeant les termes en k^{-3} :

$$\begin{aligned}
 \sin 2\varepsilon &= 2k^{-1} M^* & \cos 2\varepsilon &= 1 - 2k^{-2} A^* \\
 \sin 4\varepsilon &= 4k^{-1} M^* & \cos 4\varepsilon &= 1 - 8k^{-2} A^* \\
 \sin 6\varepsilon &= 6k^{-1} M^* & \cos 6\varepsilon &= 1 - 18k^{-2} A^* \\
 \sin 8\varepsilon &= 8k^{-1} M^* & \cos 8\varepsilon &= 1 - 32k^{-2} A^*
 \end{aligned}
 \tag{III-5}$$

En substituant III-5 en III-1, et effectuant la recombinaison des harmoniques, on obtient pour M :

$$\begin{aligned}
 M &= M_0 + k^{-1} (aA + 2bB + 3cC + 4dD) - k^{-2} (a\alpha + 4b\beta + 9c\gamma + 16d\delta) \\
 &+ \cos 2\phi \left[a + k^{-1} (aB + 2bA + 2bC + 3cB + 3cD + 4dC) - \right. \\
 &\quad \left. - k^{-2} (a\beta + 2a\mu + 4b\alpha + 4b\delta + 9c\beta + 9c\rho + 16d\delta) \right] + \\
 &+ \cos 4\phi \left[b + k^{-1} (-aA + aC + 2bD + 3cA + 4dB) - \right. \\
 &\quad \left. - k^{-2} (a\alpha + a\delta + 8b\mu + 4b\rho + 9c\alpha + 16d\beta) \right] + \\
 &+ \cos 6\phi \left[c + k^{-1} (-aB + aD - 2bA + 4dA) - \right. \\
 &\quad \left. - k^{-2} (a\beta + a\rho + 4b\alpha + 18c\mu + 16d\alpha) \right] + \\
 &+ \cos 8\phi \left[d + k^{-1} (-aC - 2bB - 3cA) - \right. \\
 &\quad \left. - k^{-2} (a\delta + 4b\beta + 9c\alpha + 32d\mu) \right]
 \end{aligned}
 \tag{III-6}$$

ou sous une forme simplifiée :

$$M = M_0' + M_2' \cos 2\phi + M_4' \cos 4\phi + M_6' \cos 6\phi + M_8' \cos 8\phi$$

$$d'ou\bar{u} \quad M'' = M \cos \epsilon =$$

$$M'' = M_0 + k^{-1} (aA + 2bB + 3cC + 4dD) - k^{-2} \left[a\alpha + 4b\beta + 9c\delta + 16d\rho + \right. \\ \left. + \frac{m}{2} (M_0 + a + b + c + d) \right] +$$

$$+ \cos 2\phi \left\{ a + k^{-1} (aB + 2bA + 2bC + 3cB + 3cD + 4dC) - \right.$$

$$- k^{-2} \left[a\beta + 2am + 4b\alpha + 4b\delta + 9c\beta + 9c\rho + 16d\delta + \right.$$

$$\left. + \frac{1}{2} \alpha (M_0 + a + b + c + d) \right\} +$$

$$+ \cos 4\phi \left\{ b + k^{-1} (-aA + aC + 2bD + 3cA + 4dB) - \right.$$

$$- k^{-2} \left[a\alpha + a\delta + 8bm + 4b\rho + 9c\alpha + 16d\beta + \right.$$

$$\left. + \frac{1}{2} \beta (M_0 + a + b + c + d) \right\} +$$

(LII-7)

