

Troisième Cycle  
d'Enseignement Supérieur

---

T H E S E

présentée à l'Université Scientifique et Médicale de Grenoble

pour obtenir le titre de  
Docteur du Troisième Cycle  
de Magnétisme et Physique du Solide

par

Jacques DEPORTES

"Mesures précises d'aimantation  
au moyen d'une bobine supraconductrice"

soutenue le 25 juin 1971,  
devant la Commission d'Examen

MM. L. NÉEL ) *Président*

P. MOLLARD  
R. PAUTHENET  
J.P. REBOUILLAT ) *Examineurs*

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

PROFESSEURS TITULAIRES

MM.	ANGLES D'AURIAC Paul	Mécanique des fluides
	ARNAUD Georges	Clinique des maladies infectieuses
	ARNAUD Paul	Chimie
	AYANT Yves	Physique approfondie
	BARBIER Jean-Claude	Physique expérimentale
	BARBIER Reynold	Géologie appliquée
	BARJON Robert	Physique nucléaire
	BARNOUD Fernand	Biosynthèse de la cellulose
	BARRIE Joseph	Clinique chirurgicale
	BENOIT Jean	Radioélectricité
	BESSON Jean	Electrochimie
	BEZES Henri	Chirurgie générale
	BLAYBERT Maurice	Mathématiques pures
	BOLLIET Louis	Informatique (IUT B)
	BONNET Georges	Electrotechnique
	BONNET Jean-Louis	Clinique ophtalmologique
	BONNET-EYMARD Joseph	Pathologie médicale
	BONNIER Etienne	Electrochimie Electrometallurgie
	BOUCHERLE André	Chimie et Toxicologie
	BOUCHEZ Robert	Physique nucléaire
	BRAVARD Yves	Géographie
	BRISONNEAU Pierre	Physique du Solide
	BUYLE-BODIN Maurice	Electronique
	CABANAC Jean	Pathologie chirurgicale
	CABANEL Guy	Clinique rhumatologique et hydrologique
	CALAS François	Anatomie
	CARRAZ Gilbert	Biologie animale et pharmacodynamie
	CAU Gabriel	Médecine légale et Toxicologie
	CAUQUIS Georges	Chimie organique
	CHABAUTY Claude	Mathématiques pures
	CHATEAU Robert	Thérapeutique
	CHENE Marcel	Chimie papetière
	COEUR André	Pharmacie chimique
	CONTAMIN Robert	Clinique gynécologique
	COUDERC Pierre	Anatomie Pathologique
	CRAYA Antoine	Mécanique
Mme	DEBELLAS Anne-Marie	Matière médicale
MM.	DEBELLAS Jacques	Géologie générale
	DEGRANGE Charles	Zoologie
	DESSAUX Georges	Physiologie animale
	DODU Jacques	Mécanique appliquée
	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

MM.	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
	LATURAZE Jean	Biochimie pharmaceutique
	LEDRU Jean	Clinique médicale B
	LLIBOUTRY Louis	Géophysique
	LOUP Jean	Géographie
Mie	LUTZ Elisabeth	Mathématiques pures
	MALGRANGE Bernard	Mathématiques pures
	MALINAS Yves	Clinique obstétricale
	MARTIN-NOEL Pierre	Séméiologie 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
	PEBAY-PEYROULA Jean-Claude	Physique
	FERRET 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
	VAUQUOIS Bernard	Calcul électronique
Mme	VERAIN Alice	Pharmacie galénique
	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

MM.	AUBERT Guy	Physique
Mme	BAKBIER Marie-Jeanne	Electrochimie
MM.	BARRA Jean	Mathématiques appliquées
	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
	DOLIQUE Jean-Michel	Physique des plasmas
	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.	LATREILLE René	Chirurgie générale
	LAURENT Pierre	Mathématiques appliquées
	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
M.	VALENTIN Jacques	Physique nucléaire

MAITRES DE CONFERENCES ET MAITRES DE CONFERENCES ACREGES

Mlle	AGNIUS-DELORD Claudine	Physique pharmaceutique
	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
	BERTRANDIAS Françoise	Mathématiques pures
	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
	FUTEL Jean	Orthopédie
	CHAMBAZ Edmond	Biochimie médicale
	CHAMPETIER Jean	Anatomie et organogénèse
	CHARACHEON Robert	Oto-Rhino-Laryngologie
	CHLAVERINA Jean	Biologie appliquée (EFP)
	CHIBON Pierre	Biologie animale
	COHEN-ADDAD Jean-Pierre	Spectrométrie physique
	COLOMB Maurice	Biochimie médicale
	CONTE René	Physique
	CROUZET Guy	Radiologie
	DURAND Francis	Métallurgie
	DUSSAUD René	Mathématiques (CUS)
Mme	ETERRADOSSI Jacqueline	Physiologie
MM.	FAURE Jacques	Médecine légale
	GAVEND Michel	Pharmacologie
	GENSAC Pierre	Botanique
	GERMAIN Jean-Pierre	Mécanique
	GIDON Maurice	Géologie
	GRIFFITHS Michael	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
	KUEN 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
	LONGQUEUE Jean-Pierre	Physique nucléaire
	LUU DUC Cuong	Chimie organique
	MACHE Régis	Physiologie végétale
	MAGNIN Robert	Hygiène et Médecine préventive
	MARCHEL 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
	PECCOD François	Analyse (IUT B)
	PEFFEN René	Métallurgie
	PELMONT Jean	Physiologie animale
	PERRET Jean	Neurologie
	PERRIN Louis	Pathologie expérimentale
	PFISTER Jean-Claude	Physique du Solide
	PHILIP Xavier	Rhumatologie
Mlle	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)
	ROJGEMONT (DE) Jacques	Neuro-chirurgie
	STIEGLITZ Paul	Anesthésiologie
	STOENER Pierre	Anatomie pathologique
	VAN CUSEM 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
	YACOUD Mahmoud	Médecine légale

#### CHARGES DE FONCTIONS DE MAITRES DE CONFERENCES

Mme	BERIEL Hélène	Physiologie
Mme	RENAUDET Jacqueline	Microbiologie

Fait le 9 avril 1971

Ce travail a été effectué au Laboratoire d'Electrostatique et de Physique du Métal de Grenoble.

J'exprime ma respectueuse gratitude à Monsieur le Professeur Néel, Membre de l'Institut, Prix Nobel, Directeur du Laboratoire pour l'honneur qu'il me fait en présidant ce jury de thèse.

Je remercie Monsieur le Professeur Pauthenet qui m'a accueilli au Laboratoire et a toujours suivi avec attention ce travail.

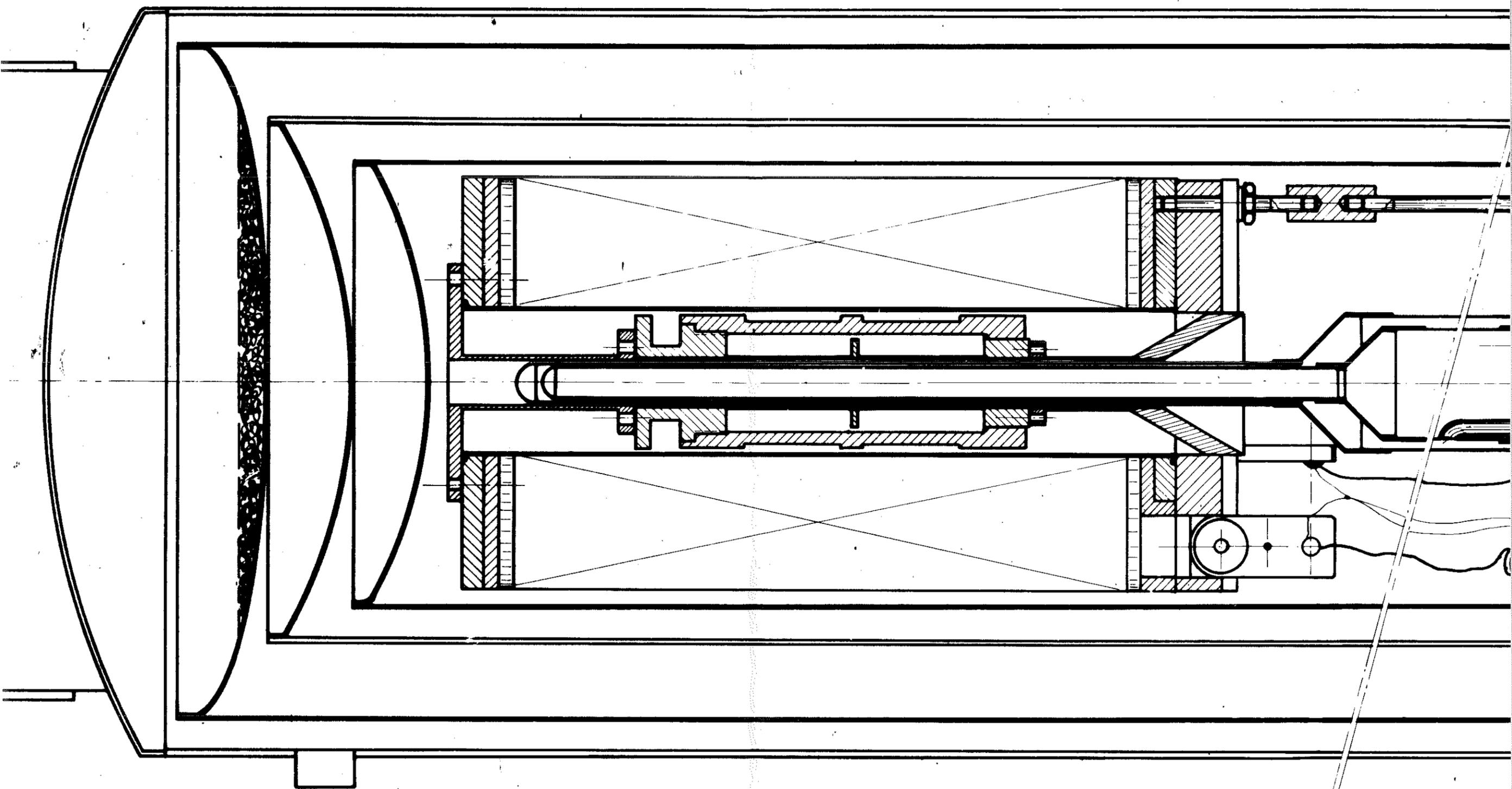
J'ai toujours apprécié la franche collaboration de J.P. Rebouillat et il m'est particulièrement agréable d'adresser à ce camarade mes vifs remerciements pour son aide constante et les précieux conseils qu'il m'a toujours amicalement prodigués.

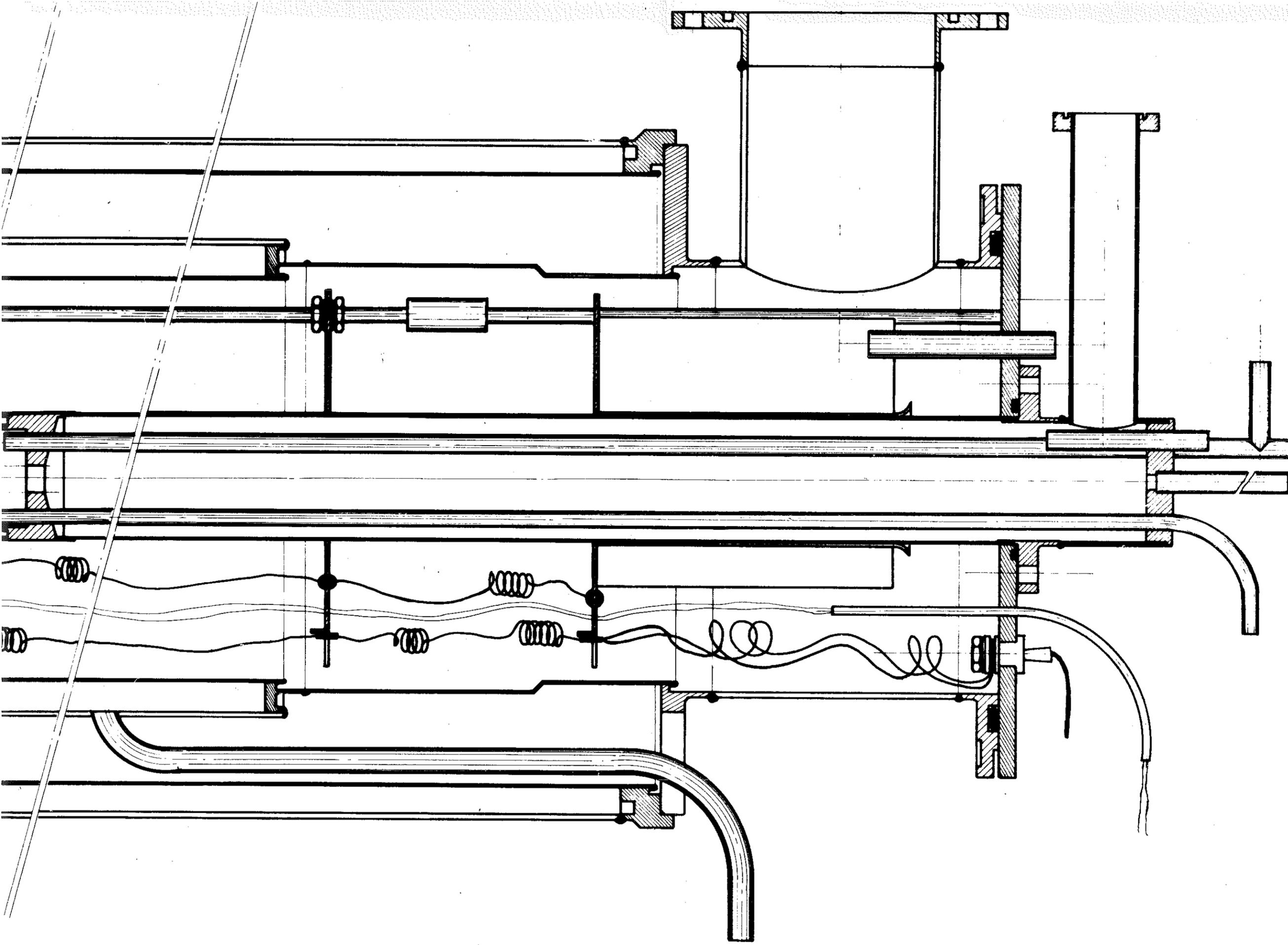
Monsieur P. Mollard m'a proposé une partie de l'étude expérimentale, il m'a patiemment initié aux problèmes des grains fins. Je tiens à lui exprimer ici toute ma reconnaissance.

Une partie de ce travail a été possible grâce à l'aide du Centre de Recherche sur les Très Basses Températures, je remercie plus particulièrement Messieurs Vallier et Gianèse et tout le service technique de ce laboratoire pour leur aimable collaboration.

Je remercie également tous les techniciens de l'équipe "Champs forts", en particulier J. Florentin, pour leur aide quotidienne qui m'a permis de mener à bien la partie technique de ce travail.

M. Geoffray s'est chargé avec amabilité de la partie graphique de ce travail ; Mlle G. Menéroud a assumé avec bienveillance et compétence la tâche de dactylographier ce Mémoire, qu'ils soient assurés ici de ma bien amicale reconnaissance.





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

Les mesures magnétiques à hautes résolutions nécessitent l'utilisation d'un fluxmètre précis et un champ magnétique stable et homogène. La première adaptation opérationnelle d'un voltmètre numérique intégrateur pour des mesures d'aimantation dans un bobinage supraconducteur a été réalisé par J.P. Rebouillat au C.R.T.B.T.

Lorsque nous sommes arrivé au laboratoire, celui-ci ne disposait pas de bobine de champ magnétique supraconductrice, il devenait urgent d'y introduire cette technique. De tels bobinages sont d'un emploi sûr et fiable pour des champs magnétiques inférieurs à 80 kOe ; l'obtention de champs plus intenses demande l'emploi de matériaux coûteux, et l'importance des énergies emmagasinées alors rend leur emploi plus délicat. Notre travail a consisté à étudier, calculer puis construire un tel bobinage, les objectifs proposés étaient : 65 kOe dans un diamètre utile de 5 cm, nous les avons réalisés avec une homogénéité axiale de  $5 \cdot 10^{-4}$  sur 4 cm ( $10^{-3}$  sur 6 cm). Le choix aurait pu se faire pour une bobine commerciale, des impératifs économiques nous ont poussé à réaliser nous-même le bobinage ; ce choix a du reste été d'autant mieux consenti qu'il nous semblait important de nous former à la technologie des supraconducteurs. Cette technique nous a conduit en outre à réaliser et implanter un ensemble cryogénique. Le calcul de nouvelles bobines de mesures a permis d'adapter directement le montage réalisé au système de mesures automatique de J.P. Rebouillat.

Ce travail a pu être mené à bien grâce à l'aide constante apportée par J.P. Rebouillat ; de nombreuses idées viennent de lui et nous ferons, tout au long de ce mémoire, référence à son travail qui sera publié ultérieurement (thèse d'Etat). Nous nous abstiendrons donc de renvoyer à une référence plus précise chaque fois que nous le citerons.

Pour illustrer les possibilités de l'installation, nous avons étudié l'aimantation d'un monocristal de fer contenant 5 % en masse de silicium, et avons débuté en collaboration avec P. Mollard, une étude sur un hydroxyde de nickel turbostratique en grains fins.

# C H A P I T R E I

## BOBINE SUPRACONDUCTRICE

Avant de décrire le matériau et les calculs qui ont conduit à la réalisation de la bobine de champ, nous ferons quelques rappels sur la supraconductivité en ne mettant en relief que les propriétés essentielles.

### 1-1 - BREFS RAPPELS SUR LA NOTION DE SUPRACONDUCTEUR (101)

C'est en 1911 que Kammerling Onnes mit en évidence l'effet de supraconductivité : l'état supraconducteur d'un corps est caractérisé par l'annulation brusque de sa résistivité électrique  $\rho$  quand il est refroidi en-dessous d'une température critique  $T_c$ . Les lois de l'électromagnétisme imposent que l'induction magnétique  $\vec{B}$  soit constante à l'intérieur d'un conducteur parfait ( $\rho = 0$ ), pour décrire un supraconducteur Meissner et Oschensfeld ont montré que cette constante doit être nulle : un supraconducteur est donc un diamagnétique parfait. En fait :

- $\vec{B}$  pénètre en surface sur une très faible distance  $\lambda_L \sim 500 \text{ \AA}$ ,
- les porteurs supraconducteurs sont des paires d'électrons qui occupent dans l'espace un rayon  $\xi$  ( $\xi$  est appelé longueur de cohérence), le comportement magnétique du matériau est très différent si  $\xi$  est inférieur ou supérieur à  $\lambda_L$ .

La théorie montre que :

- 1 - Si  $K = \lambda_L / \xi < 1/\sqrt{2}$  on a un supraconducteur de première espèce qui se comporte comme un diamagnétique parfait jusque dans un champ critique  $H_c$  toujours faible au delà duquel il redevient normal. La courbe d'aimantation est caractéristique (figure 1.1).

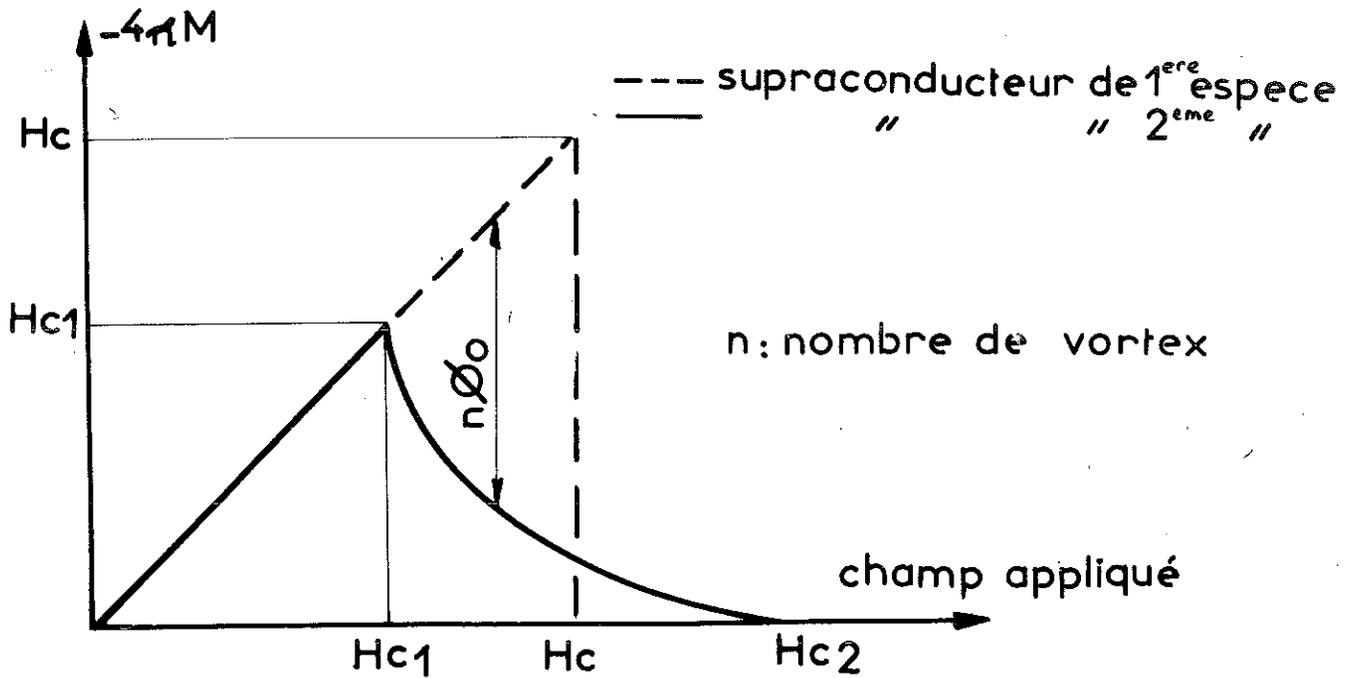
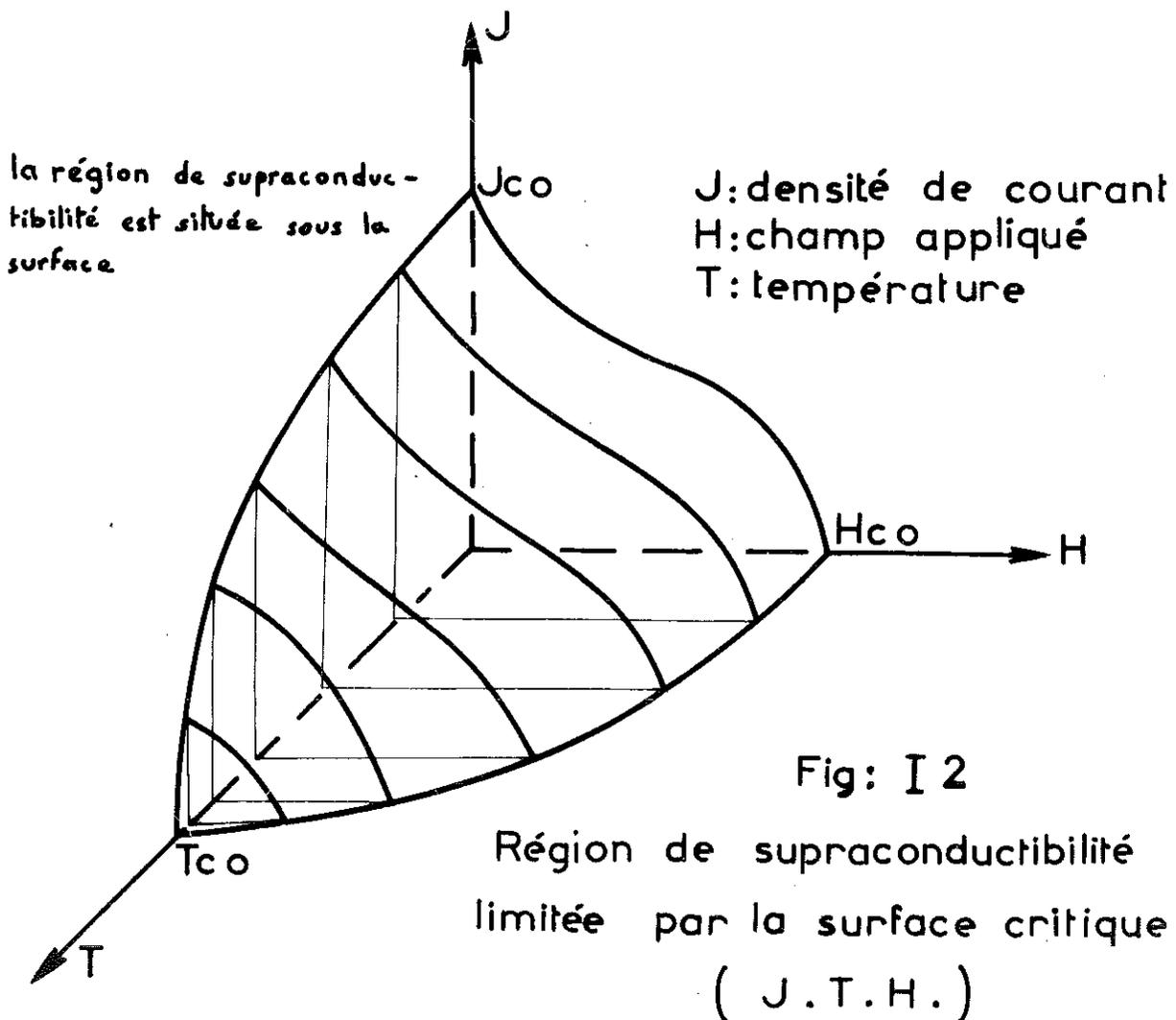


Fig: I 1 Courbe d'aimantation d'un supraconducteur



2 - Si  $K > 1/\sqrt{2}$  on a un supraconducteur de seconde espèce qui à partir d'un champ  $H_{C1}$  présente un état mixte dans lequel de petites régions normales appelées "vortex" permettent la pénétration du champ magnétique par quantum de flux

$\phi_0 = \frac{h}{2e} = 2 \cdot 10^{-7}$  Gauss/cm<sup>2</sup>. Le champ critique  $H_{C2}$  est tel que toute la matière est occupée par des régions normales. Ces matériaux présentent un grand intérêt quant à leurs applications, car  $H_{C2}$  peut être très élevé (figure 1.1).

Outre la température critique et le champ critique, il faut introduire une troisième variable fondamentale qui caractérise la capacité de transport du courant : la densité de courant critique  $J_c$ . Ces trois grandeurs sont étroitement liées et il existe dans l'espace  $J, T, H$ , une surface critique qui sépare le domaine supraconducteur du domaine normal (figure 1.2).

## 1-2 - PHENOMENE DE SAUTS DE FLUX - CUIVRAGE DES SUPRACONDUCTEURS

De nombreuses théories ont montré que la pénétration du flux se faisait par sauts successifs<sup>(102)</sup>. Lorsque le flux pénètre dans un élément du bobinage l'aimantation de cet élément passe de  $M_0$  à 0. Le travail magnétique dissipé sous forme de chaleur échauffe l'élément dont la température peut devenir localement supérieure à la température critique ; si l'écoulement de cette chaleur se fait rapidement l'élément redevient supraconducteur sinon la résistance qui est apparue se propage et l'ensemble de la bobine transite.

Une solution consiste à "stabiliser" le supraconducteur par une gaine de très faible résistivité<sup>(103)</sup> telle que du cuivre ou parfois de l'aluminium, qui lors d'une transition accidentelle constitue un shunt électrique et permet de bons échanges thermiques avec le milieu ambiant.

Le phénomène de sauts de flux est très sensible à la vitesse de variation du champ, si bien que les performances d'un bobinage de champ magnétique sont fonctions de la vitesse de montée en champ.

### 1-3 - CHOIX DES MATERIAUX

#### 1-3-1 - Les différents matériaux commercialisés

Le tableau 1-1 donne les caractéristiques de quelques composés supraconducteurs. Les trois alliages (nobiium-zirconium, noblium-titane et  $Nb_3Sn$ ) sont effectivement commercialisés.

T A B L E A U 1-1

Composé	type	$T_c$	$H_c$ (kOe)	$J_a$ à 50 kOe A/cm <sup>2</sup>
Sn	I	3,72 K	0,3	
Pb	I	7,19 K	0,8	
NbZr	II	11 K	80	$13 \cdot 10^4$
NbTi	II	10,5 K	120	$15 \cdot 10^4$
$Nb_3Sn$	II	18 K	245	$20 \cdot 10^4$

L'alliage de NbTi a pratiquement remplacé celui de NbZr, dans le domaine des champs magnétiques moyens ( $H < 80$  kOe). Il se présente sous forme de câble constitué par un ou plusieurs brins de supraconducteur noyés dans une matrice de cuivre (quelquefois d'aluminium). Ces câbles se tréfilent et se bobinent facilement, ils peuvent être fournis en longueur de plusieurs kilomètres.

Dernièrement, il a été montré<sup>(104)</sup> que les sauts de flux disparaissent quand le diamètre du fil supraconducteur est inférieur à  $50 \mu$ . Un nouveau type de câble composite à plusieurs dizaines de filaments vient d'être mis au point<sup>(105)</sup>. Ces filaments sont disposés en hélice dans la matrice de cuivre ; le pas de l'hélice a également une influence sur l'existence ou la non existence de saut de flux pour un  $\frac{dB}{dt}$  donné. Ces multifilaments permettent d'obtenir des densités de courant 2 à 3 fois supérieures à celles obtenues avec des câbles classiques.

Ils permettent de plus l'emploi de supraconducteurs pour des champs rapidement variables.

Le composé intermétallique  $Nb_3Sn$  présente un fort champ critique mais il est difficile à élaborer, cassant et cher. Il n'est donc utilisé que dans des bobines de hautes performances. Il se présente sous forme de ruban cuivré et ne peut donc se bobiner qu'en galettes.

### 1-3-2 - Caractéristiques du fil utilisé

Les fils étant cuivrés, nous distinguons pour un même courant  $I$  deux densités de courant différentes :

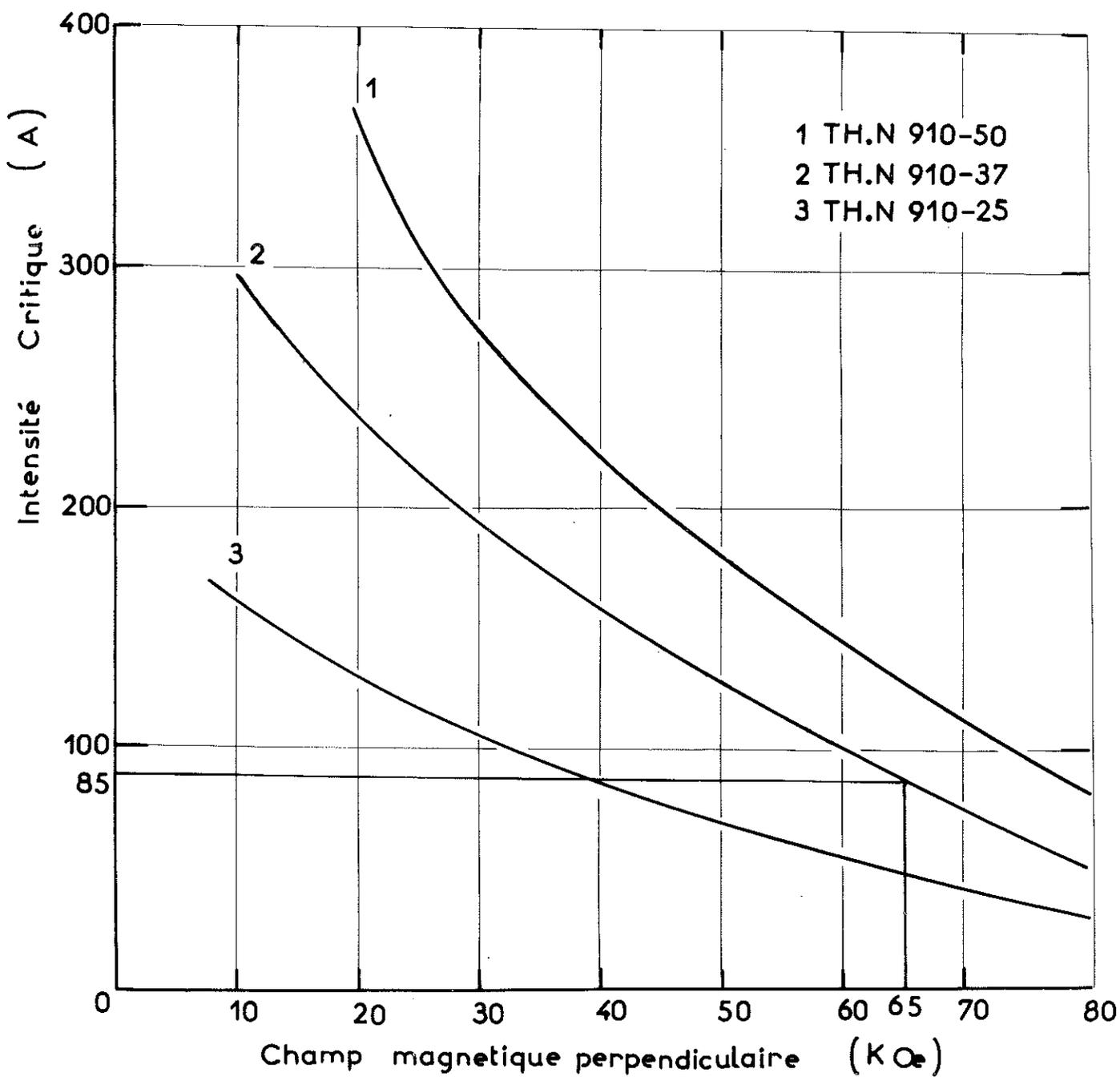
$j = I/s$   $s$  étant la section du supraconducteur

$J = I/S$   $S$  étant la section totale du fil.

Le câble utilisé est fourni par la Compagnie Française Thomson Houston (C.F.T.H.)

- Les câbles multibrins (série THN 911) présentent une densité de courant  $j$  beaucoup plus faible que les fils monobrins, c'est pourquoi nous les avons éliminés bien que leur stabilité soit meilleure.
- La C.F.T.H. propose trois sortes de fil monobrins (série THN 910) différents par le diamètre de l'âme supraconductrice ( $\emptyset = 0,25 ; 0,37 ; 0,50$  mm), le fil plus fin accepte une densité de courant  $j$  supérieure aux autres mais un bobinage réalisé avec un tel fil possède une self énorme (certains calculs nous ont conduits à des selfs de 20 ou 30 H). Nous avons choisi un fil de diamètre supérieur. Nous avons d'autre part le choix entre trois épaisseurs de stabilisant ; nous avons pris la dimension moyenne. En définitive le fil utilisé possède les caractéristiques suivantes ::
  - dénomination THN 910 - 37 - 11 - I,
  - diamètre du supraconducteur 37/100 mm,
  - épaisseur du stabilisant de cuivre 11/100 m,
  - isolé par 2/100 m de Formrex.

Fig : I 3 Caractéristiques électriques en échantillon  
court des monobrins , ( C.F.T.H. )



la courbe  $I(H)$  tracée à 4,2 K sur un échantillon court par le constructeur est représentée figure 1.3, courbe 2.

Pour 65 000 Oe, l'intensité critique en échantillon court est  $I_c = 85$  A. Les performances des bobinages étant toujours inférieures, nous avons pris un coefficient de sécurité supérieur à 10 % sur l'intensité. Compte-tenu des isolants disposés en cours de bobinage et d'un coefficient de foisonnement expérimental  $\lambda = 0,95$ , nous avons effectué nos calculs avec des densités de courant  $i = \lambda j$  ne dépassant pas  $16\ 300$  A/cm<sup>2</sup>.

#### 1-4 - CALCULS THEORIQUES DE LA GEOMETRIE DU BOBINAGE

Dans sa théorie sur les bobinages à symétrie de révolution cylindrique, M.W. Garret<sup>(106)</sup> écrit les expressions des composantes du champ magnétique en un point quelconque de l'espace sous forme de développement en série entière faisant intervenir les polynômes de Legendre ( $P_n$ ) et leur dérivée première ( $P'_n$ ). Ces expressions sont :

$$H_z(r, \theta) = \sum_{n=1}^{\infty} \frac{1}{(n-1)!} \left[ H_z^{(n-1)}(0,0) \right] r^{n-1} P_{n-1}(\cos \theta) \quad (1.1)$$

$$H_\rho(r, \theta) = \sum_{n=1}^{\infty} \frac{1}{n!} \left[ H_z^{(n-1)}(0,0) \right] r^{n-1} P'_{n-1}(\cos \theta) \quad (1.2)$$

Les variables  $r$ ,  $\theta$ ,  $\rho$ ,  $z$ , sont définies sur la figure 1.4  $H_z^{(n)}(0,0)$  représente la dérivée  $n$ ème de la composante suivant Oz du champ à l'origine des coordonnées. Si l'origine est au centre du solénoïde, seuls les termes pairs interviennent. Le tableau 1.2 donne les valeurs de  $P_{2n}$  et  $P'_{2n}$  pour  $n = 0, 1, 2, 3$ .

On montre que toute amélioration de l'homogénéité du champ axial entraîne une amélioration correspondante sur celle du champ radial et par suite sur l'homogénéité du champ total. De plus, l'annulation des termes du 2e, 4e,.... ordre en  $z$  du développement de  $H_z$  permet d'accroître notablement le volume à champ total constant.

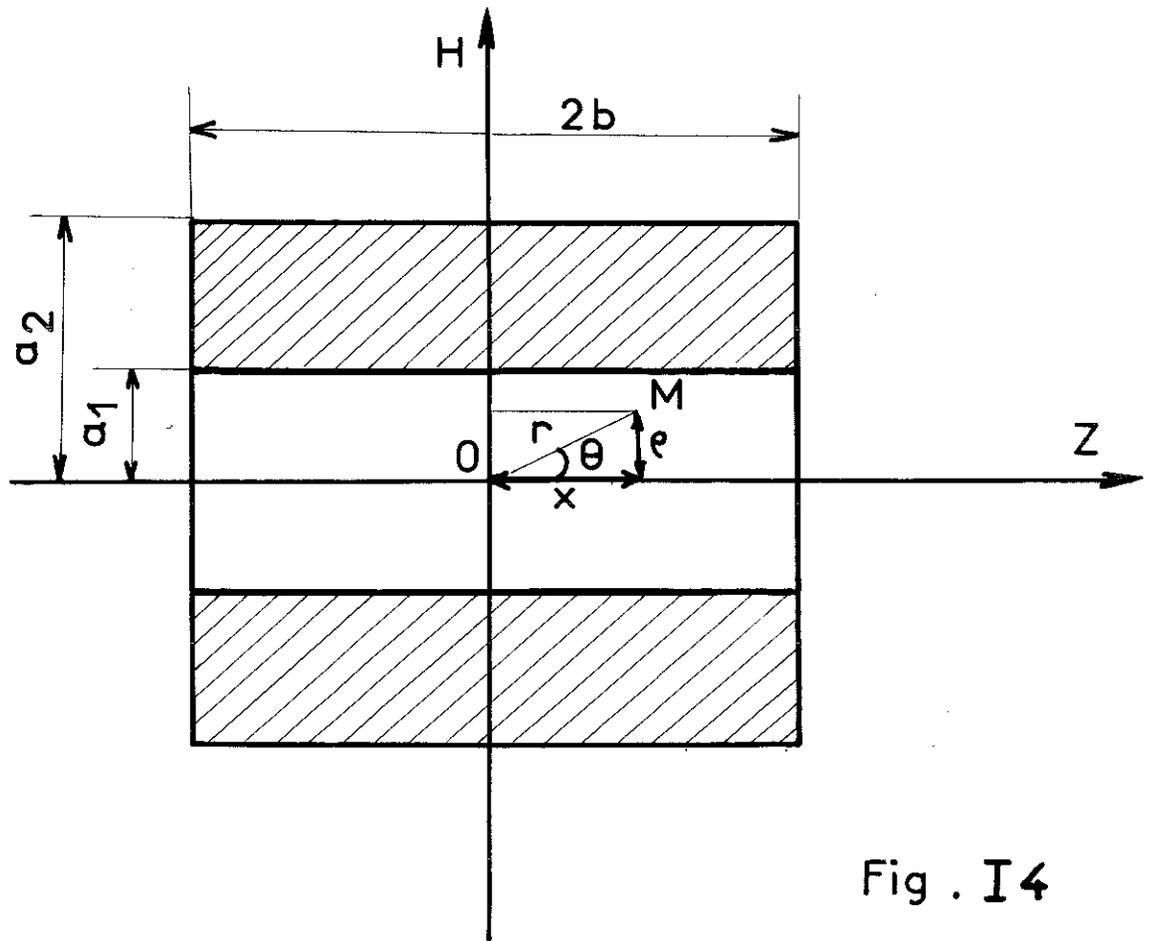


Fig . I4

Tableau I.2

$$P_0(u) = 1$$

$$P_2(u) = \frac{1}{2} (3 u^2 - 1)$$

$$P_4(u) = \frac{1}{8} (35 u^4 - 30 u^2 + 3)$$

$$P_6(u) = \frac{1}{16} (231 u^6 - 315 u^4 + 105 u^2 - 5)$$

$$P'_0(u) = 0$$

$$P'_2(u) = \frac{1}{2} 6 u$$

$$P'_4(u) = \frac{1}{8} (140 u^3 - 60 u)$$

$$P'_6(u) = \frac{1}{16} (1386 u^5 - 1260 u^3 + 210 u)$$

Dans le cas d'un bobinage à densité de courant  $i$  homogène et en utilisant les coordonnées réduites suivantes :  $\alpha = a_2/a_1$ ,  $\beta = b/a_1$ ,  $\gamma = z/a_1$ , l'expression du champ magnétique le long de l'axe  $z$  est la suivante :

$$H_z = \frac{\pi}{5} i a_1 \left[ (\gamma + \beta) \log \frac{\alpha + [\alpha^2 + (\gamma + \beta)^2]^{1/2}}{1 + [1 + (\gamma + \beta)^2]^{1/2}} \right. \\ \left. - (\gamma - \beta) \log \frac{\alpha + [\alpha^2 + (\gamma - \beta)^2]^{1/2}}{1 + [1 + (\gamma - \beta)^2]^{1/2}} \right] = i K(\gamma) \quad (1.3)$$

en posant  $\gamma = 0$ , nous obtenons l'expression du champ au centre du solénoïde

$$H_0 = \frac{2\pi}{5} i a_1 \beta \log \frac{\alpha + \sqrt{\alpha^2 + \beta^2}}{1 + \sqrt{1 + \beta^2}} \quad (1.4)$$

si  $a_1$  est exprimé en cm,  $i$  en A/cm<sup>2</sup>,  $H_0$  est obtenu en Oe.

Compte-tenu de l'équation (1.3), l'expression (1.1) se transforme en

$$H_z(r, \theta) = \frac{2\pi}{5} i a_2 \left[ M_0 + M_2 \left(\frac{r}{a_2}\right)^2 P_2 \cos \theta + M_4 \left(\frac{r}{a_2}\right)^4 P_4 \cos \theta + \dots \right] \quad (1.5)$$

$M_0$ ,  $M_2$ ,  $M_4$  ne dépendent que de  $\alpha$ ,  $\beta$ ; leurs expressions sont données dans le tableau 1.3.

#### 1-5 - LES DIFFERENTES METHODES DE CALCUL UTILISEES

Pour un diamètre intérieur et un champ au centre donnés le volume du bobinage, c'est-à-dire son prix, dépend considérablement de l'homogénéité désirée. Nous avons donc dû accepter un compromis entre le prix et l'homogénéité de l'aimant.

Nous allons décrire les différentes méthodes de calculs que nous avons exploitées.

T A B L E A U I.3

---

$$M_0 = \frac{\beta}{\alpha} \log \frac{\alpha + \sqrt{\alpha^2 + \beta^2}}{1 + \sqrt{1 + \beta^2}}$$

$$M_2 = \frac{1}{2} \frac{\alpha}{\beta} \left[ C_1^{3/2} - C_3^{3/2} \right]$$

$$M_4 = \frac{1}{12} \frac{\alpha}{\beta} \left[ C_1^3 \left( \frac{3}{2} C_1^{1/2} (1 + \frac{3}{2} C_2 + \frac{15}{2} C_2^2) - C_3^{3/2} (1 + \frac{3}{2} C_4 + \frac{15}{2} C_4^2) \right) \right]$$

$$M_6 = \frac{1}{30} \frac{\alpha}{\beta} \left[ C_1^5 \left( \frac{3}{2} C_1^{1/2} (1 + \frac{3}{2} C_2 + \frac{15}{2} C_2^2 - \frac{35}{4} C_2^3 + \frac{315}{4} C_2^4) - C_3^{3/2} (1 + \frac{3}{2} C_4 + \frac{15}{2} C_4^2 - \frac{35}{4} C_4^3 + \frac{315}{8} C_4^4) \right) \right]$$

$$M_8 = \frac{1}{56} \frac{\alpha}{\beta} \left[ C_1^7 \left( \frac{3}{2} C_1^{1/2} (1 + \frac{3}{2} C_2 + \frac{15}{8} C_2^2 + \frac{35}{16} C_2^3 + \frac{315}{16} C_2^4 - \frac{2079}{16} C_2^5 + \frac{3003}{16} C_2^6) - C_3^{3/2} (1 + \frac{3}{2} C_4 + \frac{15}{8} C_4^2 + \frac{35}{16} C_4^3 + \frac{315}{16} C_4^4 - \frac{2079}{16} C_4^5 + \frac{3003}{16} C_4^6) \right) \right]$$

$$C_3 = \frac{\alpha^2}{\alpha^2 + \beta^2}$$

$$C_4 = \frac{\beta^2}{\alpha^2 + \beta^2}$$

$$C_1 = \frac{1}{1 + \beta^2}$$

$$C_2 = \frac{\beta^2}{1 + \beta^2}$$

### 1-5-1 - Bobinages compensés du 6e ordre

Un solénoïde possédant une encoche peut être considéré comme la soustraction du solénoïde sans encoche et du solénoïde constitué par l'encoche elle même. Il est possible de définir les dimensions de l'encoche pour que le champ sur l'axe obtenu par soustraction des deux développements en série entière ne contiennent pas de termes du 2e ordre et du 4e ordre en  $z$  ; on a ainsi un solénoïde dit du 6e ordre. Montgomery et Terrel<sup>(107)</sup> d'une part, et Girard et Sauzade<sup>(108)</sup> d'autre part ont étudié ce problème.

Il faut résoudre le système d'équations

$$H_0 = \frac{2\pi i}{5} a_2 (M_0 - M'_0) \quad (1.6) \quad \begin{array}{l} \text{(toutes les valeurs} \\ \text{"primées" sont les} \end{array}$$

$$N_2 = M_2(\alpha, \beta) - M'_2(\alpha', \beta') = 0 \quad (1.7) \quad \begin{array}{l} \text{valeurs précédemment} \\ \text{définies mais rela-} \end{array}$$

$$N_4 = M_4(\alpha, \beta) - M'_4(\alpha', \beta') = 0 \quad (1.8) \quad \begin{array}{l} \text{tives à l'encoche).} \end{array}$$

Girard et Sauzade ont d'autre part imposé une condition de minimisation sur le volume du bobinage ; ils ont représenté leurs résultats sous forme d'abaques (figure 1.5) permettant de calculer à partir de  $a_1$ ,  $i$  et  $H_0$ , les différents paramètres  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\alpha'$ ,  $\beta'$ ,  $\Lambda$  ;  $\Lambda$  étant un coefficient de volume tel que

$$V = \Lambda \left( \frac{H_0}{i} \right)^3 .$$

Dans ces conditions, au voisinage de l'origine, le champ a pour expression :

$$H_z = \frac{2\pi i}{5} a_2 \left[ N_0 + N_6 \left( \frac{z}{2} \right)^6 + \dots \right] \quad (1.9)$$

Tous les calculs que l'on peut effectuer alors conduisent à des homogénéités théoriques excellentes puisque l'on arrive à des écarts inférieurs à 2 Oe sur 6 cm pour un champ maximal de l'ordre de 66 kOe (figure 1.6) ; mais cette homogénéité

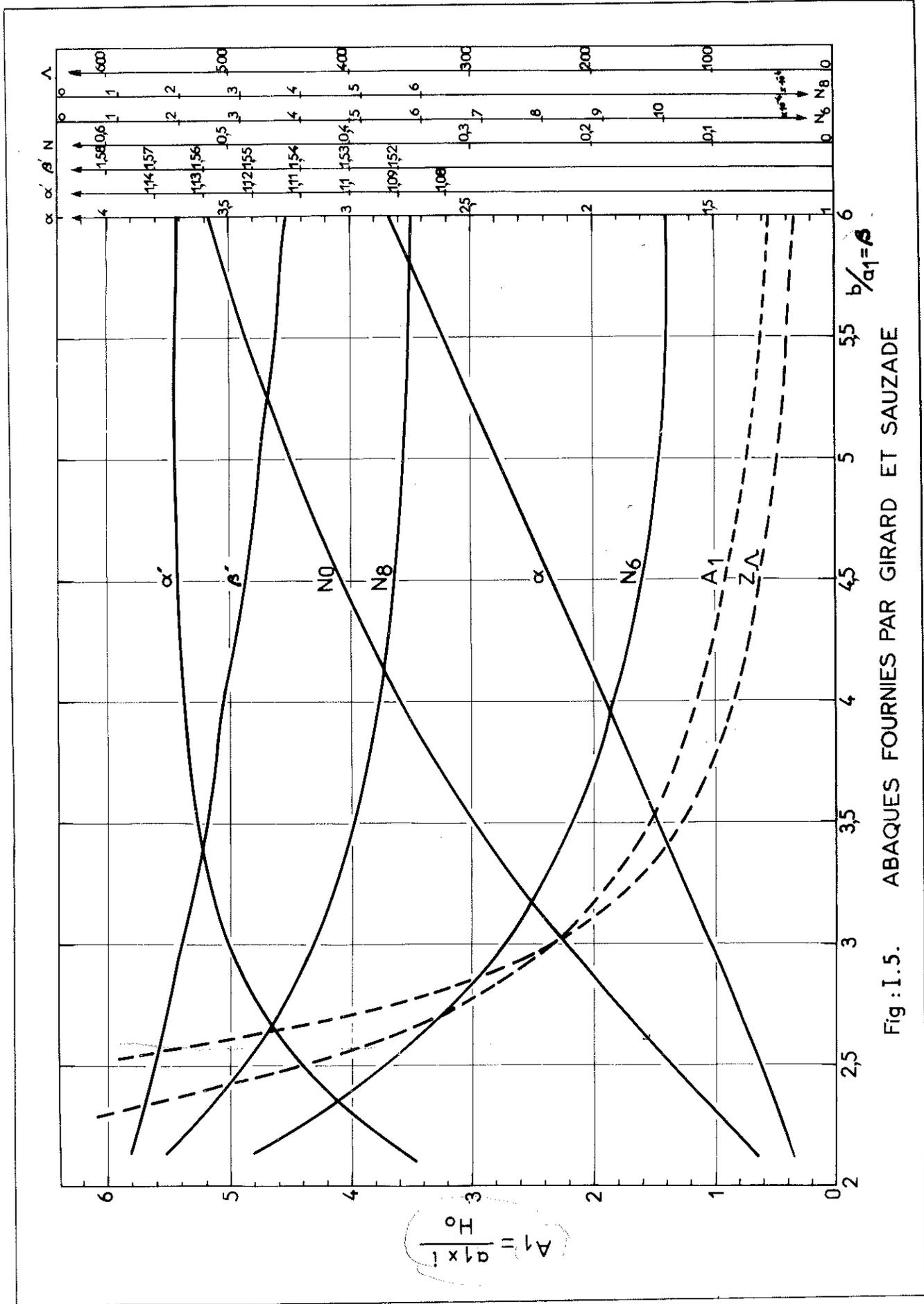


Fig : I.5. ABAQUES FOURNIES PAR GIRARD ET SAUZADE

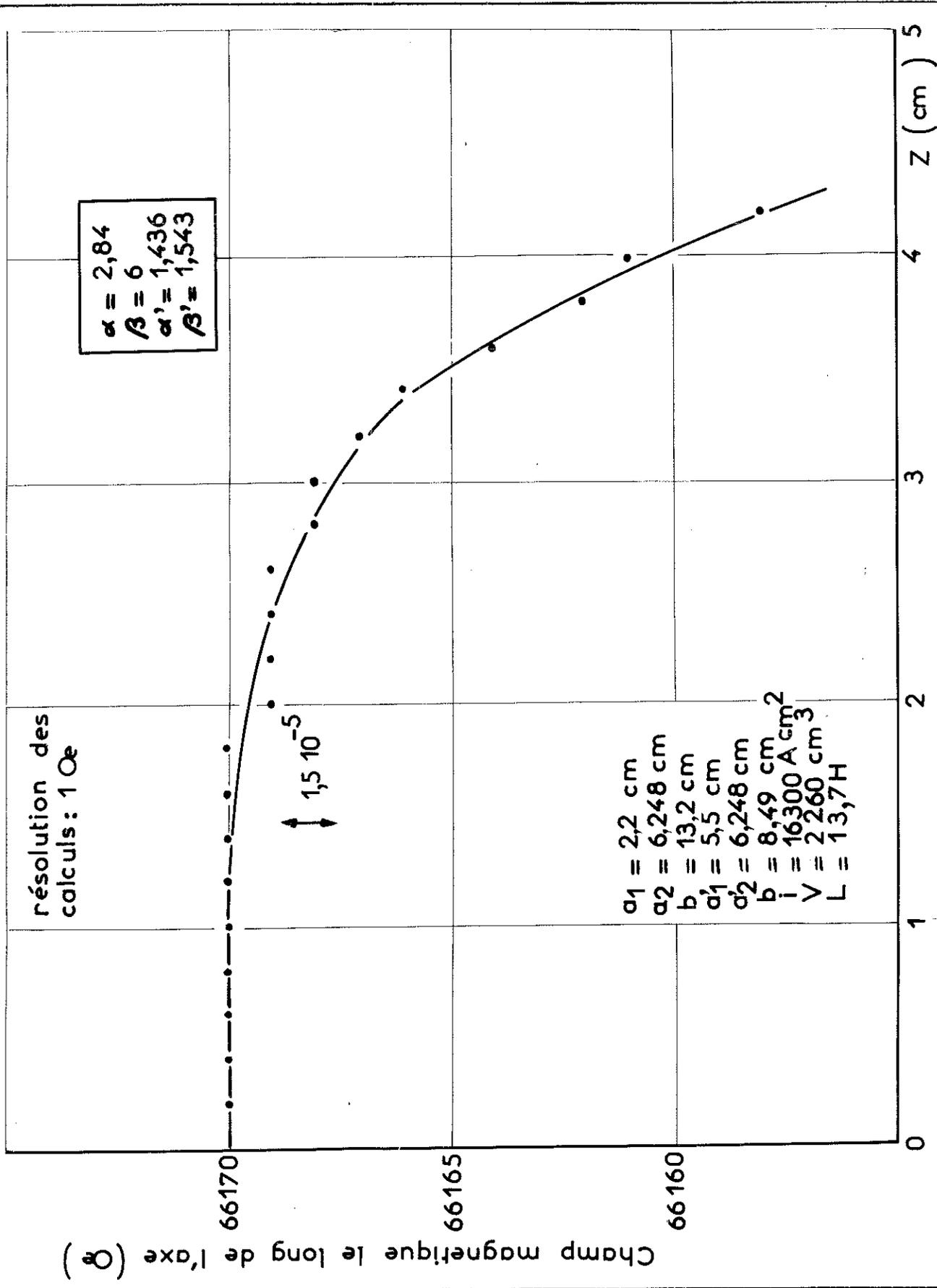


Fig: I 6 Carte de champ d'après GIRARD et SAUZADE

est obtenue au détriment du prix de revient (le volume du bobinage étant important,  $V = 2260 \text{ cm}^3$ ) et surtout de la self ( $L = 13,7 \text{ H}$ ), donc de l'énergie emmagasinée dans le solénoïde

$$\frac{1}{2} L I^2 = 40 \text{ KJ.}$$

#### 1-5-2 - Méthode dite du "simplexe"

Les calculs qui vont être décrits ont été effectués grâce à l'ordinateur C.A.E. que possède le laboratoire.