$$+ \cos 6\phi \left\{ c + k^{-1} (-aB + aD - 2bA + 4dA) - \right.$$

$$- k^{-2} \left[a\beta + a\rho + 4b\alpha + 18cm + 16d\alpha + \right.$$

$$\left. + \frac{1}{2} \delta (M_0 + a + b + c + d) \right\} +$$

$$+ \cos 8\phi \left\{ d + k^{-1} (-aC - 2bB - 3cA) - \right.$$

$$- k^{-2} \left[a\delta + 4b\beta + 9c\alpha + 32dm + \right.$$

$$\left. + \frac{1}{2} \rho (M_0 + a + b + c + d) \right\}$$

REFERENCES

- 1 - E. R. CALLEN et H. B. CALLEN
J. Phys. Chem. Solids, 16, 310 (1960)
- 2 - G. G. AUBERT
Thèse, Grenoble (1966)
- 3 - KRAUSE et PATZ
Z. Angew. Phys., 21, 342 (1966)
- 4 - KRAUSE, LUDWIG et PATZ
Z. Angew. Phys., 26, 1, 76 (1969)
- 5 - G. G. AUBERT
J. Appl. Phys., 39, 504 (1968)
- 6 - J. P. REBOUILLAT
Communication privée
- 7 - G. G. AUBERT et P. ESCUDIER
Journ. de Physique, Colloque C1, 32, 543 (1971)
- 8 - G. T. RADO et H. SUHL
Magnetism (1963), Vol. 1 (Academic Press)
- 9 - D. S. RODBELL
Physics 1, 279 (1965)
- 10 - INFANTES
Thèse de Docteur-Ingénieur, Université de Grenoble (1969)
- 11 - FRAIT
Journ. de Physique, Colloque C1, 32 (1971)
- 12 - GENGNAGEL et HOFMANN
Phys. Stat. Sol., 29, 91 (1968)
- 13 - COLE et HONEYCUTT
J. Appl. Phys., 30, 2 505 (1959)
- 14 - R. COLLETE
Rev. Sci. Instr., 33, 450 (1962)
- 15 - J. BONNEFOUS
Compt. Rend. Acad. Sci., 255, 1 706 (1962)
- 16 - P. J. FLANDERS
J. Appl. Phys., 38, 1 293 (1967)

- 17 - Y. W. LEE
Statistical Theory of Communication (1967) (John Wiley)
- 18 - B. HAGEDORN
Rev. of Sci. Instr., 38, n° 5, 591 (1967)
- 19 - P. J. FLANDERS
J. Appl. Phys. (U. S. A.), 39, n° 2, 1 345 (1968)
- 20 - GESSINGER, FRONMULLER, BUNDSCHUH
Journal of Physics E, 3, 468 (1970)
- 21 - H. GESSINGER
Phys. State. Sol., 38, 277 (1970)
- 22 - G. G. AUBERT et L. FRAZAO
Phys. Letters, 31 A, n° 2, 54 (1970)
- 23 - W. F. BROWN
Phys. Rev., 58, 736 (1940)
- 24 - A. SEEGER et KRONMULLER
J. Phys. Chem. Sol., 12, 258 (1960) et 18, 2/3, 93 (1961)
- 25 - H. GESSINGER
Phys. Stat. Solidi, 39, 581 (1970)
- 26 - H. KRONMULLER
Zeit. für Phys., 154, 574 (1959)
- 27 - H. TRAUBLE et A. SEEGER
Z. Angew. Phys., 21, 4, 299 (1966)
- 28 - BHATTACHARYYA, POLLACK et MADDIN
J. of Appl. Phys., 37, 12 (1966)
- 29 - N. AKULOV
Z. Phys., 100, 197 (1936)
- 30 - J. H. VAN VLECK
Phys. Rev., 52, 1 178 (1937)
- 31 - BLOCH et GENTILE
Z. Physik, 70, 395 (1931)
- 32 - C. ZENER
Phys. Rev., 96, 5, 1 335 (1954)
- 33 - T. KASUYA
J. Phys. Soc. Japan, 11, 944 (1956)

- 34 - CHARAP et WEISS
Phys. Rev., 116, 6, 1 372 (1959)
- 35 - J. H. VAN VLECK
J. Phys. Radium, Paris, 20, 124 (1959)
- 36 - J. C. SLATER
Phys. Rev., 49, 537, 931 (1936)
- 37 - E. C. STONER
Proc. Roy. Soc. (London), A 165, 372 (1938)
- 38 - E. P. WOHLFARTH
Rev. Mod. Phys., 25, 211 (1953)
- 39 - E. HERRING
In Magnetism, Vol IV, edited by Rado and Shull (Academic Press)
- 40 - I. H. VAN VLECK
Rev. Mod. Physics, 25, 220 (1953)
- 41 - E. FAWCET et N. A. REED
Phys. Rev. Letters, 9, 336 (1962)
Phys. Rev. 131, 2 463 (1963)
- 42 - H. BROOKS
Phys. Rev., 58, 909 (1940)
- 43 - G. C. FLETCHER
Proc. Phys. Sci. (London) A 65, 192 (1952)
A 67, 505 (1954)
A 78, 145 (1961)
- 44 - FUREY
Thesis, Harvard University (1967)
- 45 - HODGES, EHRENREICH et LANG
Phys. Rev., 152, 505 (1966)
- 46 - FRANSE
Thesis, Amsterdam (1969)
- 47 - J. MAX
Rapport C. E. A., R-4018 (1970)

VU

Grenoble, Septembre 1971

Le Président de la thèse,

L. Néel

VU, et permis d'imprimer,

Grenoble, Septembre 1971

Le Président de l'Université

Scientifique et Médicale,

M. Soutif