Le programme mis au point par Bassi et appliqué au solénoïde par Génicon et Brochier a pour base un algorithme de minimisation direct de fonction sans calcul de dérivées (algorithme de Nelder et Meade).

Dans le cas qui nous intéresse la fonction à minimiser est l'écart quadratique moyen du champ magnétique sur l'axe ( $H_z$ ) au champ au centre ( $H_0$ ).

Cette méthode ne nous a pas permis d'obtenir une homogénéité relative meilleure que  $10^{-3}$  sur un palier de 6 cm.

#### 1-5-3 - Calculs utilisés

Nous avons décidé d'effectuer un bobinage compensé par une encoche intérieure, qui du point de vue technologique est plus facile à positionner qu'une encoche extérieure. Nous nous inspirons des résultats précédemment établis et nous transformons l'expression du champ autour de l'origine pour pouvoir l'écrire sous la forme :

$$H_z = \frac{2}{5} \mu_0 i a_1 \left[ MM_0 - MM'_0 + (MM_2 - MM'_2) \left(\frac{z}{a_1}\right)^2 + \dots \right] \quad (1.10)$$

les  $MM_0, MM_2, \dots$  sont liés aux  $M_0, M_2, \dots$  par les relations :

$$MM_0 = \alpha M_0, \quad MM_2 = \frac{1}{\alpha} M_2, \quad MM_4 = \frac{1}{\alpha^3} M_4, \quad MM_6 = \frac{1}{\alpha^5} M_6.$$

Nous avons rassemblé les valeurs de  $M_0, M_2, M_4, M_6, MM_0, MM_2, MM_4, MM_6$  pour différentes valeurs de  $\alpha$  et  $\beta$  sous forme de tableaux (tel que le tableau 1.4). Chaque tableau correspond à une valeur de  $\beta$ .

Nous nous contentons d'annuler le terme  $MM_2 - MM'_2$ , tandis que  $MM_0 - MM'_0$  est défini par :

$$H_0 = \frac{2\pi}{5} i a_1 (MM_0 - MM'_0) \quad (1.11)$$

$$\text{pour } \alpha = 2,6 \quad \alpha' = 1,082$$

$$\beta = 4,2 \quad \beta' = 1,2$$

Nous relevons :

$$MM_0 = 1,4666 \quad MM_2 = - 0,01588 \quad MM_4 = - 0,000854$$

$$MM'_0 = 0,0606 \quad MM'_2 = - 0,01582 \quad MM'_4 = - 0,002580$$

pour une densité de  $15\,000 \text{ A/cm}^2$ , l'expression (1.10) s'écrit alors :

$$H_z = 47,1 \cdot 10^3 \left( 1,406 + 1,7 \cdot 10^{-3} \left( \frac{z}{a_1} \right)^4 \right) \quad (1.11)$$

Nous avons retenu ces valeurs pour définir la géométrie de notre bobinage, alors :

$$a_1 = 2,5 \text{ cm} \quad a'_1 = 2,5 \text{ cm} \quad L = 9 \text{ H}$$

$$a_2 = 6,5 \text{ cm} \quad a'_2 = 2,71 \text{ cm}$$

$$b = 10,5 \text{ cm} \quad b' = 3 \text{ cm}$$

La carte de champ théorique (figure 1.7) présente une homogénéité de  $5 \cdot 10^{-4}$  sur près de 6 cm. Nous nous sommes assurés qu'il était possible d'améliorer cette homogénéité par l'addition de quelques spires judicieusement placées.

T A B L E A U I.5

ALPHA	MM0	MM2	MM4	MM6	MM0	MM2	M4	M6
2.500	.13811\$+01	-.14451\$-01	-.80497\$-03	-.38519\$-04	.55244\$+00	-.36127\$-01	-.12578\$-01	-.37616\$-02
2.550	.14240\$+01	-.15161\$-01	-.83137\$-03	-.39034\$-04	.55842\$+00	-.38661\$-01	-.13785\$-01	-.42087\$-02
2.600	.14666\$+01	-.15881\$-01	-.85716\$-03	-.39487\$-04	.56407\$+00	-.41291\$-01	-.15065\$-01	-.46916\$-02
2.650	.15090\$+01	-.16609\$-01	-.88232\$-03	-.39878\$-04	.56943\$+00	-.44014\$-01	-.16420\$-01	-.52115\$-02
2.700	.15512\$+01	-.17345\$-01	-.90681\$-03	-.40210\$-04	.57450\$+00	-.46833\$-01	-.17849\$-01	-.57696\$-02
2.750	.15931\$+01	-.18089\$-01	-.93062\$-03	-.40484\$-04	.57931\$+00	-.49745\$-01	-.19354\$-01	-.63672\$-02
2.800	.16348\$+01	-.18839\$-01	-.95373\$-03	-.40704\$-04	.58387\$+00	-.52750\$-01	-.20936\$-01	-.70053\$-02
2.850	.16763\$+01	-.19596\$-01	-.97612\$-03	-.40872\$-04	.58818\$+00	-.55849\$-01	-.22596\$-01	-.76851\$-02
2.900	.17176\$+01	-.20358\$-01	-.99777\$-03	-.40990\$-04	.59227\$+00	-.59039\$-01	-.24335\$-01	-.84074\$-02
2.950	.17586\$+01	-.21126\$-01	-.10187\$-02	-.41060\$-04	.59614\$+00	-.62320\$-01	-.26152\$-01	-.91735\$-02
3.000	.17994\$+01	-.21897\$-01	-.10389\$-02	-.41087\$-04	.59980\$+00	-.65692\$-01	-.28049\$-01	-.99841\$-02
3.050	.18400\$+01	-.22673\$-01	-.10583\$-02	-.41071\$-04	.60327\$+00	-.69154\$-01	-.30026\$-01	-.10840\$-01
3.100	.18803\$+01	-.23453\$-01	-.10769\$-02	-.41016\$-04	.60655\$+00	-.72703\$-01	-.32083\$-01	-.11743\$-01
3.150	.19204\$+01	-.24235\$-01	-.10949\$-02	-.40925\$-04	.60966\$+00	-.76340\$-01	-.34221\$-01	-.12692\$-01
3.200	.19603\$+01	-.25020\$-01	-.11120\$-02	-.40799\$-04	.61260\$+00	-.80063\$-01	-.36438\$-01	-.13690\$-01
3.250	.20000\$+01	-.25807\$-01	-.11284\$-02	-.40642\$-04	.61538\$+00	-.83872\$-01	-.38737\$-01	-.14737\$-01
3.300	.20394\$+01	-.26595\$-01	-.11441\$-02	-.40457\$-04	.61800\$+00	-.87764\$-01	-.41115\$-01	-.15833\$-01
3.350	.20786\$+01	-.27385\$-01	-.11590\$-02	-.40244\$-04	.62048\$+00	-.91738\$-01	-.43574\$-01	-.16980\$-01
3.400	.21176\$+01	-.28175\$-01	-.11732\$-02	-.40007\$-04	.62282\$+00	-.95794\$-01	-.46113\$-01	-.18178\$-01
3.450	.21563\$+01	-.28965\$-01	-.11867\$-02	-.39749\$-04	.62502\$+00	-.99930\$-01	-.48732\$-01	-.19428\$-01
3.500	.21949\$+01	-.29755\$-01	-.11996\$-02	-.39470\$-04	.62710\$+00	-.10414\$+00	-.51431\$-01	-.20730\$-01

des tableaux identiques ont été établis pour les valeurs de  $\alpha$  et  $\beta$  ci-dessous

2,5	-	2,55	-	...	-	...	-	3,45	-	3,5
1	-	1,1	-	...	-	...	-	6,4	-	6,5
1	-	1,02	-	...	-	...	-	1,38	-	1,4
1,5	-	1,06	-	...	-	...	-	5,4	-	5,5

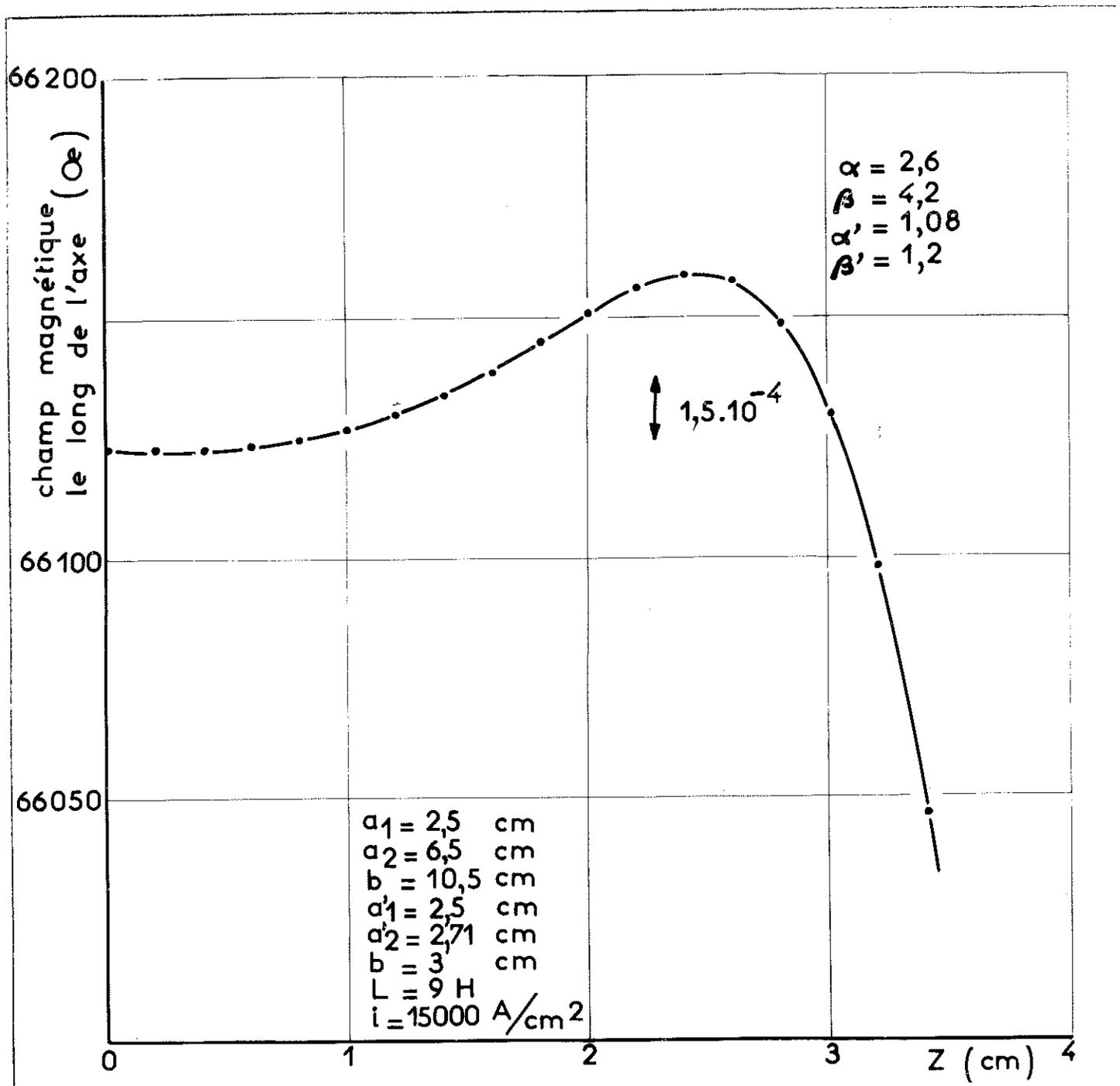


Fig:I7 Carte de champ théorique du solenoïde réalisé

## 1-6 - REALISATION

### 1-6-1 - Le bobinage (figures 1.8 et 1.9)

Le bobinage a été exécuté par M. Boulbès du C.R.T.B.T.

- du point de vue mécanique, en cours de bobinage, la tension du fil doit être constante et suffisante pour assurer une bonne tenue du solénoïde. Chaque couche de fil doit avoir un même nombre de spires bobinées de manière jointive.
- du point de vue électrique, il faut réaliser une triple isolation :
  - 1 - entre spires,
  - 2 - entre couches,
  - 3 - entre le bobinage et le mandrin.

Le mandrin (1) est en acier inoxydable. Il est constitué par un tube (9), (48 x 49,9 x 242), soudé à 2 flasques de 7 mm d'épaisseur (1), deux contreflasques (2) de Lucoflex, l'isolant du bobinage (5). Des évidements en coïncidence (7), dans le mandrin et le lucoflex permettent un meilleur refroidissement de la bobine. L'enrubanage de vétronite (3) évite un contournement de l'isolant (4) (en cas de surtension accidentelle entre couches). L'isolant (4) est constitué par une feuille de Kapton cuivré (25  $\mu$  de Kapton, 50  $\mu$  de cuivre, 10  $\mu$  de colle). Ce cuivrage, initialement prévu pour améliorer les échanges thermiques s'est révélé suffisamment ductile pour permettre une incrustation du fil sous l'effet de la tension, augmentant ainsi la tenue mécanique du bobinage. Cette incrustation a également amélioré le coefficient de remplissage du fil, le liant (6) est un mélange de graisse silicone et de silice, qui durcit à basses températures et empêche les spires de bouger.

De part et d'autre de l'encoche centrale (7) nous disposons 3 couches de fils ayant respectivement 120, 119, 119 spires puis 39 couches de 334  $\pm$  1 spires pour finir la première longueur de fil (4,3 km). Une deuxième longueur permet d'ajouter 12 couches de 334  $\pm$  1 spires. La légère dispersion sur le nombre

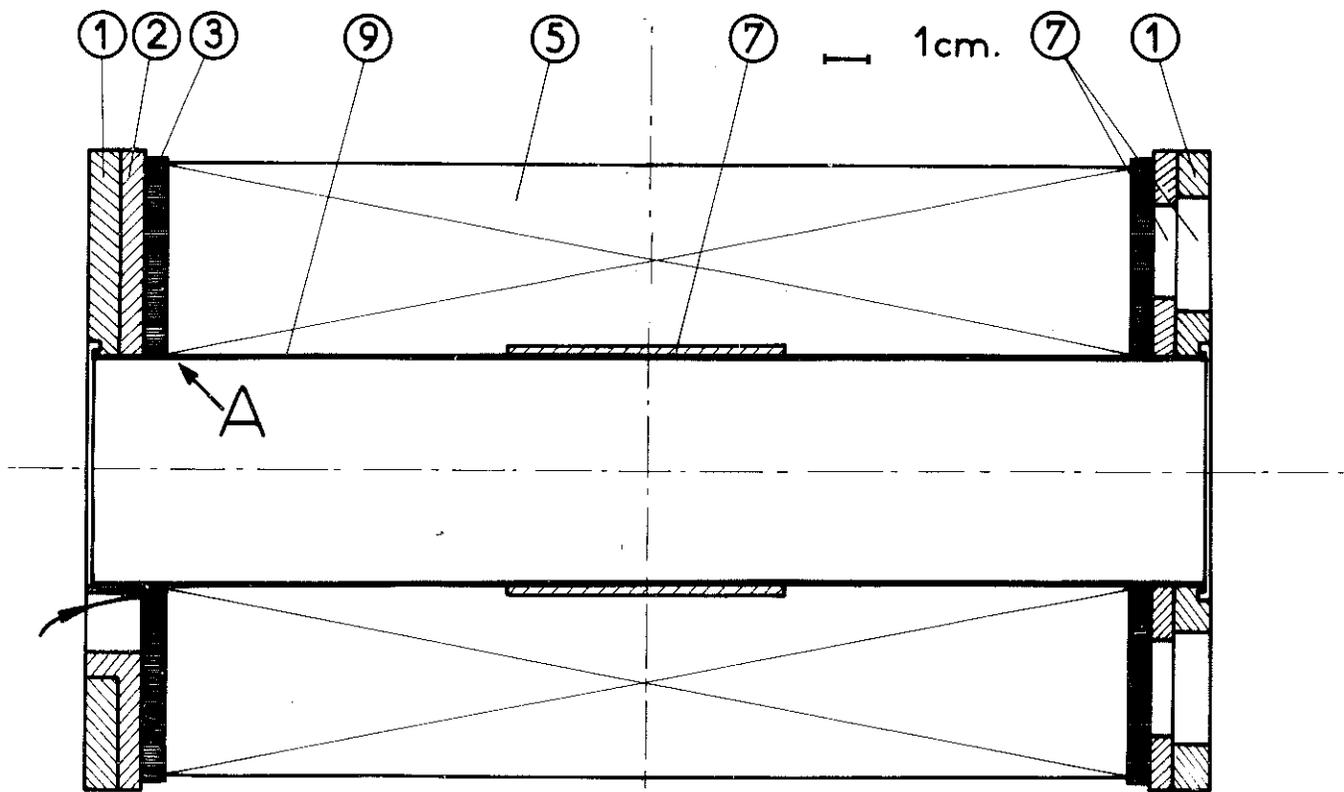


Fig: I.8. BOBINE DE CHAMP REALISEE

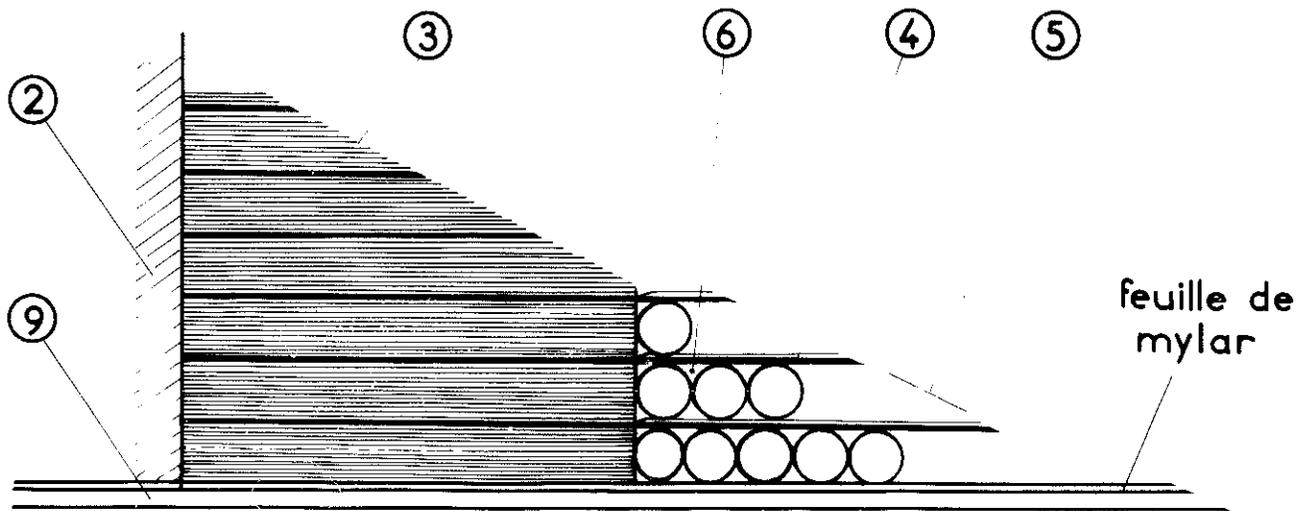


Fig: I.9. DETAIL A

de spires par couche est essentiellement due à une variation de diamètre du fil. Le diamètre obtenu alors est  $\varnothing = 123$  mm. Après une première série d'essais, nous avons ajouté 6 couches.

#### 1-6-2 - Les contacts

Les contacts sont les jonctions des différentes longueurs de supraconducteur entre elles d'une part et avec les amenées de courant d'autre part.

Les soudures entre alliages supraconducteurs étant difficiles, les contacts se font généralement, soit par serrage du fil (préalablement décuivré) entre deux masses de cuivre indié, soit par soudure basse température entre gaines de cuivre, sur une longueur suffisante pour éviter un échauffement local lors du passage du courant.

Nous utilisons une méthode mixte : le fil supraconducteur est mis à nu sur 2 ou 3 cm (par action d'acide nitrique sur le cuivre), puis introduit dans un tube de cuivre indié qui est ensuite écrasé par serrage à l'étau.

Le fil cuivré est soudé à l'indium sur une longueur de 20 cm (figure 1.10), l'ensemble est alors disposé dans une lingotière torique où l'on coule de l'indium.

#### 1-6-3 - Le court-circuit

Un des avantages des bobines supraconductrices réside dans la possibilité de les fermer sur elles-mêmes par l'intermédiaire d'un shunt supraconducteur ; le champ magnétique est alors stable dans le temps. Ce court-circuit doit pouvoir être supprimé lorsque l'on désire faire varier le champ dans la bobine. Une des méthodes consiste à rendre le court circuit normal (donc résistif) en le portant à une température supérieure à  $T_c$  au moyen d'un enroulement chauffant bobiné autour du court-circuit (figure 1.11).

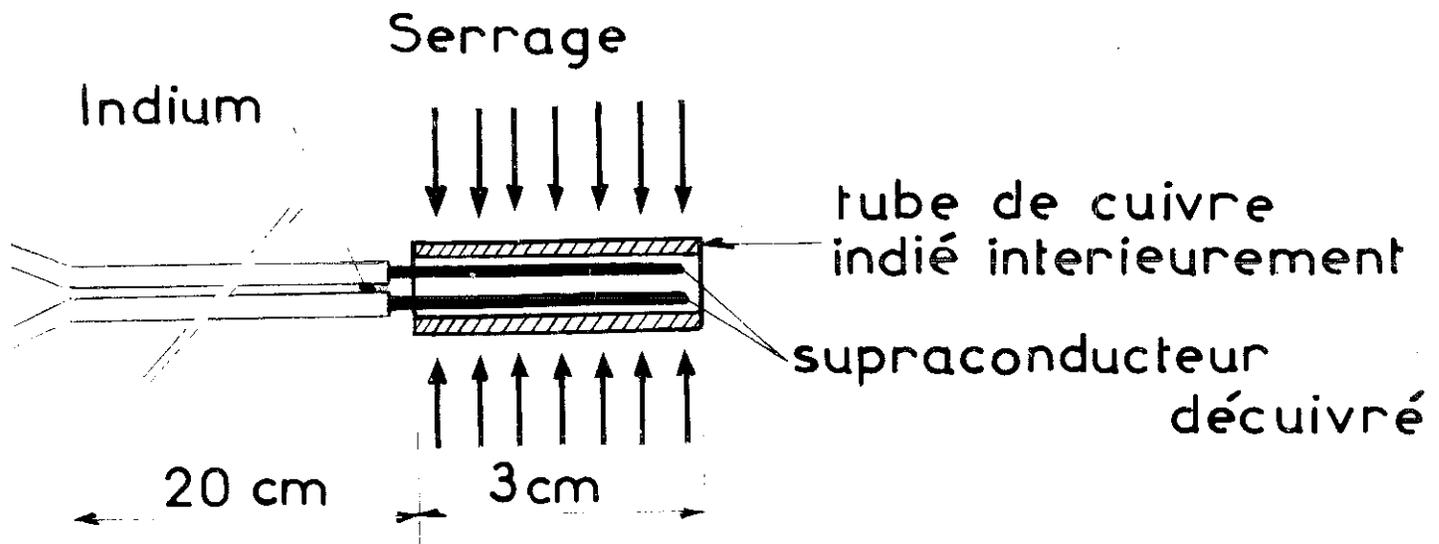


Fig : I 10

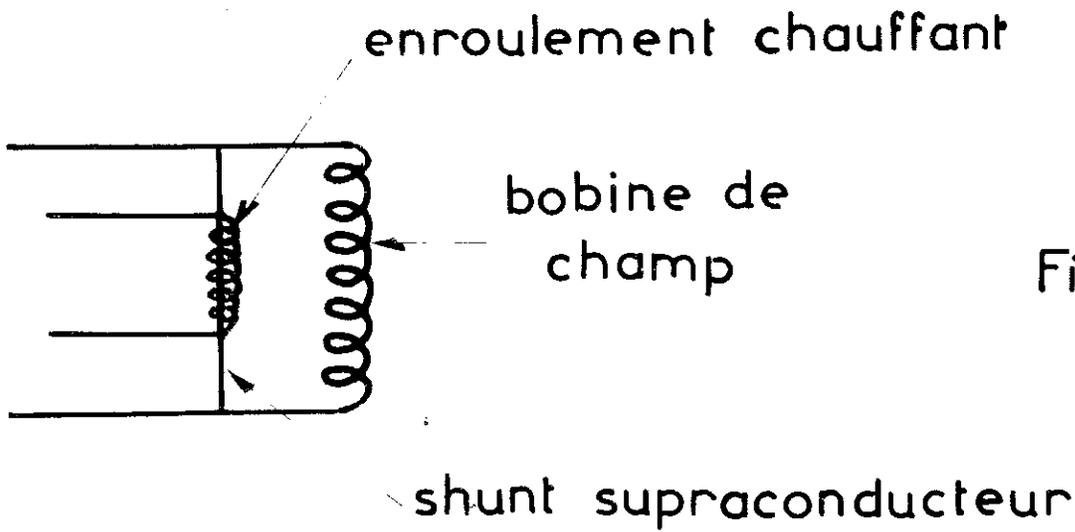


Fig : I 11

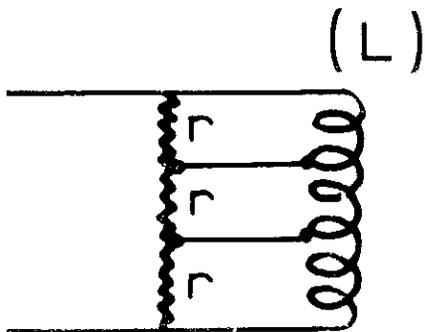


Fig : I 12

#### 1-6-4 - Les résistances mises en parallèles

Au cours d'une transition, il faut faire propager la transition dans tout le bobinage pour éviter que l'énergie ne se dissipe que localement<sup>(110)</sup>. Pour cela, le bobinage est fractionné en plusieurs longueurs protégées par une résistance mise en parallèle (figure 1.12) si une transition se produit dans une fraction de la bobine, les autres réagissent pour maintenir le champ en augmentant le courant qui les traverse si bien qu'elles transitent à leur tour. Tout se passe comme si la vitesse de propagation de la zone normale était multipliée par le nombre de fractions du bobinage.

Pour les bobinages à grande énergie on peut détecter la transition et couper l'alimentation par un relai et une partie de l'énergie est dissipée dans ces résistances à l'extérieur du bobinage et éventuellement hors du bain cryogénique.

### 1-7 - ESSAIS ET PERFORMANCES

#### 1-7-1 - L'alimentation

Dans l'état supraconducteur la bobine est une self pure  $L$  ; si l'on maintient à ses bornes une tension  $e$  constante le courant qui la traverse va varier suivant la loi  $e = -L \frac{dI}{dt}$  c'est le principe de l'alimentation réalisée par le service électronique du C.E.N.-G. L'affichage de  $e$  (qui peut varier de  $-2,5$  v à  $2,5$  v) permet de choisir la vitesse de variation du champ. Quand l'intensité atteint une valeur préaffichée (qui peut être comprise entre 0 et 250 A), l'alimentation régule automatiquement en courant. A tout instant, il est possible d'arrêter la croissance du champ en affichant  $e = 0$ .

L'alimentation comprend également une régulation en courant entre 0 et 100 mA permettant le chauffage du court-circuit supraconducteur.

### 1-7-2 - Essais

Les essais ont été effectués en deux temps :

- En cours de bobinage d'une part, alors qu'il restait 6 couches à poser. Cette série d'essais a été encourageante puisqu'elle nous a permis d'atteindre un champ supérieur à 70 kOe avec une intensité dans le bobinage de 76 A. Ces performances sont proches de celles fournies par la C.F.T.H. sur un échantillon court.
- Après réalisation définitive, une deuxième série d'essais a malheureusement coûté la vie à notre court-circuit et endommagé un des contacts, après une avarie inexplicquée de l'alimentation. Si bien que les résultats définitifs correspondent juste à ceux attendus, compte tenu des sécurités prises. L'intensité atteinte est  $I = 66$  A pour un champ de l'ordre de 69 kOe. Ceci est une valeur extrême atteinte avec une vitesse de montée très faible (10 Oe/s).

### 1-7-3 - Etude de l'homogénéité du champ

L'homogénéité a été étudiée en suivant la variation de la magnétorésistance d'une sonde Siemens FP15M20 lors de son déplacement le long de l'axe de la bobine.

Les courbes obtenues (figure 1.12) pour des valeurs croissantes du champ montrent :

- l'influence de l'aimantation du supraconducteur sur l'homogénéité ; cette influence diminue lorsque le champ augmente.
- une dissymétrie de la carte de champ à 60 kOe, l'homogénéité est de  $5 \cdot 10^{-4}$  sur 4 cm et de  $10^{-3}$  sur 5,5 cm, contre  $5 \cdot 10^{-4}$  sur 6 cm donné par le calcul.

### 1-7-4 - Etalonnage en champ

Un étalonnage en absolu du champ magnétique nécessite l'emploi d'un étalon primaire (sonde à résonance magnétique

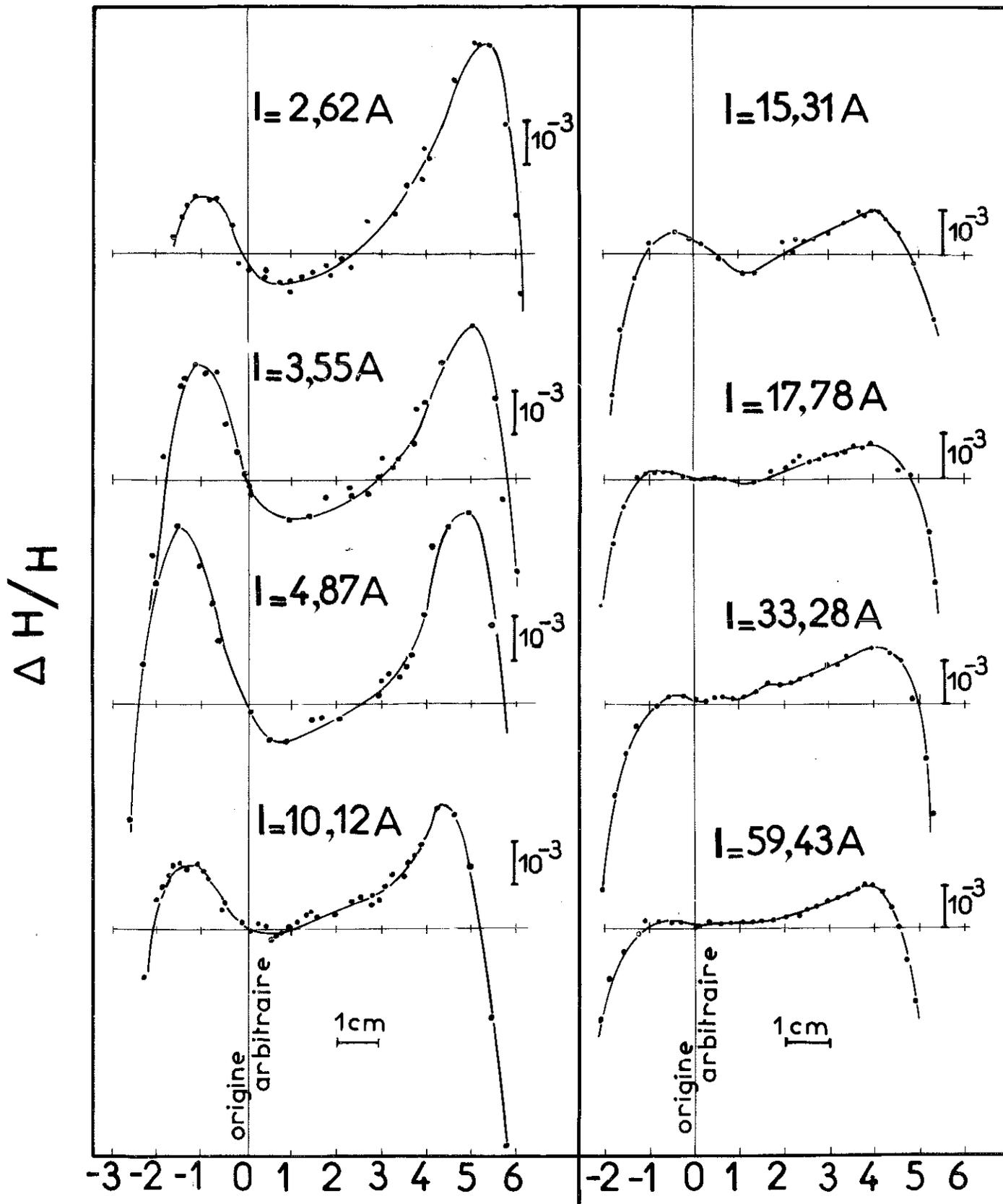


Fig:I.13. Homogénéité de la bobine de champ pour différentes intensités.

nucléaire par exemple) ; le laboratoire ne possédant pas un tel étalon on utilise généralement un étalon secondaire (extraction d'une spire de surface connue, sonde à magnétorésistance, sonde à effet Hall.....). Nous avons cherché un étalon d'emploi facile et rapide.

La courbe d'aimantation d'une sphère monocristalline de nickel en fonction du champ magnétique (appliqué suivant l'axe  $[111]$ ) est représentée figure 1.14. A l'échelle considérée la saturation est atteinte pour une intensité dans le bobinage de 2,075 A. Le champ magnétique correspondant ( $H_d$ ) a été déterminé par Rebouillat :  $H_d = 2204 \pm 2$  Oe. La figure 1.14 montre d'autre part que la droite de champ démagnétisant tracée en fonction de l'intensité dans le bobinage ne passe pas l'origine, ce qui nous permet de tenir compte du champ rémanent du supraconducteur. Le champ magnétique (H), obtenu et l'intensité dans le bobinage (I) vérifient alors la relation :

$$H = 1055 I + 10$$

H est exprimé en Oe, I en Ampère.

La précision de cet étalonnage ne dépend que de celle de  $H_d$  et de la reproductibilité de la mesure de l'intensité. on peut estimer que le coefficient 1055 n'est pas connu à mieux de  $10^{-3}$  près, si bien qu'en champ fort ( $H > 10$  kOe) nous nous contenterons de la relation :

$$H \approx 1055 I$$

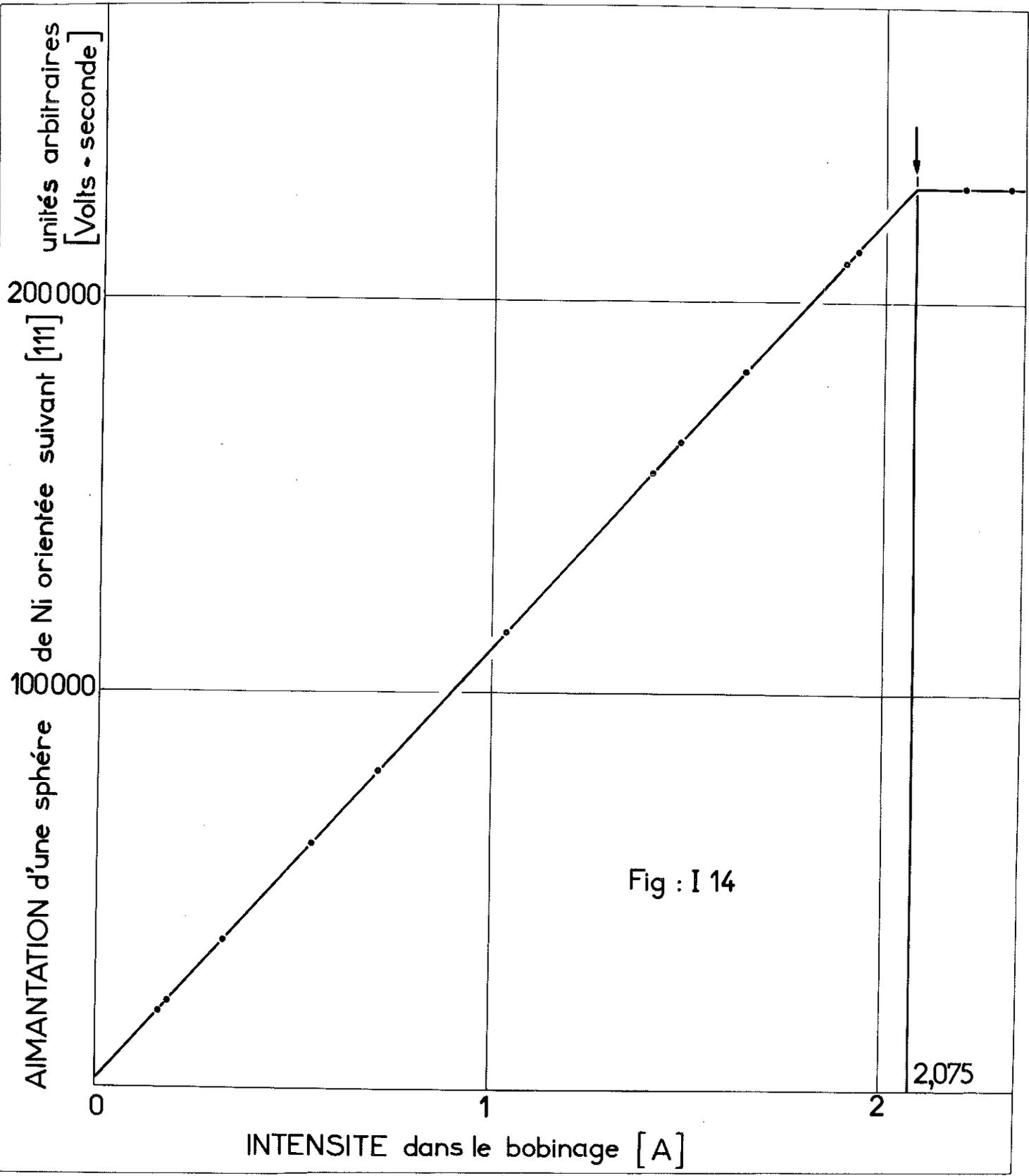


Fig : I 14

2,075

## C H A P I T R E    I I

### ENSEMBLE CRYOGENIQUE

L'ensemble cryogénique a été conçu et mis en oeuvre au laboratoire. Seuls les tubes en acier inoxydable de grande longueur ont été achetés chez Oxford Instruments ; le reste des éléments du montage, notamment les brides, a été réalisé par J. Florentin, les soudures sous argon et les tests de vide ont été effectués par l'atelier du C.R.T.B.T.

L'ensemble cryogénique peut se décomposer en 2 parties. D'une part le système nécessaire au fonctionnement de la bobine de champ, c'est-à-dire un vase à hélium liquide et un vase à azote liquide ; d'autre part un cryostat permettant une variation thermique de l'échantillon en-dessous de la température de l'hélium liquide.

#### II-1 - LE SYSTEME CRYOGENIQUE NECESSAIRE AU FONCTIONNEMENT DE LA BOBINE

##### II-1-1 - Vase à azote liquide (figure II.1)

Ce vase sert d'écran thermique entre le bain d'hélium et la température ambiante. Il est fixé au sol par trois brides (10) et supporte tout le montage. Il est constitué par deux tubes concentriques en acier inoxydable (1) (2) ayant respectivement 3 mm et 1 mm d'épaisseur, et 255 mm et 229 mm de diamètre. Le charbon actif (3) permet de maintenir un vide de quelques  $10^{-6}$  pendant une longue période.

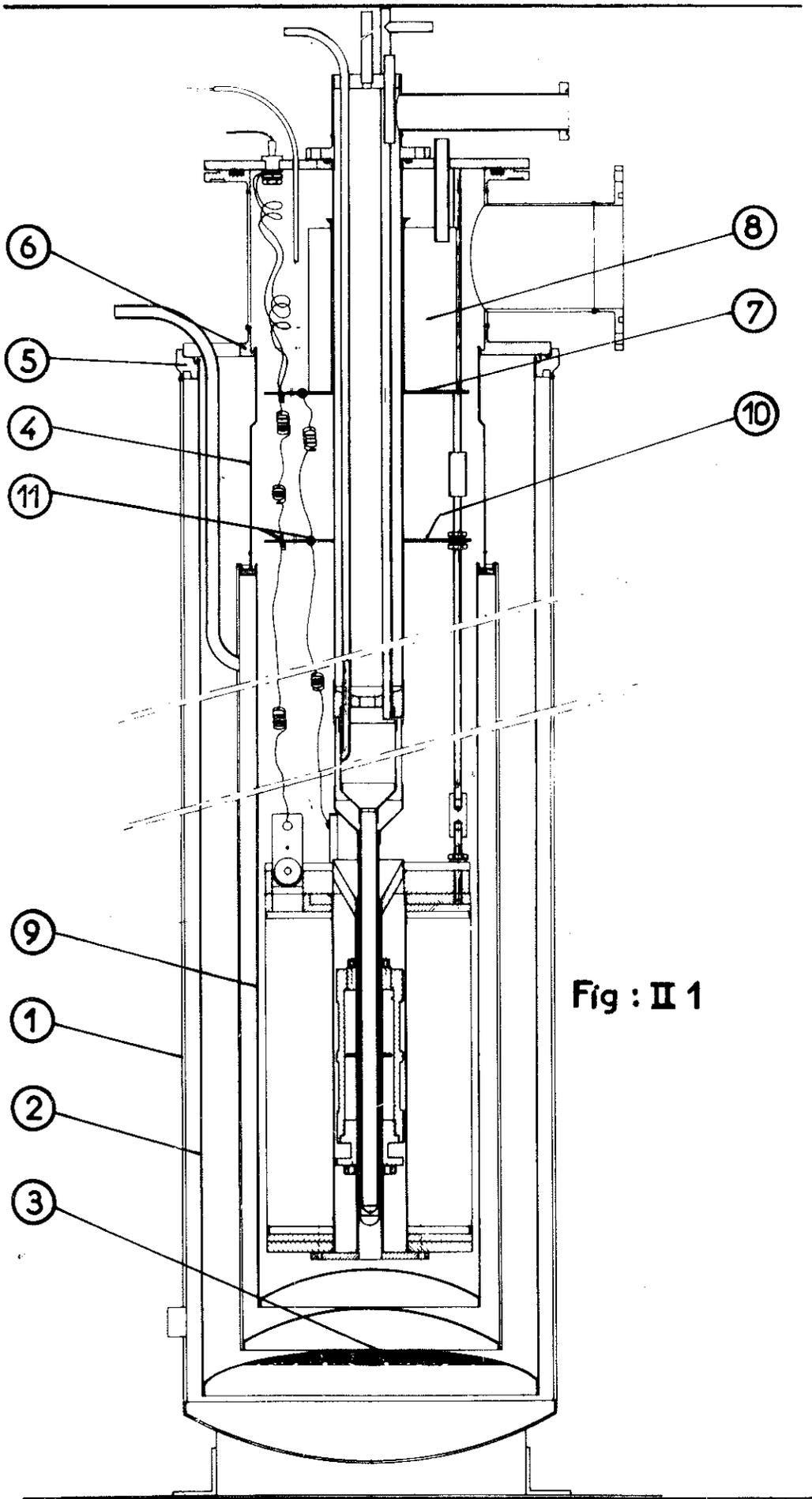


Fig : II 1

Le bilan des pertes théoriques est le suivant :

- par conduction entre l'ambiante et la température de l'azote le long des tubes (2) et (4) :  $W = 13,5 \text{ W}$ ,
  - par rayonnement à travers la paroi de vide :  $W = 7,6 \text{ W}$ ,
- soit au total  $20,6 \text{ W}$  qui vaporisent  $0,45$  litre d'azote liquide par heure.

### 11-1-2 - Le vase à hélium liquide

#### 11-1-2-1 - Description

Le vase d'hélium repose sur le vase d'azote par l'intermédiaire des brides (5) (6). Le tube intérieur (9) de la paroi de vide a une très faible épaisseur ( $0,3 \text{ mm}$ ) pour limiter la conduction thermique. Un écran (7), maintenu à la température de l'azote liquide grâce à la réserve (8) divise la puissance rayonnée par la tête de vase vers le bain d'hélium dans un rapport de l'ordre de  $(300/80)^4 = 200$ .

#### 11-1-2-2 - Bilan des pertes

Les pertes par rayonnement entre  $80 \text{ K}$  et  $4,2 \text{ K}$  à travers la paroi de vide d'une part et à partir de la tête de vase d'autre part s'élèvent à  $(48 + 28)10^{-3} = 8.10^{-2} \text{ W}$ , celles par conduction le long de  $30 \text{ cm}$  du tube (9) à  $0,15 \text{ W}$ . Au total les pertes propres au vase correspondent à une consommation de  $0,32 \text{ l}$  d'hélium par heure. De plus, il faut tenir compte :

- de la conduction le long des 3 tiges de  $1 \text{ m}$  de long qui supportent la bobine de champ :  $6.10^{-3} \text{ W}$ ,
- des pertes du à la présence de l'anticryostat,
- des pertes occasionnées par les amenées de courant.

Lock<sup>(201)</sup> a montré que pour du cuivre moyen les amenées de courant optimales devaient satisfaire entre  $80 \text{ K}$  et  $4,2 \text{ K}$  à la relation  $\frac{l \cdot I}{A} = 5.10^{-5}$ ,  $l$  étant la longueur exprimée en  $\text{cm}$ ,  $I$  l'intensité en ampère parcourant le conducteur et  $A$

sa section en  $\text{cm}^2$ . Pour une intensité de 70 A, nous trouvons une section optimale  $A = 1,75 \cdot 10^{-2} \text{ mm}^2$ . Nous employons un fil de cuivre écroui de 15/10 mm de diamètre ( $A = 1,77 \cdot 10^{-2} \text{ mm}^2$ ). L'apport thermique est alors de 1,1 mW/A, soit 77 mW pour 70 A. Lock suppose les échanges thermiques entre le conducteur et les vapeurs d'hélium idéaux, ce qui n'est jamais le cas ; aussi pour les améliorer nous avons disposé trois ailettes de cuivre électriquement isolées et thermiquement liées au conducteur par des rondelles d'oxyde de béryllium fritté ( $\text{BeO}$ ), métallisées en surface (11).

Pratiquement, les pertes relevées sont de l'ordre de 0,6 litre d'hélium liquide par heure.

## 11-2 - LE CRYOSTAT INTERIEUR

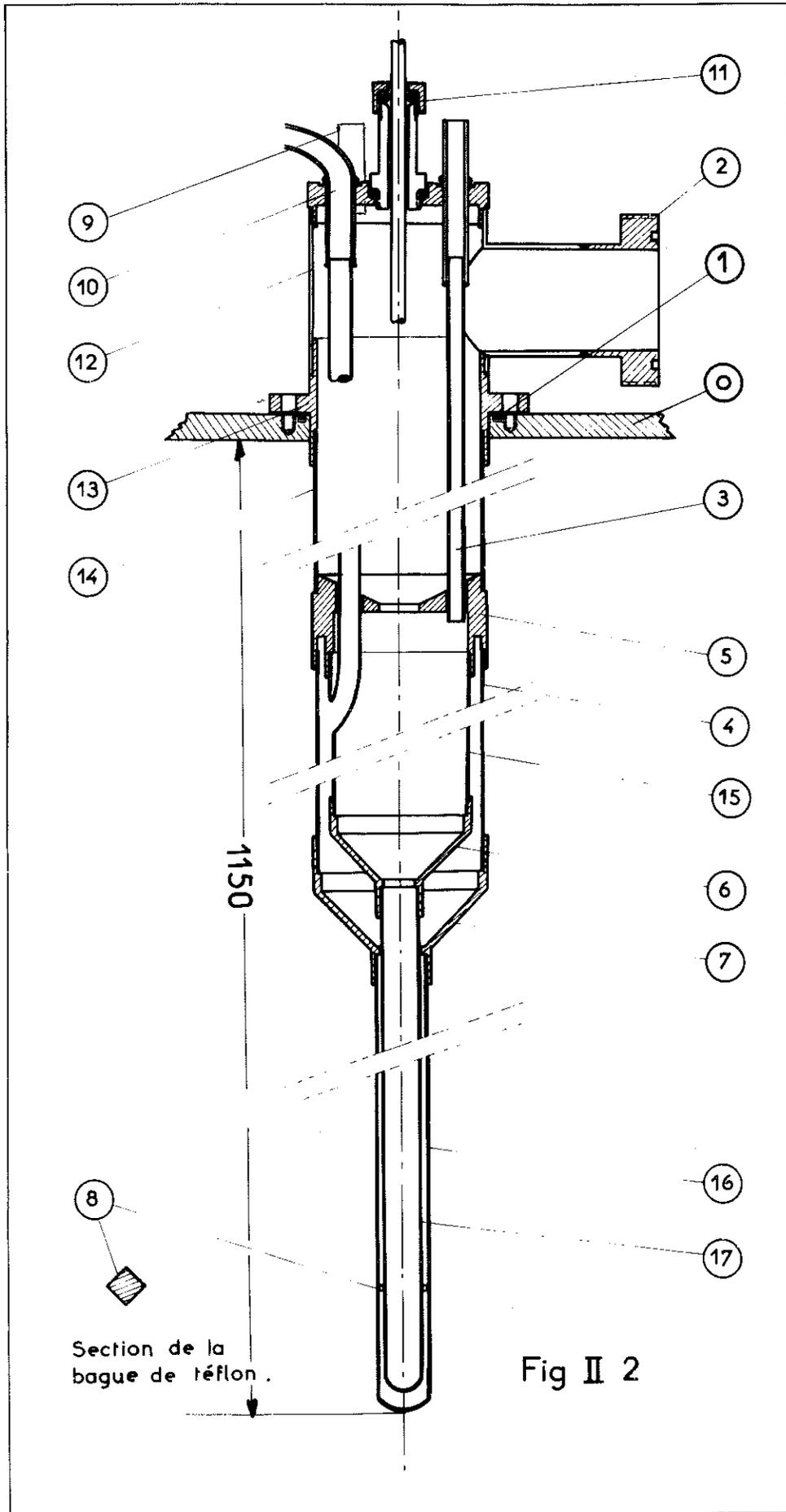
Ce vase doit permettre une variation thermique de l'échantillon par pompage sur un bain d'hélium liquide de volume réduit et placé lui-même dans un bain d'hélium, ce qui entraîne des pertes faibles et permet d'obtenir des températures basses (1,2 K) avec un faible débit de pompage.

### 11-2-1 - Description

Le cryostat est fixé à la tête du vase He (0) par 6 vis. L'étanchéité est assurée par un joint torique (1).

L'orifice de pompage (2) a un diamètre important ( $\emptyset = 28 \text{ mm}$ ). La pression sur l'hélium est prise au niveau du bain par l'intermédiaire d'un tube (3), (en acier inoxydable 5 mm x 6 mm), qui sert également de passage à une sonde de détection de niveau d'hélium.

Le tube extérieur (4) est en laiton, il permet de fixer à 4,2 K la température de la bride (5) également en laiton : toute l'énergie apporté par conduction et rayonnement depuis l'ambiante est alors dissipée dans le bain extérieur.



Le centrage de la queue du vase se fait par l'intermédiaire des cônes (6) et (7) et grâce à une bague en téflon (8).

Outre la prise de pression, la tête de vase comporte un passage pour le siphonnage de l'hélium liquide (9), une sortie pour pomper sur la double paroi (10). Un système étanche (11) permet l'introduction des échantillons.

#### 11-2-2 - Bilan des pertes

Les pertes par conduction et par rayonnement entre l'ambiante et la bride de laiton à 4,2 K sont dissipées dans le bain extérieur. Elles correspondent à  $44,1 \cdot 10^{-3}$  W par conduction, celles par rayonnement sont négligeables.

Les pertes dissipées dans le bain à 1,3 K sont très faibles :

- par conduction depuis 4,2 vers 1 K :  $13 \cdot 10^{-6}$  W,
- par rayonnement à travers la double paroi : de l'ordre de  $10^{-8}$  W.

## CHAPITRE III

### METHODE DE MESURES

On montre que lors d'un déplacement d'un moment magnétique  $\sigma$  le long de l'axe d'une spire de mesure la force électromotrice induite est proportionnelle à ce moment et à sa vitesse de déplacement  $v$  :  $e(t) = - \frac{d\phi}{dt} = A \sigma v$ ,  $A$  ne dépend que de la distance du moment au centre de la bobine (figure III.1). Si l'on déplace le moment entre deux positions M et N l'intégrale de  $e(t)$ , ne dépend que de  $\phi_M - \phi_N$  et est proportionnelle au moment  $\sigma$

$$\int_{t_M}^{t_N} e(t) dt = \phi_M - \phi_N = \alpha \sigma$$

Le système de mesures va donc comprendre une bobine de détection et un fluxmètre. Notre fluxmètre est un voltmètre numérique intégrateur.

#### III-1 - BOBINE DE MESURES

##### III-1-1 - Principe

Pour une précision donnée  $\Delta\phi$  du fluxmètre, la sensibilité de la mesure sera d'autant meilleure (c'est-à-dire  $\Delta\sigma$  d'autant plus petit) que  $\alpha$  sera grand.

Rebouillat a montré que  $\alpha = K(z_M) - K(z_N)$  où  $K(z)$  est le coefficient de champ de la bobine de mesure ( $K(z)$  est défini chapitre I) :  $\phi_M - \phi_N = (K_{(M)} - K_{(N)})\sigma$ .  $\sigma$  est induit

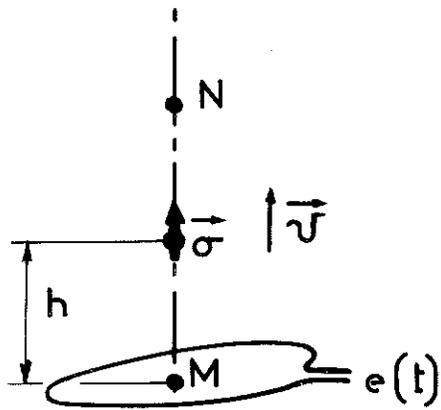


Fig: III 1

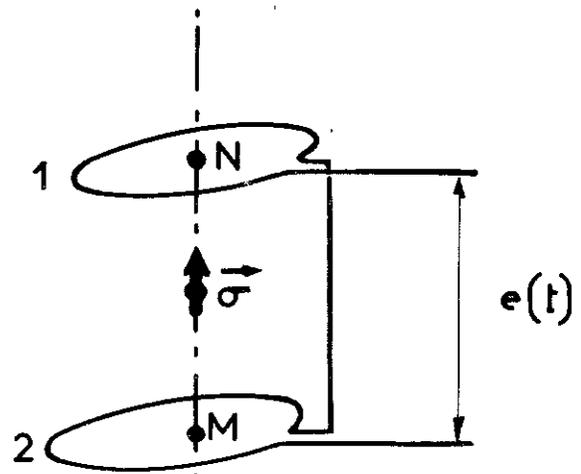


Fig: III 2

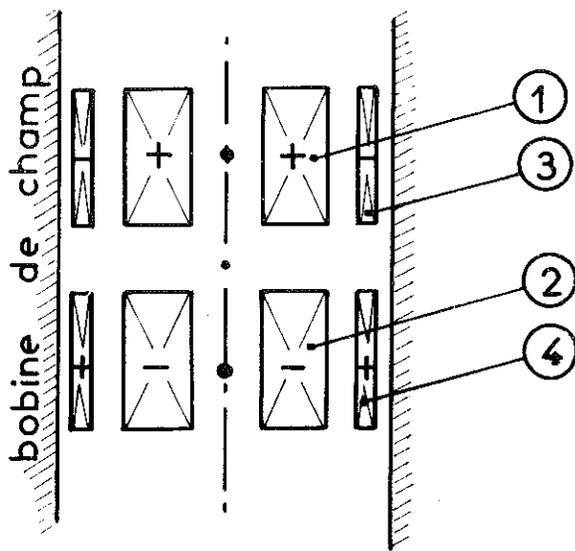


Fig: III 3

les quatres bobines  
sont branchées en série  
en respectant les signes  
indiqués .

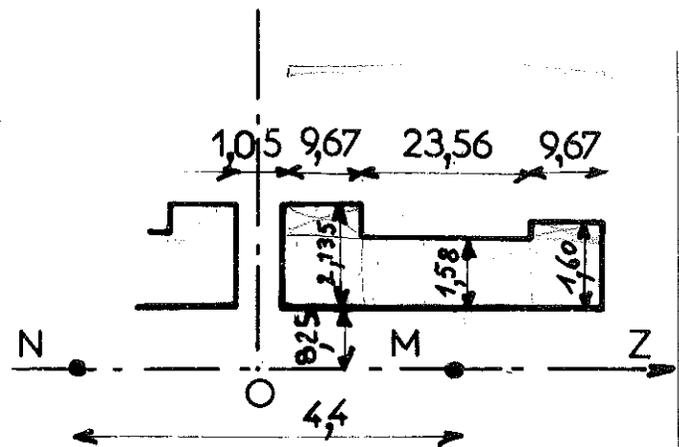


Fig: III 4

Schéma du bobinage  
de mesures

par le champ magnétique ; si l'on veut que  $\sigma$  soit constant au cours de la mesure il faut que M et N se trouvent sur le palier de champ de la bobine. La course d'extraction est donc définie par l'homogénéité de celle-ci ( $MN < 4,5$  cm). Pour augmenter la valeur de  $\alpha$  on déplace l'échantillon entre les centres de deux bobinages (1) et (2), montés en série opposition (figure III.2)

$$\alpha = [K_{1(M)} - K_{2(M)}] + [K_{2(N)} - K_{1(N)}]$$

avant de poursuivre le calcul, il faut faire quelques remarques d'ordre pratique :

- L'échantillon est situé dans un porte-échantillon vissé à l'extrémité d'une tige de plexiglass de 6 mm de diamètre et de plus d'un mètre de long. La longueur de la tige varie avec le niveau d'hélium dans le cryostat si bien que les points M et N sont appelés à légèrement se déplacer au cours d'une manipulation.
- L'extraction se fait à l'aide d'un vérin pneumatique ; la course d'extraction étant définie par déplacement de deux butées sans jeu et n'occasionnant pas de rebondissement (Rebouillat).

Le centrage des échantillons dans les bobines de mesure sera d'autant plus facile et constant dans le temps que le positionnement des points M et N sera peu sensible sur la mesure.

En d'autres termes, il faut déterminer la géométrie des bobines, de telle sorte que  $K_1 - K_2$  ait une valeur constante autour des positions théoriques de M et de N.

Si les deux bobinages sont identiques :  $\alpha = 2(K_M - K_N)$

### III-1-2 - Influence de l'aimant supraconducteur sur la mesure

Rebouillat a montré que le déplacement de l'échantillon induit dans les premières couches du bobinage supraconducteur une nouvelle répartition des vortex, qui s'établit avec une constante de temps non négligeable (de l'ordre de 100 s). Le déplacement de ces quanta de flux perturbe la mesure. Des mesures reproductibles ne sont obtenues qu'après un régime transitoire de plusieurs dizaines d'extractions régulièrement espacées. Des bobines de compensation fortement couplées avec le supraconducteur (c'est-à-dire proches du bobinage) montées en opposition avec le bobinage de mesure principal (figure III.3) permettent d'atténuer le phénomène. Expérimentalement un rapport de 50 % entre les surfaces des deux bobinages (principal et compensateur) donne des résultats satisfaisants.

### III-1-3 - Calculs

Afin d'obtenir des bobines de mesures à carte de champ homogène, nous opérons comme suit :

- Dans un premier temps, à partir des tableaux (I.3), nous cherchons une demi-bobine principale (1) ayant une carte de champ homogène au 4e ordre.
- Dans un second temps, nous modifions la géométrie ainsi obtenue de telle manière que la prise en compte de la deuxième demi-bobine (2) ne modifie pas la carte de champ.
- Le calcul est ensuite affiné en introduisant les bobinages de compensation (3) et (4).

Le bobinage est effectué à l'aide d'un fil de cuivre émaillé de 35  $\mu$  de diamètre (44  $\mu$  sur émail). Le calcul conduit à une bobine dont la géométrie est définie figure III.4. Les compensations sont constituées par 3 couches de fil de cuivre de 50  $\mu$  de diamètre bobinées sur un diamètre de 45 mm.

### III-1-4 - Réalisation (figure III.5)

Le mandrin (1) est en plexiglass. Les deux demi-bobines comprennent respectivement 47 577 et 47 567 spires réparties en 60 couches. Les connections extérieures sont effectuées à l'aide d'un fil de cuivre isolé de  $0,5 \text{ mm}^2$  de section (2), les soudures entre celui-ci et le fil de  $35 \mu$  sont insérées dans une gorge (4) prévue à cet effet et immobilisées par collage (5). Le bobinage (6) lui-même est protégé par un ruban de téflon (7) ; les encoches (8) sont également en téflon. Les trois couches de compensation (9) sont bobinées sur un deuxième mandrin (10) vissé sur le premier. La résistance totale est de  $103\,770 \Omega$  à l'ambiante et de  $890 \Omega$  à l'hélium.

### III-1-5 - Carte de champ - Discussion

L'homogénéité des bobines de mesure est étudiée par extraction d'un moment magnétique entre le centre d'une demi-bobine et un point quelconque de l'axe. La figure III.6 montre l'influence des compensations sur la carte de champ théorique ; l'étude comparée de celle-ci et la carte mesurée indique que l'accord est satisfaisant (figure III.7).

La bobine de mesure décrite n'est pas la seule réalisée. En effet, l'expérience montre qu'il existe un vieillissement des bobinages réalisés à l'aide d'un fil de  $35 \mu$ .

Ce phénomène, qui se traduit par l'apparition d'une instabilité dans les mesures après plusieurs manipulations, a déjà été observé par Rebouillat et devra être étudié de façon plus systématique. Il faudra mettre en évidence entre autre : le rôle de la valeur élevée de la résistance du bobinage, le rôle des contraintes thermiques à chaque mise en froid, celui des cycles de champs et des brusques variations de flux qui accompagnent les transitions du bobinage supraconducteur. Il

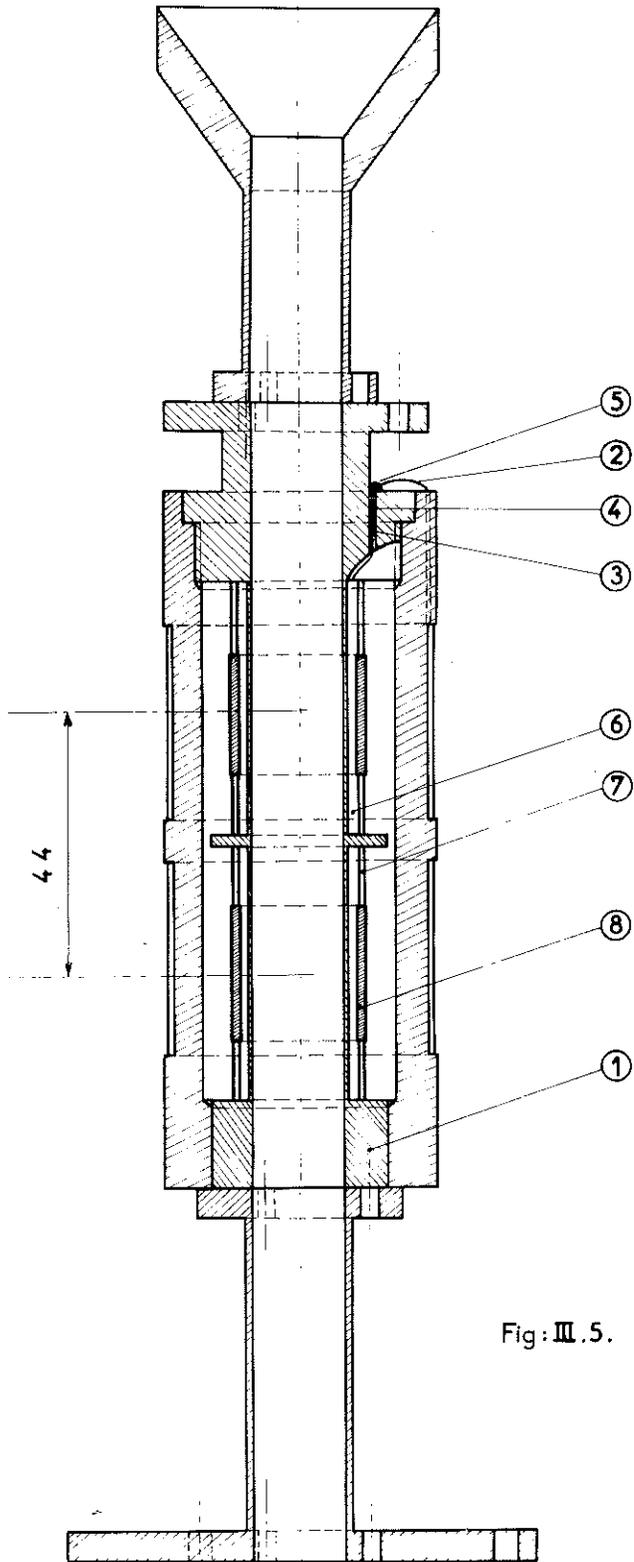


Fig: III. 5.

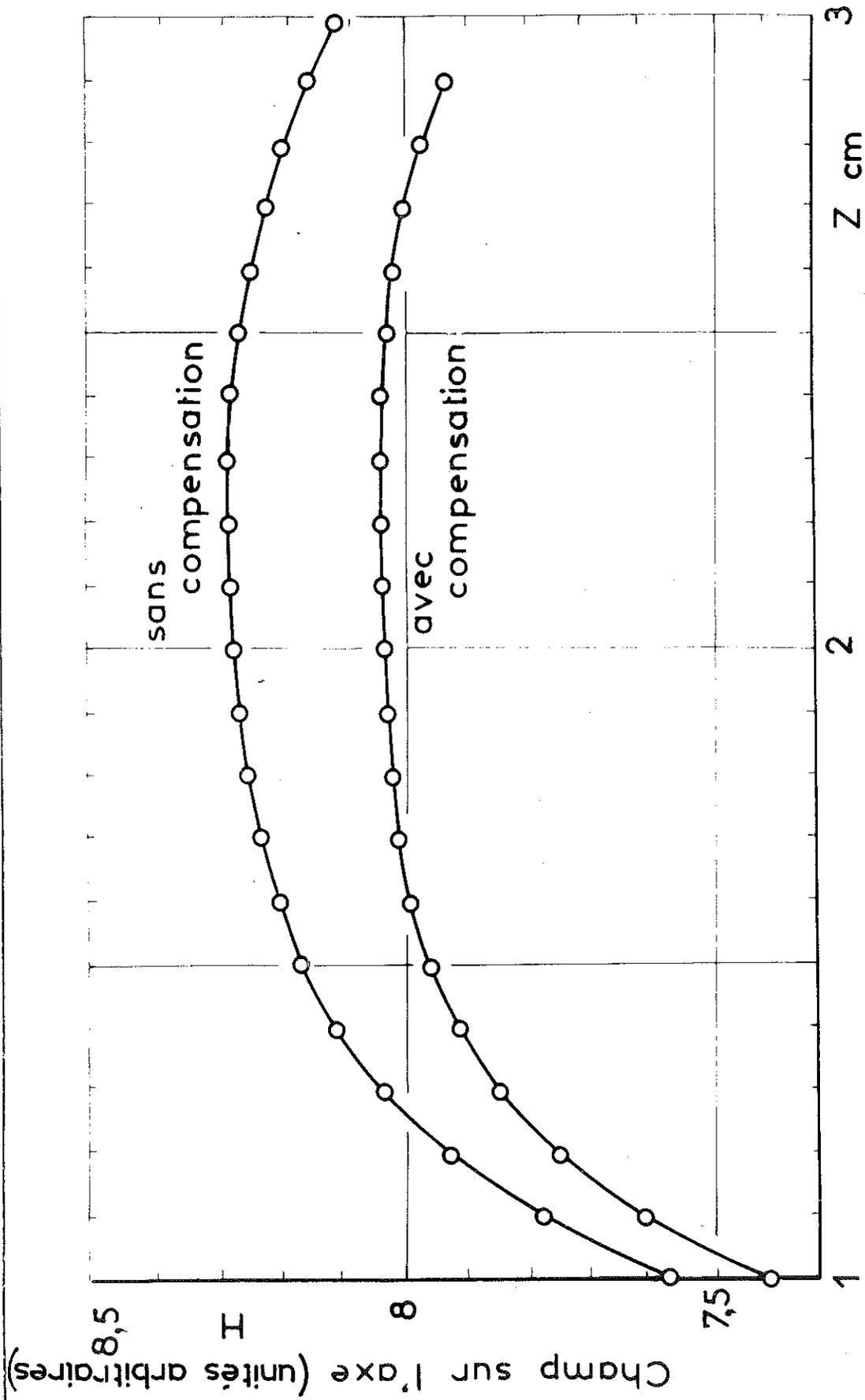


Fig: III 6 Carte de champ théorique des bobines de mesures

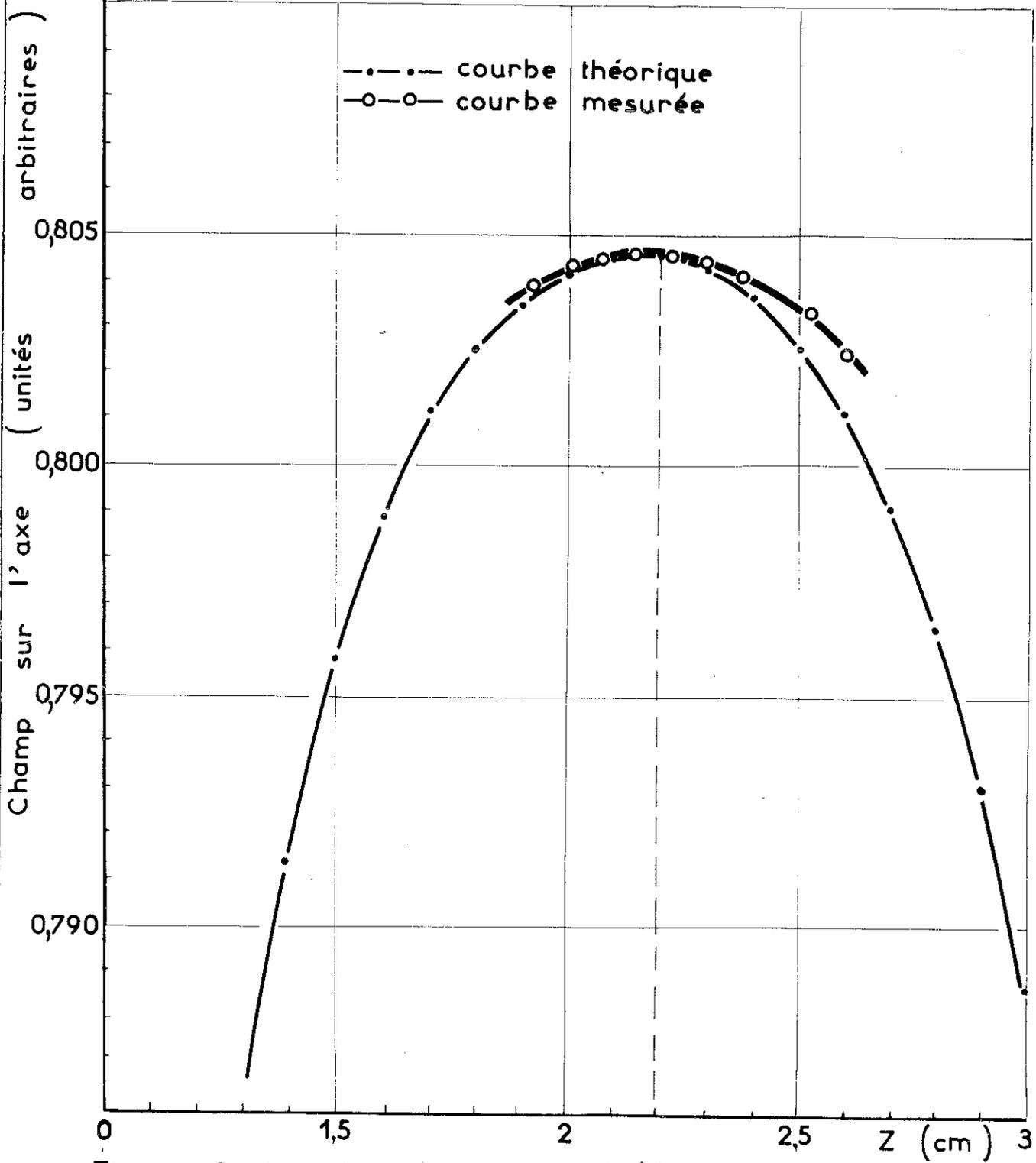


Fig: III 7 Carte de champ des bobines de mesures

faudra également expliquer l'accroissement du bruit de fond sur certaines gammes du voltmètre Intégrateur.

Une première bobine à encoche interne deux fois plus sensible, mais beaucoup plus résistive (182 000  $\Omega$ ) n'a permis de faire que les premiers essais et étalonnages. Elle a été rebobinée à l'aide d'un fil de 50  $\mu$  et certaines des mesures données par la suite ont été effectuées à l'aide de celle-ci.

### III-2 - LF FLUXMETRE

Le fluxmètre utilisé est un voltmètre numérique intégrateur du type VIDAR 520. Son principe est le suivant :

un convertisseur tension-fréquence transforme la tension d'entrée en impulsions de fréquences proportionnelles à l'amplitude de celle-ci. Les contributions des parties positives et négatives de la tension d'entrée peuvent être recueillies séparément sur deux sorties différentes, elles sont comptées par un compteur monodirectionnel : cet ensemble ne permet pas l'intégration vraie d'un signal de part et d'autre du "0" de tension en particulier un bruit "blanc" présente une intégrale non nulle\*.

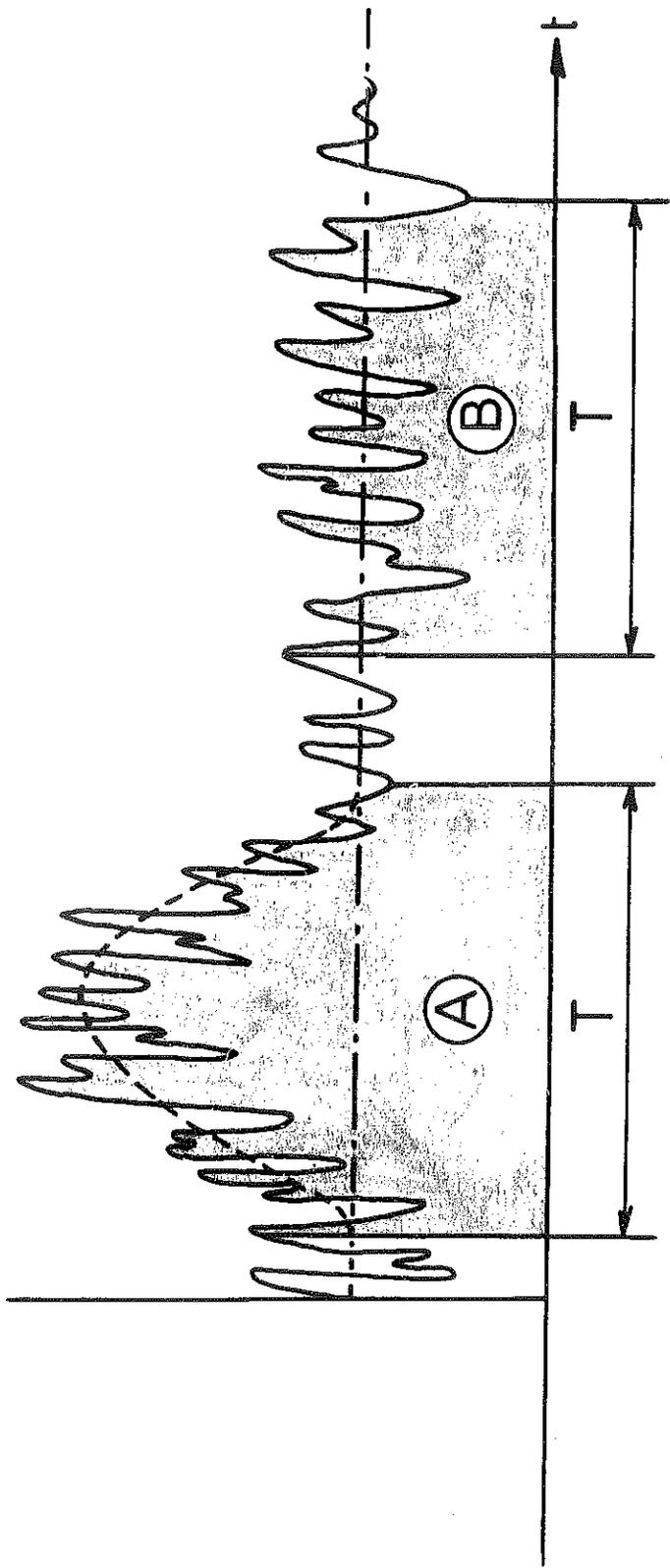
L'emploi d'une tension superposée de valeur supérieure à la valeur crête du bruit permet de masquer celui-ci. L'intégrale recherchée est obtenue en retranchant la part de la tension superposée

$$\phi = A - B$$

figure III.8

L'importance du bruit ne nous a pas permis de travailler sur une gamme du voltmètre inférieure à 1000,00 mV ; la sensibilité en flux est alors de 200 maxwells. Suivant les échantillons, nous avons utilisé un temps d'intégration de 1,6 s ou 3,2 s.

\* Dans le VIDAR 521, le même convertisseur associé à un compteur bidirectionnel permet cette intégration.



----- Signal à intégrer = V

- . - . - Tension superposée = V<sup>sup</sup>.

Bruit de fond = V<sub>B</sub>

Fig: III 8

$$A = \int_T (V + V_{sup} + V_B) dt \quad \int_T V dt = A - B$$

$$B = \int_T (V_{sup} + V_B) dt$$

Un commutateur automatique de voies (VIDAR 604) permet de faire successivement les mesures A et B ; pour chaque série de mesures, on enregistre la valeur de l'intensité dans la bobine de champ, de l'étalon interne du voltmètre ( $\pm 1$  V). Toutes ces mesures peuvent être recueillies sur une machine à écrire et une perforatrice. Le système complet d'acquisition de données est schématisé sur la figure (III.9) et décrit par Rebouillat.

### III-3 - PRECISION ABSOLUE ET RESOLUTION DES MESURES

Nous distinguons la précision absolue de la résolution car si l'on ne peut déterminer la valeur absolue des moments magnétiques qu'avec une précision relativement faible, la grande résolution de l'appareillage permet d'enregistrer de faibles variations de l'aimantation.

#### III-3-1 - Précision absolue

La précision absolue des mesures dépend essentiellement de deux facteurs.

##### III-3-1-1 - Etalonnage des bobines de mesures

Cet étalonnage est effectué par extraction d'une sphère monocristalline de nickel. La courbe obtenue (figure I.14) : permet de chiffrer à 158 700 digits la valeur indiquée par le voltmètre pour le moment à saturation du nickel. Ce dernier est donné à 4,2 K (301) avec une précision relative de  $5 \cdot 10^{-4}$  :  
 $\sigma_s = 58,53$  u.e.m./g. La masse de notre échantillon est estimée à  $m = 2,33622$  à 1/100 de mg. Le moment magnétique total ( $M = m \cdot \sigma_s$ ) est donc lui-même connu avec une précision de  $5 \cdot 10^{-4}$

$$M = 136,5 \text{ u.e.m.}$$

La sensibilité des bobines de mesures est donc  $8,60 \cdot 10^{-4}$  u.e.m./di (les caractéristiques des différentes bobines réalisées sont résumées dans le tableau III.1).

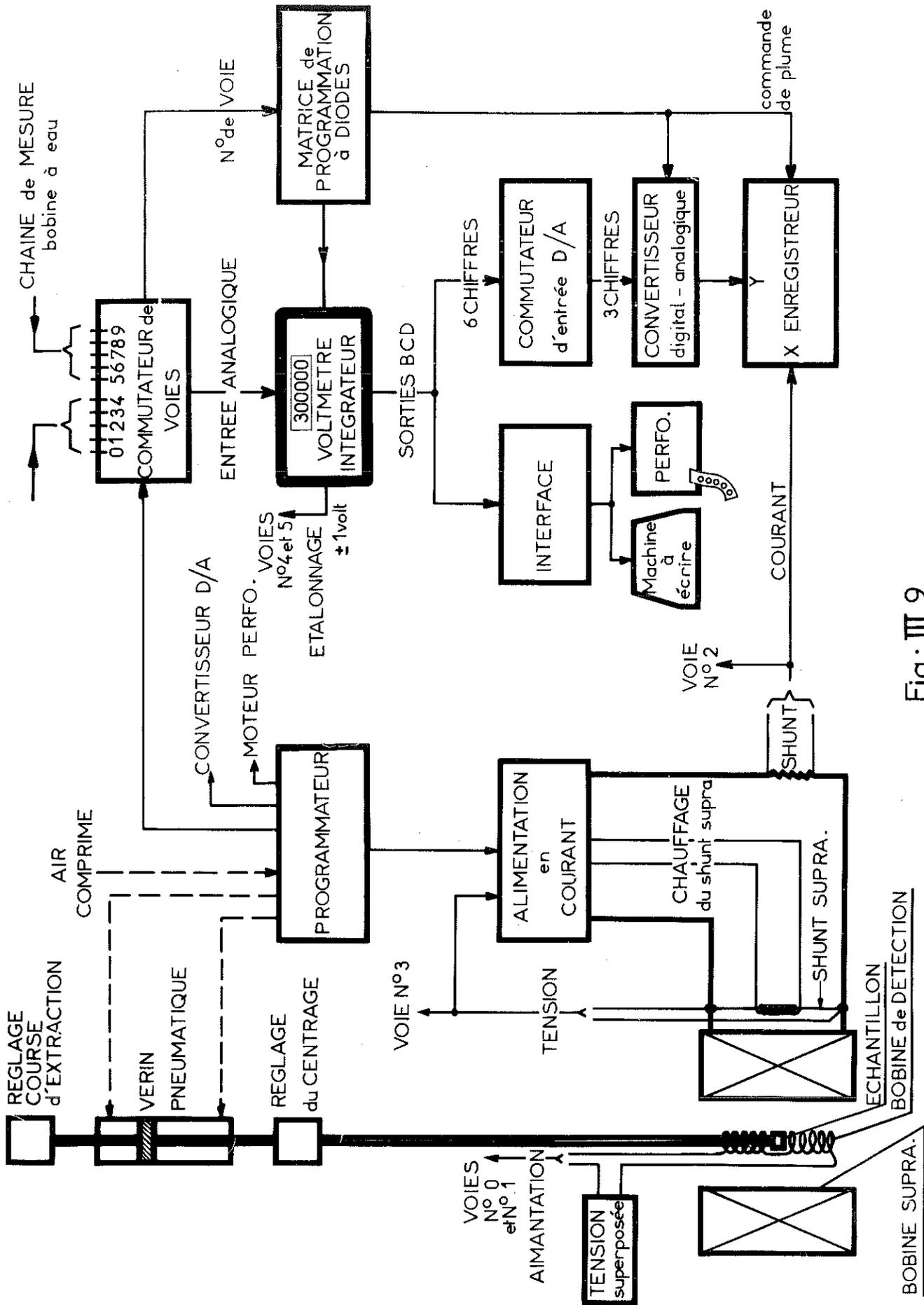


Fig: III 9

T A B L E A U III.1

bobines	I		II
fil utilisé	35 $\mu$	50 $\mu$	35 $\mu$
Résistance T = 4,2 K	1435 $\Omega$	360 $\Omega$	890 $\Omega$
Nombre de spires par demi-bobine	63 120 $\pm$ 100	32 220 $\pm$ 60	47 572 $\pm$ 5
Course d'extraction	40 mm	40 mm	44,5 mm
sensibilité u.e.m./digit	5,97.10 <sup>-4</sup>	12,42.10 <sup>-4</sup>	8,6.10 <sup>-4</sup>

III-3-1-2 - La précision absolue du voltmètre  
entre deux étalonnages

Le constructeur donne une précision absolue meilleure que  $10^{-4}$  de la pleine échelle, soit 10 digits (pour le nickel nous avons 150 000 digits, ce qui correspond à une précision de  $1/15\ 000 < 10^{-4}$ ).

III-3-2 - Résolution

La résolution ne dépend que de la reproductibilité des mesures qui expérimentalement est de l'ordre de  $\pm 3$  digits ( $\pm 1$  digit d'ambiguïté numérique sur la tension superposée et  $\pm 2$  digits sur la mesure proprement dite).

Pour pouvoir assurer une telle résolution et étudier de faibles variations de l'aimantation il faut tenir compte d'une éventuelle dérive de l'électronique, en particulier du convertisseur tension-fréquence, à cet effet nous enregistrons en permanence la valeur de l'étalon interne du VIDAR (stable à  $10^{-6}$  sur 6 mois) et nous corrigeons la mesure de la dérive enregistrée.

## C H A P I T R E    I V

### ETUDE DE LA COURBE D'AIMANTATION D'UN MONOCRISTAL

#### DE FER-SILICIUM A 4,2 K

#### IV-1 - INTRODUCTION

Les propriétés du fer métallique et de ses alliages ont fait l'objet de nombreuses études tant théoriques qu'expérimentales. Notre propos est d'illustrer les possibilités du montage réalisé ; pour cela nous avons étudié la courbe d'aimantation d'un monocristal de fer contenant 5 % en masse de silicium. Nous rappelons qu'à basses températures le fer cristallise dans une structure cubique corps centré<sup>(401)</sup> ; le silicium se substitue à l'atome de fer en  $(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2})$  tant que sa teneur ne dépasse pas 25 % en masse.

Le monocristal utilisé est taillé en forme de sphère, sa masse est de  $3,39777 (\pm 2 \cdot 10^{-5})$ g. L'échantillon est collé, après orientation aux rayons X, dans un porte-échantillon de telle sorte que le champ magnétique soit appliqué parallèlement à un axe cristallographique  $[100]$ . Les différents axes  $[100]$  sont de facile aimantation.

La courbe de variation de l'aimantation M en fonction du champ extérieur (figure IV.1) se décompose en trois régions distinctes.

- En champ faible (région 1), l'aimantation est proportionnelle au champ : c'est la zone de déplacement des parois de Bloch. Cette variation linéaire de M se poursuit jusqu'à un champ  $H_A$ .

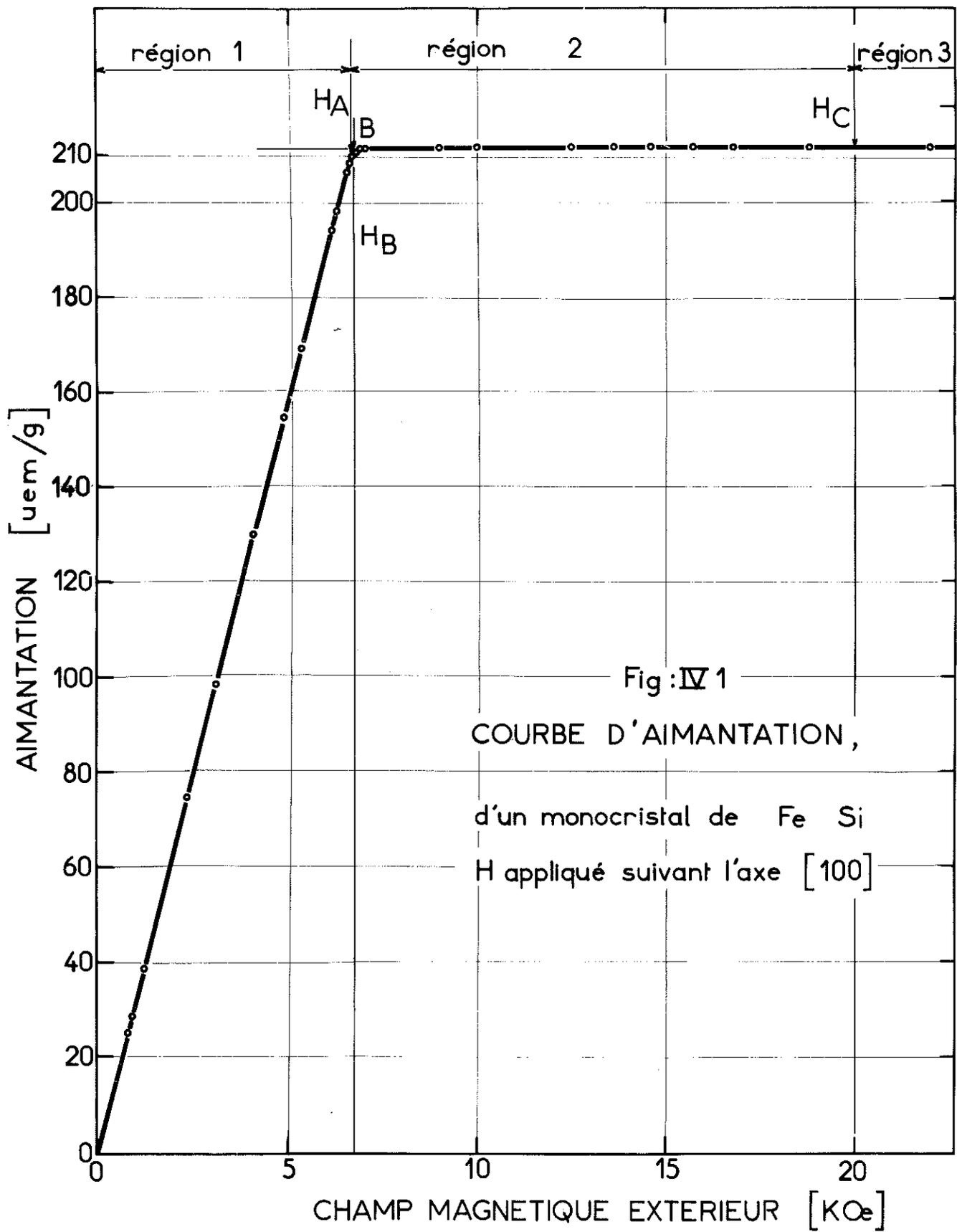


Fig:IV 1

COURBE D'AIMANTATION,

d'un monocristal de Fe Si

H appliqué suivant l'axe [100]

- A partir de  $H_A$  la courbe d'aimantation s'écarte de cette droite (région 2) ; c'est la zone de rotation de l'aimantation qui vient s'aligner avec la direction du champ (figure IV.2).
- En champ plus intense ( $H > H_B$ ) on observe une susceptibilité superposée constante  $\chi = 6,47 \cdot 10^{-6}$  u.e.m./g.Oe, la courbe est de nouveau linéaire (figure IV.2)

#### IV-2 - REGION 1 : DROITE DE CHAMP DEMAGNETISANT

Tant que  $H < H_A$  (figure IV.1) la linéarité de la courbe d'aimantation s'interprète facilement par la théorie des phases développée par Néel<sup>(402)</sup>.

En champ nul six phases cohabitent dans l'échantillon, chacune des phases possède une aimantation dont la direction est parallèle ou antiparallèle aux 3 axes [100]. Lorsque le champ magnétique appliqué suivant un de ceux-ci augmente, on observe une croissance de la phase dont l'aimantation est parallèle à celui-ci, aux dépens des autres phases. Les volumes respectifs des phases sont tels que le champ magnétique interne reste nul : le champ démagnétisant  $H_d$  compense alors exactement le champ appliqué. Si  $N$  est le coefficient de champ démagnétisant :

$$\vec{H}_i = 0 = \vec{H}_e + \vec{H}_d$$

$$\vec{H}_d = - \vec{H}_e = - N\vec{M}$$

dans le cas d'un échantillon sphérique, il vient :

$$\vec{M} = \frac{3}{4\pi} \vec{H}_e$$

lorsque  $H_e > H_A$  le champ magnétique interne n'est plus nul.

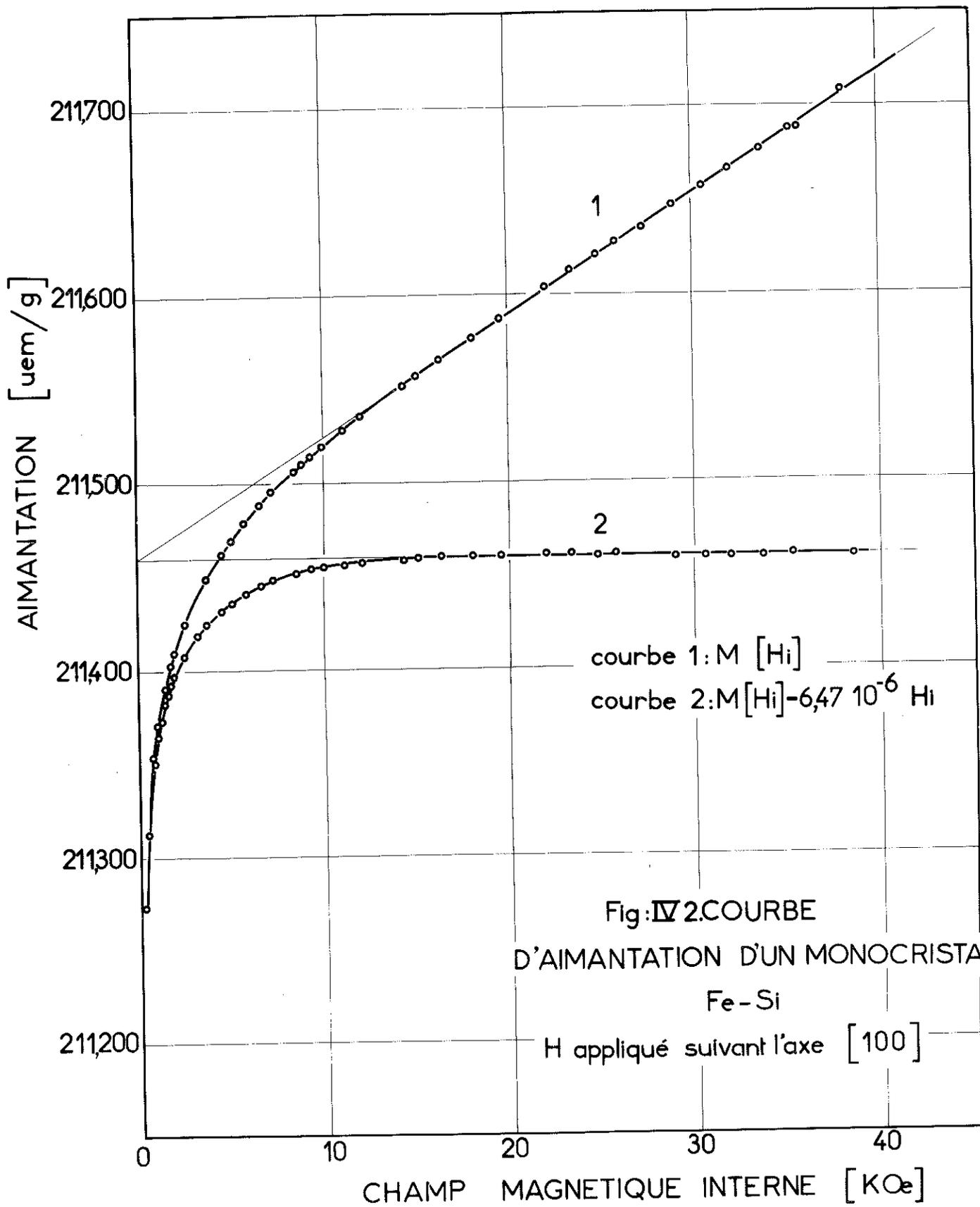


Fig:IV 2.COURBE  
 D'AIMANTATION D'UN MONOCRISTAL  
 Fe-Si  
 H appliqué suivant l'axe [100]

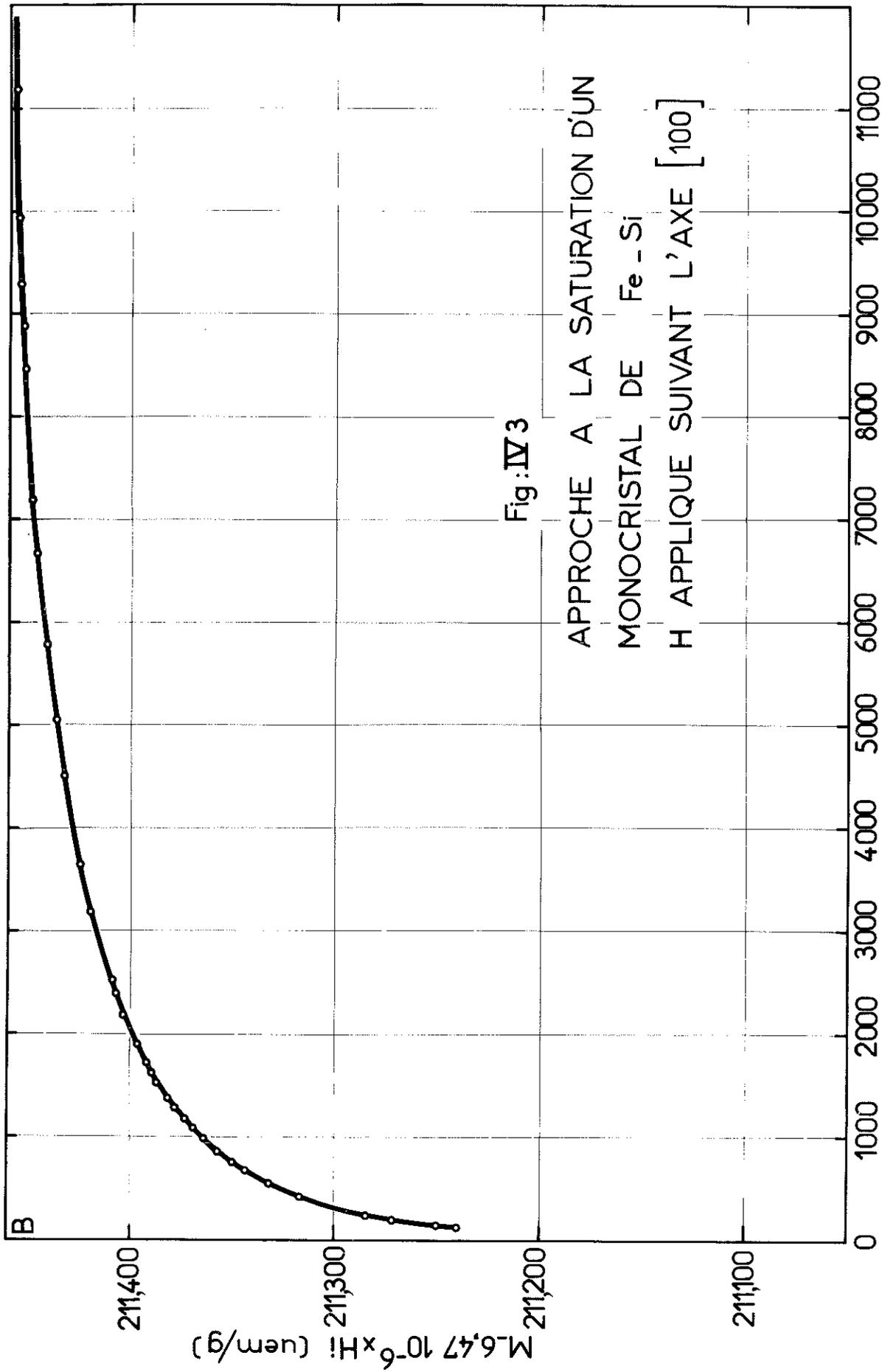


Fig: IV 3

APPROCHE A LA SATURATION D'UN  
 MONOCRISTAL DE Fe - Si  
 H APPLIQUE SUIVANT L'AXE [100]

CHAMP MAGNETIQUE INTERNE  $H_i$  (Oe)

Du point de vue théorique si le monocristal est parfait et si l'alignement du champ et de l'axe [100] est rigoureux ce processus d'aimantation se poursuit jusqu'au point B, intersection des asymptotes à la courbe ; on a alors :

$$M_S = \frac{3}{4\pi} H_B ;$$

$M_S$  est l'aimantation spontanée, elle est exprimée en u.e.m./cm<sup>3</sup> et  $H_B$  en Oersted. La grandeur directement accessible par la mesure est l'aimantation exprimée en u.e.m./g. On a :

$$M_S = 211,46 \text{ u.e.m./g (figure IV.2)}$$

$$H_B = 6435 \text{ Oe.}$$

on peut donc déduire la densité de l'échantillon à 4,2 K

$$d = \frac{\frac{3}{4\pi} H_B}{M_S (\text{uem/g})} = 7,72 \pm 0,01 \text{ g/cm}^3.$$

#### IV-3 - REGION 2 : ROTATION DE L'AIMANTATION (figure IV.3)

Pratiquement le point B n'est pas atteint, l'approche à la saturation va se faire alors par rotation de l'aimantation. Cette rotation est due à un mauvais alignement de l'aimantation avec le champ les causes de ce non-alignement sont multiples ; nous allons essayer d'en examiner quelques unes.

- les ondes de spins : nous montrerons dans l'étude de la région 3 qu'à 4,2 K cette contribution reste très faible.
- existence d'un angle  $\phi$  entre l'axe [100] et le champ : on peut calculer simplement la loi de variation de M ; pour cela nous supposons  $\phi$  petit,  $H_e$  suffisamment fort pour qu'il n'existe qu'un domaine, et nous ne tiendrons compte que de  $K_1$ , première constante d'anisotropie, alors

$$\frac{M_S - M}{M_S} = \frac{4K_1^2 \phi^2}{|2K_1 + M_S H_i|^2} = \frac{\phi^2}{|H_i + 640|^2}.$$

- Existence d'une couche polycristalline superficielle : la taille et la manipulation de l'échantillon provoquent un écrouissage en surface. La loi de variation de l'aimantation d'un ensemble de cristallites<sup>(403)</sup> est de la forme  $M_s - M = \frac{a}{H_i^2}$ . Pour diminuer l'importance de cette contribution, nous avons attaqué chimiquement la surface de l'échantillon.
- La contribution la plus importante est vraisemblablement celle due aux défauts cristallins. L'influence des défauts et des déformations du réseau cristallin a été mise en évidence par de nombreux auteurs, soit d'une manière expérimentale<sup>(404-405)</sup> soit théoriquement. Un monocristal possède toujours des dislocations ; celles-ci peuvent introduire une anisotropie locale dans le cristal, la direction de l'aimantation peut alors dévier de celle du champ magnétique au voisinage de ce défaut. Presque toutes les études faites pour différents types de dislocations conduisent à des lois de variation en  $1/H_i$  ou  $1/H_i^2$  (406). Brown<sup>(407)</sup> pour sa part a calculé que  $M_s - M/M_s = a H^{-l/2}$  ; où  $l = 1$  pour des défauts ponctuels,  $l = 2$  pour des défauts linéaires, et  $l = 3$  lorsque l'on observe des défauts plans.

En pratique, la variation observée de  $M - M_s/M_s$  doit être une combinaison des différentes lois décrites. Nos mesures ne nous permettent pas de conclure en faveur d'une loi simple ; toutes les lois expérimentales étudiées (par une méthode de moindres carrés) font intervenir des terme de la forme  $\frac{1}{(H_i + H_0)^n}$  la valeur de  $H_0$  dépend de celle de l'indice  $n$ . Il semble que la loi la plus satisfaisante soit

$$M = 211,508 - \frac{5,3}{(H_i + 340)^{1/2}},$$

L'écart entre cette expression et les points expérimentaux reste inférieur à  $1,6 \cdot 10^{-3}$  u.e.m./g, c'est-à-dire 0,0007 % de l'aimantation, pour des valeurs de  $H_i$  comprises entre 750 et 11000 Oe.

Si l'on ne peut connaître exactement la loi de variation de l'aimantation on peut pour conclure donner un ordre de grandeur de l'énergie nécessaire à "saturer" l'échantillon. Cette énergie est en effet proportionnelle à l'aire comprise entre la courbe, l'assymptote à la saturation et l'axe des ordonnées (aire ombrée courbes IV.2). Cette énergie correspond à 450 erg/g (environ 1500 erg/cm<sup>3</sup>). La figure IV.2 montre que la région 2 se poursuit jusque dans des champs magnétiques intenses de 16 000 Oe.

#### IV-4 - REGION 3 : ETUDE DE LA SUSCEPTIBILITE SUPERPOSEE

---

##### IV-4-1 - Introduction

Les propriétés magnétiques des métaux peuvent être décrites à l'aide de deux formalismes différents ; d'une part un modèle où les spins sont liés aux atomes et d'autre part un modèle de bandes où les électrons porteurs de moment forment un gaz de particules en mouvement dans le cristal. Le ferromagnétisme des métaux de transition de la série du fer trouve son origine dans un remplissage incomplet de la bande 3d<sup>(408)</sup>. Sous l'effet du champ moléculaire les deux demi-bandes à spins ↑ et à spins ↓ sont décalées en énergie, leur remplissage est alors inégal ; les densités d'état au niveau de Fermi sont différentes pour chaque demi-bande (soient  $N_{\uparrow}(E_F)$  et  $N_{\downarrow}(E_F)$ ). La bande 3d du fer a fait l'objet de nombreuses études<sup>(409)</sup>. Nous utiliserons le modèle de bande donné par Wood<sup>(409)</sup>. Wohlfarth<sup>(410)</sup> cite les différentes valeurs du décalage en énergie  $\Delta E$  des deux demi-bandes, trouvées dans la littérature, il en a déduit une valeur moyenne  $\Delta E = 1,4 \pm 0,2$  eV (1 eV =  $1,6 \cdot 10^{-12}$  erg). La région 3 se caractérise par la linéarité de la loi de variation de l'aimantation. La susceptibilité observée est importante  $6,47 \cdot 10^{-6}$  u.e.m./g. Elle est à comparer avec celle du fer pur qui est de l'ordre de  $4,6 \cdot 10^{-6}$  u.e.m./g<sup>(411)</sup>.

Dans la suite de l'exposé nous étudierons les différentes contributions possibles à la susceptibilité  $\chi$  que nous écrirons

$$\chi = \chi_{os} + \chi_p + \chi_{or} + \chi_{dia}$$

chaque fois que cela sera nécessaire par manque d'information, nous nous ramènerons au cas du fer.

#### IV-4-2 - Ondes de spin : $\chi_{os}$

L'étude faite par Dyson<sup>(412)</sup> en supposant les spins localisés aux noeuds d'un réseau de Bravais (ferromagnétique isolant) montre que la contribution des ondes de spins soumises à un champ magnétique  $H$ , à la température  $T$ , suit la loi

$$\frac{m}{m_s} = 1 - c Z_{2/3}(x) \left[ \frac{T}{T_c} \right]^{3/2} - d Z_{5/2}(x) \left[ \frac{T}{T_c} \right]^{5/2}$$

$c$  et  $d$  sont des constantes numériques,  $Z_n(x)$  sont les fonctions de Reiman modifiées :

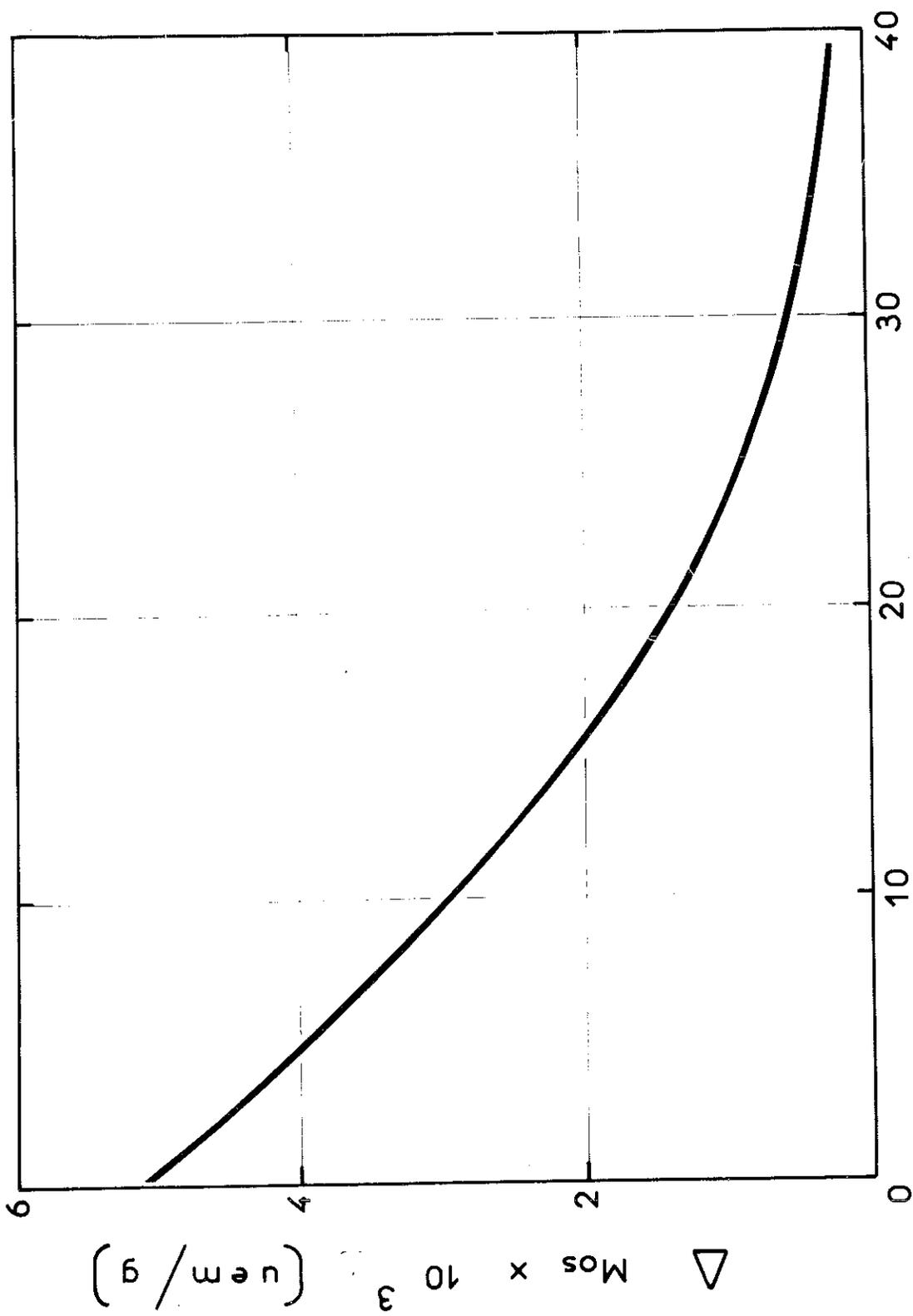
$$Z_n(x) = \sum_{l=1}^{\infty} l^{-n} e^{-lx} \quad \text{et} \quad x = \frac{g \mu_B H}{kT}.$$

Il a d'autre part été montré<sup>(413)</sup> que l'existence de moments localisés n'était pas nécessaire pour introduire des ondes de spins et que celles-ci s'interprètent bien dans un modèle de bandes ; leur contribution suit la même loi de variation (Thompson, Wohlfarth et Bryan<sup>(413)</sup> ont néanmoins introduit un terme correctif que nous négligerons).

Pour effectuer nos calculs nous utilisons les valeurs de  $c$  et  $d$  données par Argyle, Charap et Pugh<sup>(414)</sup> sur un monocristal de fer à 5,6 % de silicium (ces coefficients sont obtenus à partir de la variation thermique de  $m/m_s$ ),

$$c = 5,5 \pm 0,3 \cdot 10^{-12}$$

$$d = 3 \pm 3 \cdot 10^{-12}.$$



CHAMP MAGNETIQUE INTERNE (K Oe)

Fig: IV4 Contribution des ondes de Spins à l'aimantation  $T = 4,2$  K

La valeur de H qui entre dans l'expression de x correspond au champ effectif qui agit sur le spin :

$$\vec{H} = \vec{H}_{int} + \vec{H}_a + \vec{H}_L$$

- $\vec{H}_{int}$  = champ intérieur
- $\vec{H}_a$  = champ d'anisotropie,
- $\vec{H}_L$  = champ de Lorentz =  $\frac{4\pi}{3} \cdot \vec{m}$ ,

la variation de m obéit alors à la loi

$$\frac{m}{m_s} \sim 1 - 1,5 \cdot 10^{-5} Z_{\frac{3}{2}}(x).$$

Nous avons représenté figure IV.4, la contribution des ondes de spin à l'aimantation ( $m_s - m = \Delta M_{OS}$ ) en fonction du champ intérieur.

On remarque que :

- a - la contribution est faible et est de l'ordre de grandeur de la résolution des mesures en champ fort  $H > 20$  kOe,
- b - la contribution des ondes de spins à la susceptibilité superposée est négligeable (elle est maximale entre 0 et 10 kOe :  $\chi_{OS} \sim 3 \cdot 10^{-7}$  u.e.m./g).

#### IV-4-3 - Paramagnétisme de Pauli $\chi_p$

Le paramagnétisme de Pauli est dû à la redistribution des états électroniques de chaque demi-bande sous l'effet du champ magnétique appliqué.

La susceptibilité paramagnétique dans l'état ordonné varie peu avec la température à 4,2 K, nous prendrons l'expression donnée par Wohlfarth<sup>(415)</sup> à  $T = 0$  K

$$\chi_p = 4 \mu_B^2 \left[ \frac{1}{N_{\uparrow}(E_F)} + \frac{1}{N_{\downarrow}(E_F)} - 2 \Delta E \right]^{-1}$$

en prenant  $N\uparrow(E_F) = 0,85$  électrons/atome eV  
 $N\downarrow(E_F) = 0,38$  électrons/atome eV,  
 $\Delta E = 1,14$  eV,

il vient

$$\chi_p = 2,4 \cdot 10^{-6} \text{ u.e.m./g,}$$

cette valeur dépend beaucoup de la forme de bande choisie, la valeur calculée est de l'ordre de grandeur de celle donnée par différents auteurs, (Wohlfarth, Stoelinga...).

#### IV-4-4 - Susceptibilité diamagnétique : $\chi_{dia}$

Il nous faut distinguer deux contributions diamagnétiques : celle des électrons internes et celle des électrons de conduction.

##### IV-4-4-1 - Electrons internes

C'est le diamagnétisme de Langevin des électrons autres que 3d et 4s, sa contribution est faible et est donnée par la formule

$$\chi_{dia} = - \frac{e^2}{6mC^2} \sum \bar{r}_j^{-2}$$

$\bar{r}^{-2}$  est la valeur moyenne du carré de la distance de l'électron considéré au noyau (dans le cas d'un électron seul autour du noyau).

L'étude de  $\bar{r}_{n,l}^{-2}$  a été faite par Van Vleck et Pauling<sup>(416)</sup> en fonction des nombres quantiques n et l, néanmoins l'expression la plus pratique est fournie par Slater<sup>(417)</sup>, qui suppose toutes les fonctions d'ondes sphériques (atome d'hydrogène) avec un nombre quantique n\* appelé nombre quantique efficace, on obtient alors

$$\bar{r}^{-2} = a_0^2 \frac{n^{*2} (n^* + \frac{1}{2})(n^* + 1)}{(Z - s)^2}$$

$a_0$  est le rayon de Bohr,  
 $Z$  est la charge portée par le noyau,  
 $s$  est la constante d'écran.

Slater fournit un certain nombre de règles pour calculer  $n^*$  et  $Z-s$ .

a - la correspondance entre les nombres  $n$  et  $n^*$  est la suivante

$n$	1	2	3	4	5	6
$n^*$	1	2	3	3,7	4	4,2

b - pour un électron donné d'une couche  $n$  les autres électrons contribuent de la manière suivante à la valeur de la constante  $s$

- $s = 0$ , pour les électrons des couches extérieures ( $> n$ )
- $s = 0,35$  pour chacun des autres électrons de la couche  $n$  considérée (sauf pour les électrons  $1s$  où l'on a  $0,30$ ),
- pour les électrons intérieurs,
  - Si la couche considérée est  $s$  ou  $p$  :
    - $0,85$  pour chaque électron appartenant à la couche  $n-1$ ,
    - $1$  pour les autres couches ( $n-2 \dots 1$ )
  - Si la couche est une couche  $4d$  ou  $f$  :
    - $1$  pour chaque électron de toutes les couches intérieures

dans le cas du fer, le calcul donne

$$\chi_{dia} = - 7,4 \cdot 10^{-8} \text{ u.e.m./g}$$

cette susceptibilité faible devant  $\chi$  est donc négligeable.

#### IV-4-4-2 - Diamagnétisme de Landau (418)

Sous l'action d'un champ la force de Laplace fait tourner les électrons de conduction dans un sens tel que le champ magnétique induit s'oppose au champ appliqué (loi de Lenz). On s'attend donc à un diamagnétisme des électrons de conduction comme pour les électrons internes. Les calculs sont complexes

dans le cas général, on trouve toujours des résultats du type suivant pour cette susceptibilité dite de Landau

- $\chi_L$  ne dépend que du comportement du gaz d'électron au voisinage du niveau de Fermi
- $\chi_L \propto \frac{m}{m^*}$  :  $m$  = masse réelle de l'électron,  
 $m^*$  = masse efficace de l'électron,
- $\chi_L = -\frac{1}{3} \chi_p$  si  $m^* = m$ .

Pour les électrons 3d,  $m^*$  est très grand et  $\chi_L$  est négligeable devant  $\chi_p$ . Pour les électrons 4s,  $m^* = m$  et  $\chi_L = -\frac{1}{3} \chi_p$  mais cette fois  $\chi_{p4s} \ll \chi_{p3d}$  si bien que dans les métaux le diamagnétisme de Landau est négligeable.

#### IV-4-5 - Paramagnétisme orbital : $\chi_{or}$

Dans les métaux le moment magnétique orbital des électrons est bloqué par le champ cristallin ; Kubo et Obata<sup>(419)</sup> ont montré que néanmoins sa contribution à la susceptibilité paramagnétique pour les couches partiellement remplies était du même ordre de grandeur que celle de Pauli.

La bande 3d est généralement traitée dans l'approximation des liaisons fortes ("tight binding"). De nombreux calculs ont été effectués à partir de l'expression théorique suivante qui est due à Kubo et Obata

$$\chi_{or} = 2\mu^2 \sum_{m,n} \left[ \int \frac{dK}{(2\pi)^3} \frac{f(E_{nk}) - f(E_{mk})}{E_{nk} - E_{mk}} \times \langle n,k | L_Z | mk \rangle \langle mk | L_Z | n,k \rangle \right]$$

$m$  et  $n$  sont les indices de bandes ;  $k$  le vecteur d'ondes,  $f(E_{nk})$  est la fonction de distribution de fermi. Tous ces calculs sont effectués pour un état paramagnétique et donnent des susceptibilités de l'ordre de quelques  $10^{-4}$  u.e.m./mole (Ni<sup>(420)</sup> :  $0,9 \cdot 10^{-4}$ , Cr<sup>(421)</sup> :  $2,3 \cdot 10^{-4}$ , V<sup>(422)</sup> :  $2 \cdot 10^{-4}$ , Pt<sup>(423)</sup> :  $0,4 \cdot 10^{-4}$ ). Plus récemment C.M. Place et P. Rhodes<sup>(424)</sup> ont

déterminé  $\chi_{or}$  des électrons 3d dans une structure cubique corps centré en fonction du niveau de Fermi. D'après leur courbe la susceptibilité orbitale du fer paramagnétique peut être estimée à  $2.10^{-6}$  u.e.m./g.

De nombreux auteurs ont signalé que la susceptibilité orbitale dépend fortement de l'occupation relative de la bande 3d, en particulier Clogston, Jaccarino et Yafet<sup>(423)</sup> suggèrent que  $\chi_{or} \sim N_o N_u$  où  $N_o$  et  $N_u$  sont respectivement les nombres d'états occupés et vides de la bande.

Si l'on suppose alors que l'état ferromagnétique se distingue de l'état paramagnétique uniquement par le découplage de la bande 3d, en deux demi-bandes inégalement remplies, on peut estimer en utilisant le modèle de bande de Wood, que  $\chi_{or}$  dans l'état ferromagnétique est de l'ordre de grandeur de la moitié de  $\chi_{or}$  de l'état paramagnétique.

#### IV-5 - CONCLUSION

Le bilan des différentes contributions calculées s'élève à  $3,4.10^{-6}$  u.e.m./g. Les calculs ont été effectués sur le fer pur pour lequel on trouve expérimentalement l'ordre de grandeur annoncé ( $4,6.10^{-6}$ ). L'augmentation de la susceptibilité entre notre échantillon et le fer ( $6,5.10^{-6}$  contre  $4,6.10^{-6}$ ) est vraisemblablement due à la présence de silicium. Une étude systématique en fonction de la concentration semble nécessaire. Qualitativement, on peut estimer que :

- le silicium transfère ses électrons 2p dans la bande du fer ; pour de faibles concentrations ce transfert n'a que peu d'influence sur la valeur des densités d'états au niveau de Fermi et la susceptibilité de Pauli est certainement identique pour le fer et notre alliage (l'étude de la bande montre que s'il y a une variation, celle-ci va plutôt dans le sens d'une diminution de  $\chi_p$ ).

- le silicium qui se substitue à l'atome de fer brise la périodicité du potentiel auquel sont soumis les électrons et modifie les orbitales de ceux-ci et par suite la susceptibilité associée.

## CHAPITRE V

### PROPRIETES MAGNETIQUES D'UN HYDROXYDE DE NICKEL TURBOSTRATIQUE EN GRAINS FINS

L'étude suivante a été effectuée en collaboration avec P. Mollard. Les nombreuses discussions que nous avons eues avec lui nous ont grandement aidé pour la compréhension des phénomènes décrits.

Les échantillons d'hydroxyde nous sont fournis par M. Figlarz et S. Le Bihan, du Laboratoire de Chimie des Solides de la Sorbonne.

L'étude magnétique porte plus précisément sur l'échantillon SLB 381 de la série fournie par M. Figlarz et S. Le Bihan, tous ses cristallites sont dans l'état turbostratique.

#### V-1 - STRUCTURE

L'hydroxyde de nickel de formule  $\text{Ni}(\text{OH})_2$  cristallise dans une structure hexagonale du type  $\text{CdI}_2$ <sup>(501)</sup> (figure V.1) avec une alternance de plan ...C-A-B-C-A-B-C..... (figure V.2). Le paramètre entre chaque feuillet bidimensionnel (séquence A-B-C) de  $\text{Ni}(\text{OH})_2$  est de  $4,63 \text{ \AA}$ <sup>(502,505)</sup>. Figlarz et Le Bihan<sup>(502)</sup> ont montré que dans certaines conditions la synthèse de cet hydroxyde conduisait à une forme qualifiée de "turbostratique" pour l'analogie que présentent leurs clichés de rayons X avec ceux observés sur certains graphites "turbostratiques" ; ils ont interprété ces clichés en supposant que cet hydroxyde est formé

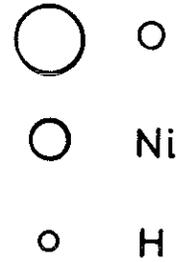
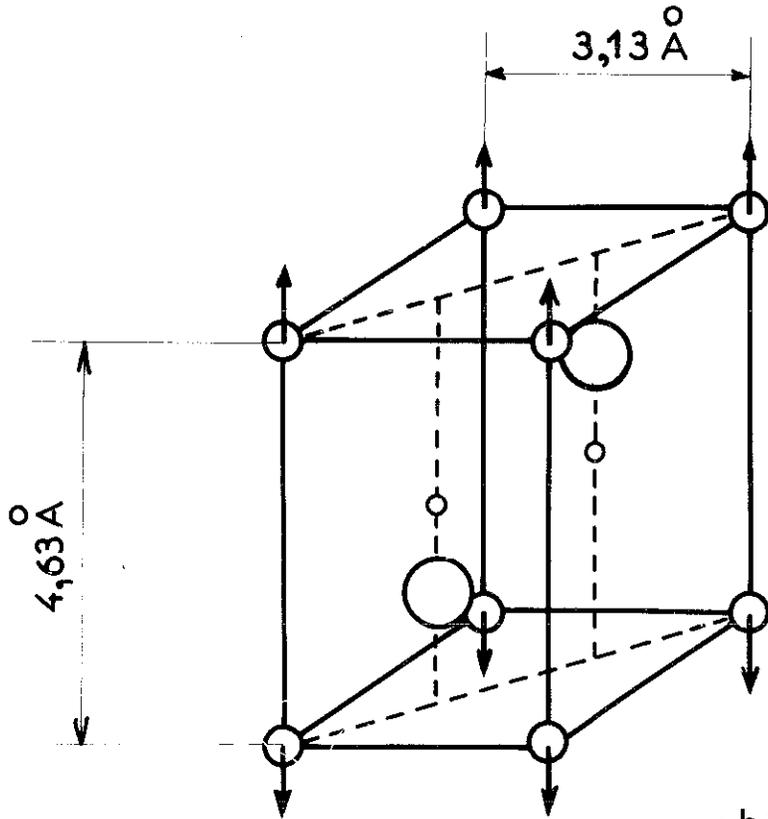


Fig : V 1

Structure cristallographique et magnétique de  $\text{Ni}(\text{OH})_2$

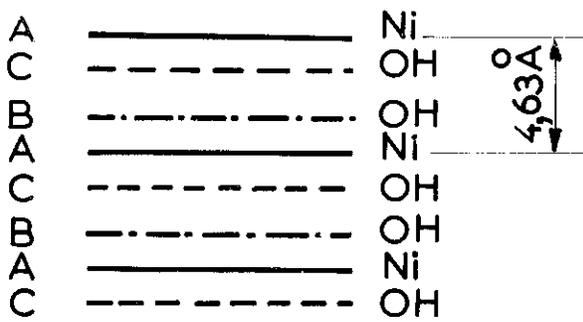


Fig : V 2

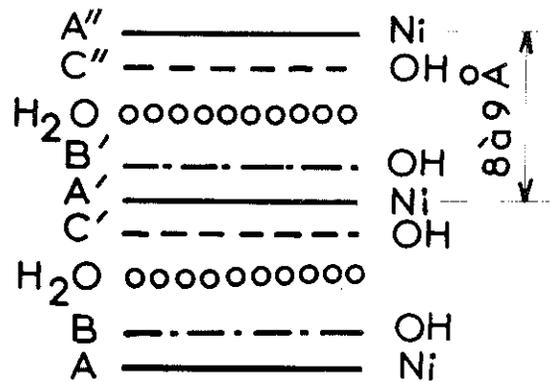


Fig : V 3

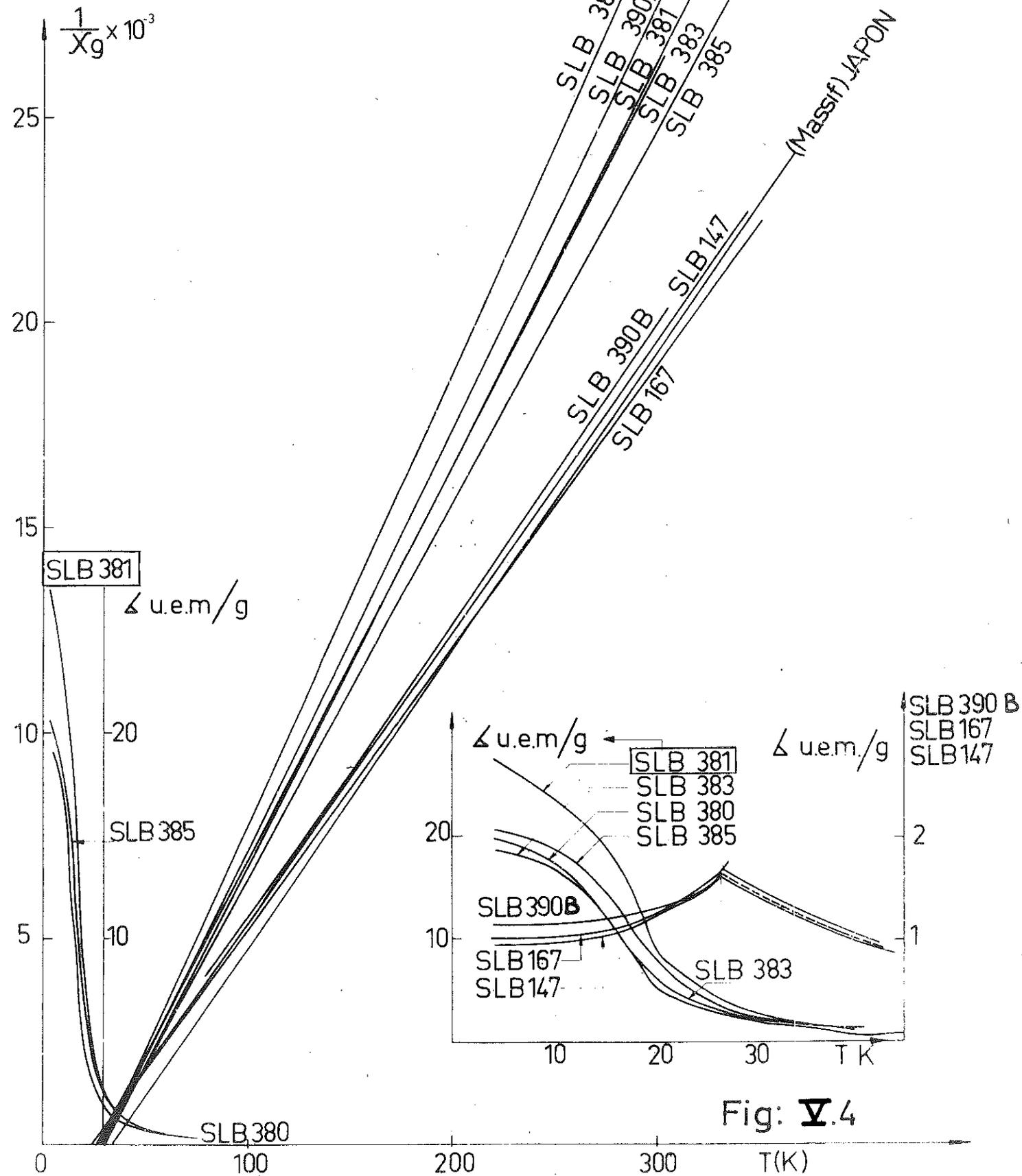
d'un empilement de feuillets bidimensionnels de  $\text{Ni}(\text{OH})_2$  séparés entre eux par des molécules d'eau (figure V.3). Ces feuillets sont désorientés les uns par rapport aux autres ; les liaisons entre feuillets étant assurées par des liaisons hydrogène. A partir de la présence des bandes hk et des raies 00l ainsi que de l'étude de leurs profils on peut déduire que la distance entre plan de nickel fluctue entre 8 et 9 Å, et que l'épaisseur moyenne des empilements est de 30 Å pour un diamètre des feuillets de 80 Å<sup>(502)</sup>.

L'étude par thermogravimétrie et analyse thermique différentielle<sup>(503)</sup> indique la présence d'une importante quantité d'eau superficielle qui peut être éliminée par chauffage vers 100°C ou par traitement sous vide. Cet hydroxyde turbostratique, relativement très stable, se décompose au-delà de 300°C en conduisant directement à l'oxyde  $\text{NiO}$ <sup>(503)</sup>.

La spectrométrie infrarouge<sup>(504)</sup> confirme la présence d'eau superficielle et liée entre les feuillets par des liaisons hydrogène et montre la présence d'ions nitrates adsorbés à la surface du composé. Cette présence de corps étrangers adsorbés ou intercalés en quantités importantes a une influence sur la présentation même des résultats magnétiques. Il est en effet impossible de ramener les aimantations mesurées à une molécule gramme de  $\text{Ni}(\text{OH})_2$  en conséquence tous les résultats sont rapportés à un gramme de "produit étudié".

La diffraction neutronique<sup>(505)</sup> et les mesures magnétiques<sup>(506)</sup> indiquent pour la structure de la forme cristalline un arrangement antiferromagnétique en champ magnétique faible. Les atomes de nickel situés dans un même plan sont couplés ferromagnétiquement, les moments magnétiques sont perpendiculaires à celui-ci ; le couplage entre plans est antiferromagnétique. Miyamoto<sup>(506)</sup> observe les propriétés métamagnétiques habituelles pour ces structures et donne un champ seuil de 55 kOe à 4,2 K.

Ni(OH)<sub>2</sub>  
turbostratique  
grains fins



La température de Curie paramagnétique, positive, sensiblement identique dans les deux structures a été mesurée par Mollard<sup>(507)</sup> dans un champ magnétique de 1550 Oe (figure V.4) ; elle varie entre 26 et 32 K suivant les échantillons pour la forme cristallisée et entre 28 et 32 K pour la forme turbostratique. On en déduit que la nature et la grandeur des interactions à l'intérieur d'un même plan ne sont pas modifiées d'une structure à l'autre ; on sait en effet que dans les substances antiferromagnétiques feuilletées métamagnétiques la température de Curie paramagnétique chiffre en première approximation les interactions dans les plans qui sont beaucoup plus fortes que les interactions antiferromagnétiques dans le cas des métamagnétiques faibles<sup>(508)</sup>.

## V-2 - COURBE DE PREMIERE AIMANTATION ET CYCLE D'HYSTERESIS

A 4,2 K et 1,3 K

La courbe de première aimantation à 4,2 K (figure V.5) présente un comportement ferromagnétique, des champs magnétiques de 60 kOe ne permettent pas d'atteindre la saturation.

Au-dessus de 25 kOe l'approche à la saturation est bien représentée par une loi de la forme

$$M = M_0 \left(1 - \frac{a}{H}\right) \quad (\text{figure V.6})$$

avec  $M_0 = 82 \text{ u.e.m./g}$ ,

$a = 8,5 \cdot 10^2 \text{ Oe}$ .

Le cycle d'hystérésis qui peut être alors tracé (figure V.8) présente une aimantation rémanente isotherme (A.R.I.) de 22 u.e.m./g, un champ coercitif de 1000 Oe ; on observe des effets importants de viscosité magnétique qui se traduisent à champ fixe par une évolution de l'aimantation en fonction du temps.

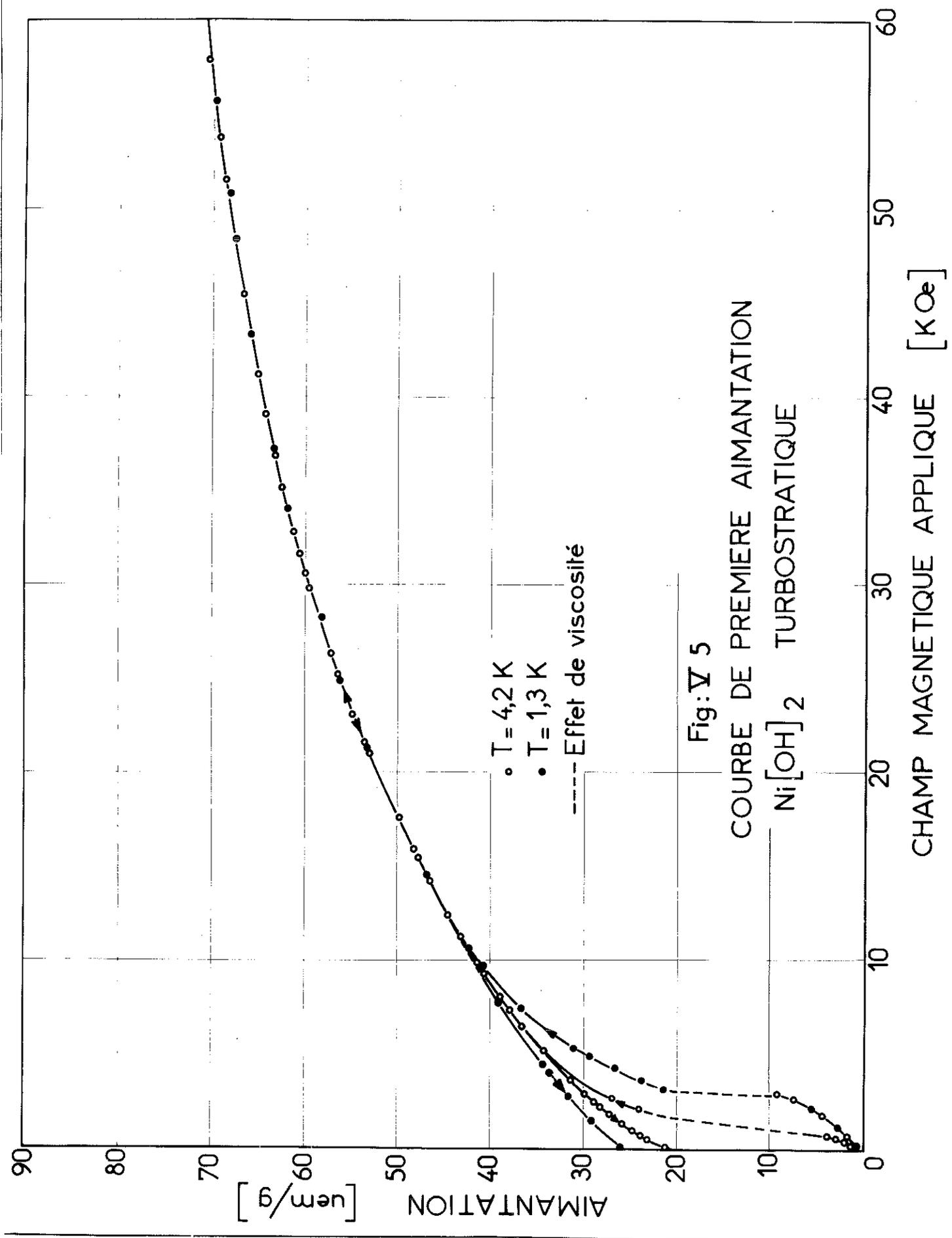
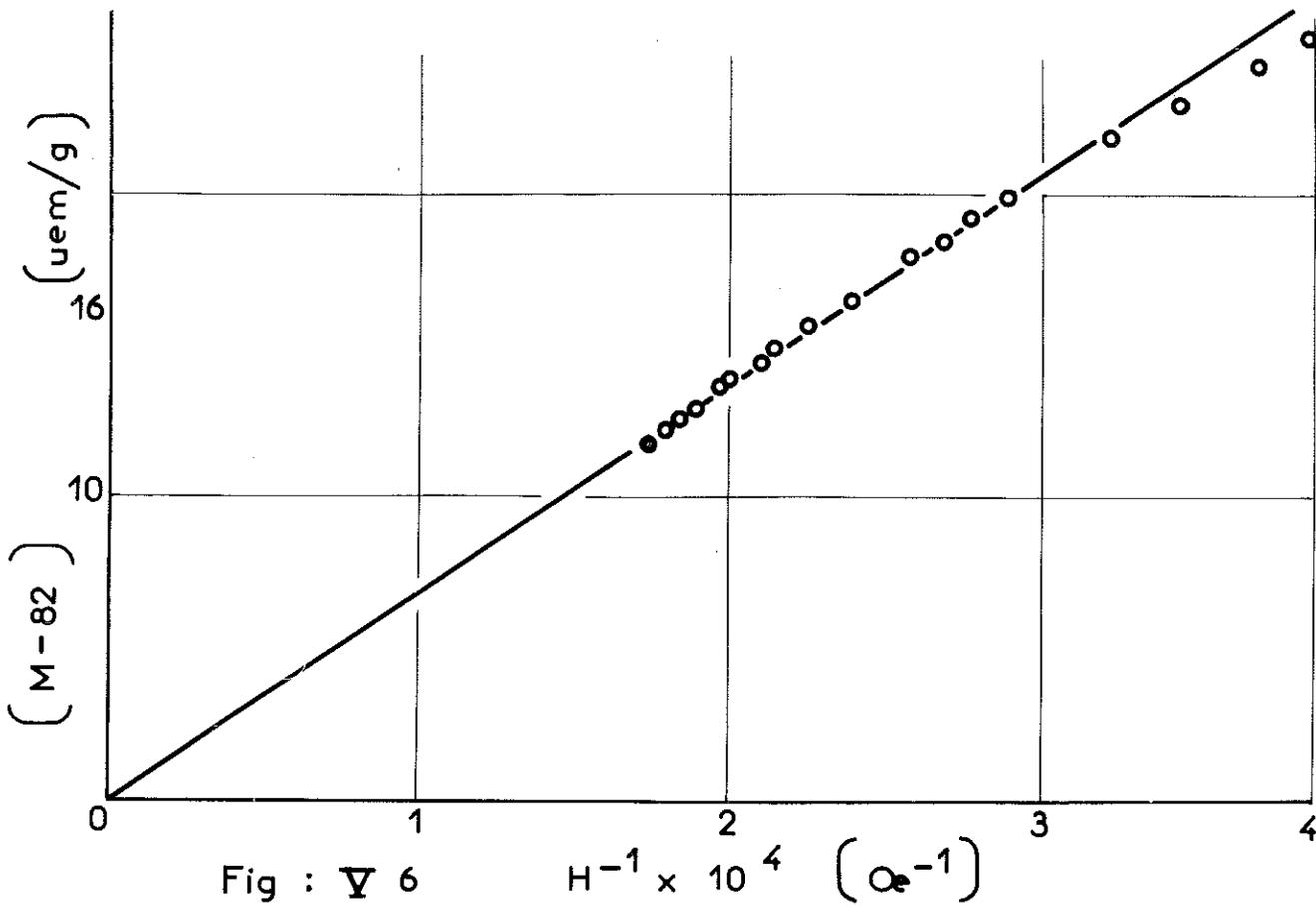
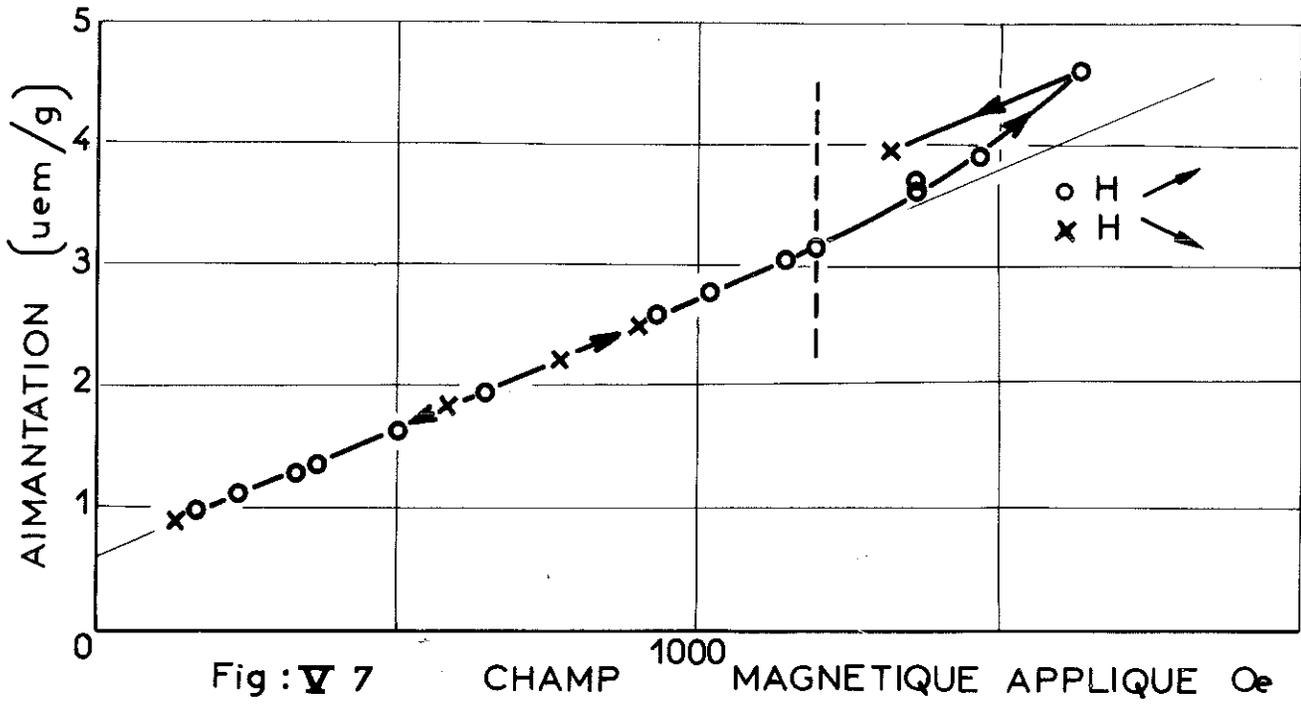


Fig: V 5  
 COURBE DE PREMIERE AIMANTATION  
 Ni(OH)<sub>2</sub> TURBOSTRATIQUE

• T = 4,2 K  
 • T = 1,3 K  
 ---- Effet de viscosité



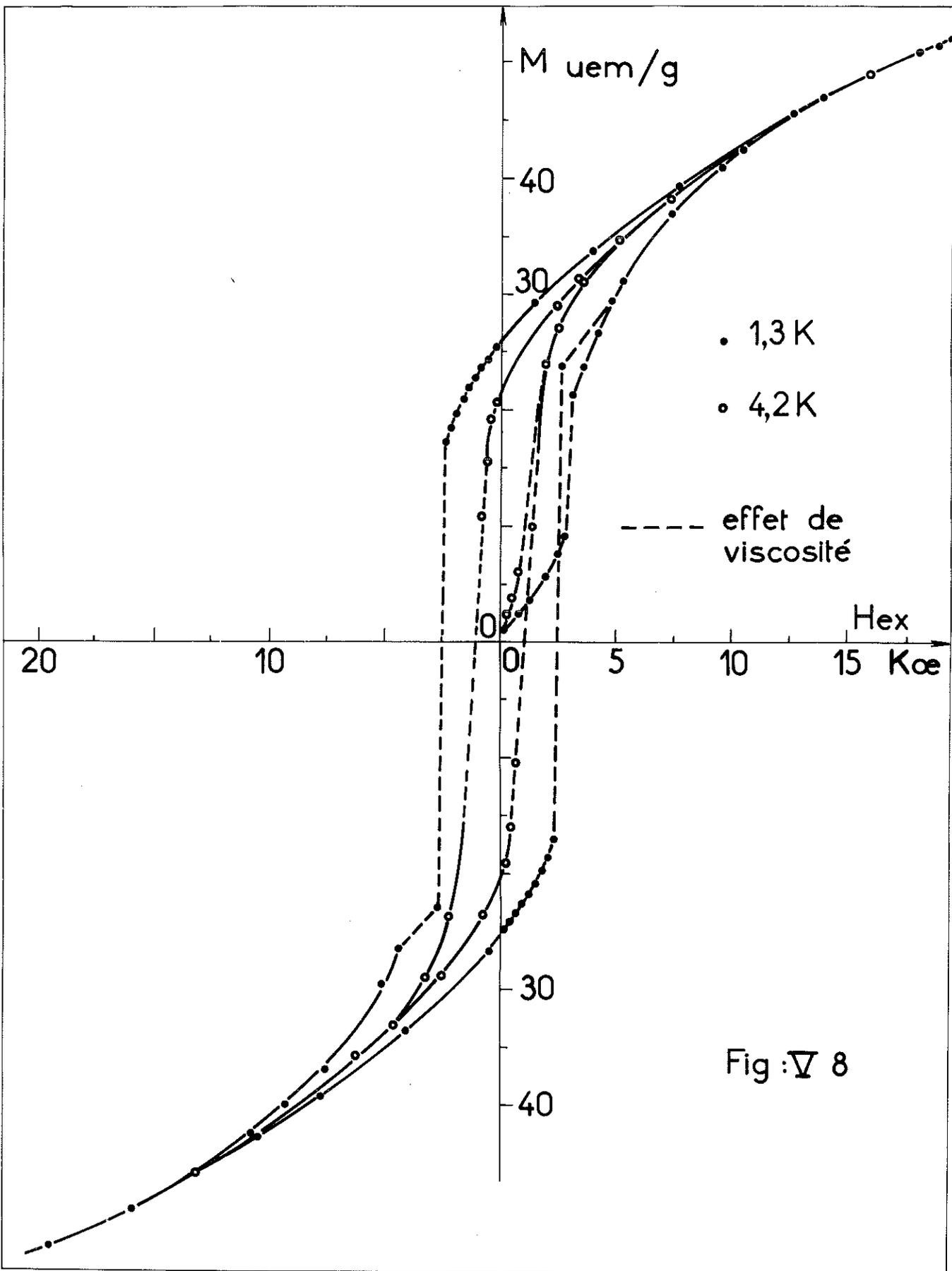


Fig :  $\nabla$  8

Les mêmes courbes tracées pour une température de 1,3 K (figures V.5 et V.8) présentent les propriétés suivantes :

- pour des champs magnétiques inférieurs à 1200 Oe, la courbe de première aimantation est linéaire et réversible à la précision des mesures (figure V.7). La susceptibilité initiale est de  $1,85 \cdot 10^{-3}$  u.e.m./g/Oe,
- on remarque une brusque variation de l'aimantation vers 2700 Oe,
- l'A.R.I. passe à 27 u.e.m./g,
- le champ coercitif apparent, caractérisé par un brusque retournement de l'aimantation est de 2500 Oe.

### V-3 - DISCUSSION : ROLE DE LA TAILLE DES CRISTALLITES

Afin d'alléger quelques peu la suite de l'exposé, nous utiliserons les notations habituelles dans les études de grains fins suivantes :

- G.F. : grains fins,
- G.F.F. : grains fins ferromagnétiques,
- G.F.A.F. : grains fins antiferromagnétiques,
- S.P. : superparamagnétisme
- S.A.F. : superantiferromagnétisme.

De par la taille des cristallites (30 Å d'épaisseur et 80 Å de diamètre) le produit peut être classé dans la catégorie des G.F.<sup>(509)</sup> ; les importants effets de viscosité caractéristiques des grains fins le confirment. La texture feuilletée très particulière et la structure magnétique de l'état cristallisé d'une part et la forme de la courbe de première aimantation à 1,3 K d'autre part font penser à une structure métamagnétique à champ seuil faible.

C'est dans le cadre de la théorie de Néel des G.F.A.F.<sup>(510)</sup> et des G.F.F.<sup>(511)</sup> que nous décrirons les propriétés observées en champs magnétiques faibles et intenses.

Du point de vue théorique la subdivision d'une substance antiferromagnétique en G.F. va faire apparaître un certain nombre de propriétés nouvelles.

#### V-3-1 - Présence de moments magnétiques non compensés: $M_g$

Un G.F.A.F. comporte  $n$  "plans réticulaires actifs" répartis suivant les deux sous-réseaux antiferromagnétiques, il n'y a aucune raison pour que cette répartition entraîne une compensation exacte de l'aimantation de chaque sous-réseau, il va exister une sorte de ferrimagnétisme. Ce moment magnétique non compensé provient soit d'un nombre impair de plans réticulaires soit de défaut cristallographique ; il est parallèle à la direction d'antiferromagnétisme  $\Delta$ .

#### V-3-2 - Existence d'une répartition de température de blocage

L'énergie du grain dépend de l'orientation de la direction de  $\Delta$ . Il existe des directions (D) d'énergie minimale suivant lesquelles  $\Delta$  s'oriente. Par une théorie analogue à celle des G.F.F., L. Néel<sup>(510)</sup> explique que lorsque l'orientation  $\Delta$  passe d'une direction (D) à une autre il faut franchir une barrière de potentiel  $W_g$ . Ce franchissement peut se faire sous l'action des fluctuations thermiques. Le temps de séjour  $\tau$  de  $\Delta$  sur une direction donnée est alors proportionnel à  $e^{W_g/kT}$  ; c'est une fonction très rapide en  $T$ . Pour un grain donné, il existe une zone étroite de température centrée sur une valeur  $T_B$  telle que si  $T > T_B$  le temps de mesure soit très supérieur à  $\tau$  et que si  $T < T_B$  il lui soit très inférieur.  $T_B$  est appelé température de blocage et  $W_g$ , énergie de blocage.

Si on refroidit dans un champ magnétique nul une assemblée de cristallites ayant même température de blocage,  $T_B$  depuis une température  $T_a$  supérieure à  $T_B$ , toutes les orientations de  $M_g$  sont possibles, le moment magnétique résultant correspondant est nul par compensation spatiale.

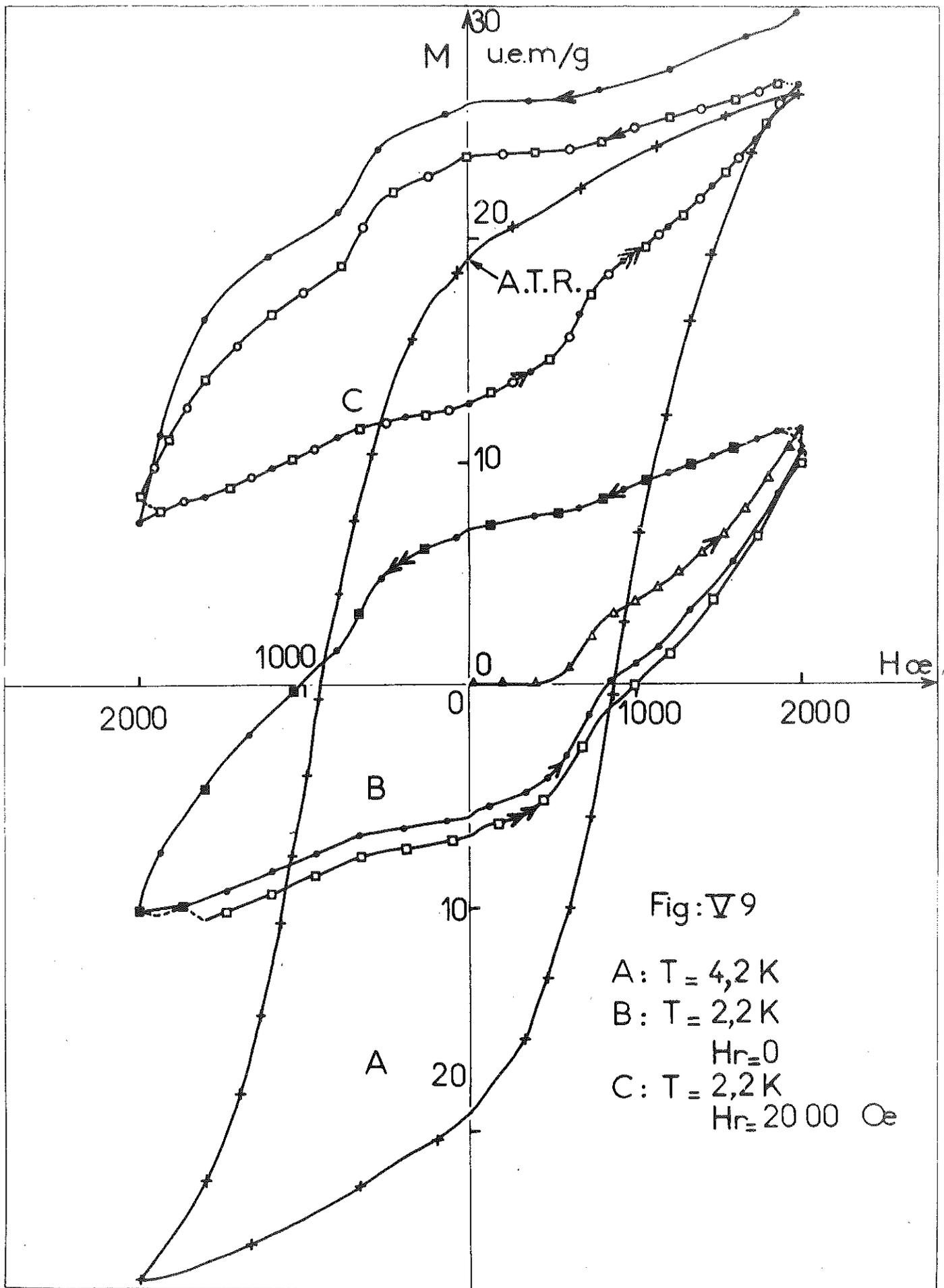
Refroidissons maintenant la même assemblée dans un champ  $\vec{H}_r$ , soit  $\vec{m}_\theta$  la projection de  $\vec{m}_g$  sur  $\vec{H}_r$  ; la proportion de cristallites dont  $\vec{m}_\theta$  est suivant la direction de  $\vec{H}_r$  est plus importante que pour la direction inverse, et l'on observe après passage en-dessous de  $T_B$  une aimantation résultante, bloquée dans la direction du champ appliqué, qui persiste même si l'on supprime le champ. Cette aimantation est appelée aimantation thermorémanente (A.T.R.). En fait tous les grains n'ont pas la même température de blocage et il existe une répartition des températures de blocage. L'étude de cette répartition suivant la méthode mise au point par Mollard<sup>(507)</sup> permet d'atteindre la granulométrie relative de la poudre, cette étude est en cours, les résultats déjà obtenus permettent de constater qu'à 1,3 K l'aimantation des moments non compensés de tous les cristallites est bloquée, il en résulte d'ailleurs une origine en volume de l'énergie de blocage<sup>(512)</sup>.

L'hydroxyde turbostratique présente des A.T.R. importantes. Par exemple l'A.T.R. induite par un refroidissement de 4,2 K à 2,2 K dans un champ magnétique  $H_r = 2 \text{ kOe}$  (figure V.9)  $\sigma_{2,2}^0(2,2 ; 2000 ; 4,2)^* = 19 \text{ u.e.m./g}$  est en partie due aux moments non compensés des grains dont la température de blocage est supérieure à 2,2 K ; le cycle d'hystérésis qui est alors décrit à 2,2 K est identique à celui tracé à la même température après un refroidissement en champ nul mais décalé suivant l'axe des aimantations de la valeur de l'A.T.R. ; il est propre aux grains dont la température de blocage est de l'ordre de 2,2 K ou plus petite.

---

\* la notation  $\sigma_T^{+Hm}(T_a, H_r, T_o)$ , généralisation de la notation de Néel relative au G.F.F. ( $\sigma(T_a, H_r, T_o)$ ) est introduite par Mollard

$H_a$  représente le champ magnétique appliqué pendant un refroidissement depuis  $T_o$  jusqu'à  $T_a$ , les variables  $H_m$  et  $T_m$  définissent les conditions de mesure de l'A.T.R.



Il est cependant à noter que la structure du produit classe celui-ci au niveau des cas particuliers par rapport aux théories de Néel des G.F.A.F.

- En premier lieu, l'énergie de couplage entre plans antiferromagnétiques étant très faible, ces théories ne sont exploitables que dans un domaine de champs magnétiques faibles.
- le faible nombre de plans réticulaires actifs (4 ou 5) amène un certain nombre de considérations :

a) Les moments non compensés sont importants ; ils peuvent créer localement des champs de Lorentz importants dont les fluctuations<sup>(513)</sup> peuvent atteindre la valeur seuil du champ et permettre un passage à l'état ferromagnétique. Ces fluctuations ainsi que les interactions entre cristallites peuvent être à l'origine de la rapidité de la transition observée à 1,3 K.

De même que pour les G.F.F., il existe un S.P. des moments non compensés, ce S.P. explique l'écart de susceptibilité initiale relevée à 1,3 et 4,2 K.

b) La théorie du S.A.F. ne s'applique plus ; la structure feuilletée avec des feuillets parallèles à la surface du cristallite est plutôt favorable à l'existence d'un S.A.F. mais l'énergie de couplage en plan doit être plus faible que l'énergie magnéto-cristalline, leur rapport est inférieur à l'unité et la théorie par laquelle le S.A.F.<sup>(514)</sup> a été introduite n'est plus applicable.

#### V-4 - CONCLUSION

Nous pensons que l'étude de ce produit est inachevée. La structure magnétique elle-même reste à confirmer. Si de nombreux arguments sont en faveur d'une structure antiferromagnétique (A.F.) (continuité par rapport à l'état cristallisé, courbe à 1,3 K, moments non compensés.....), la possibilité d'une structure ferromagnétique (F) n'est pas à rejeter. En effet,

la valeur élevée de l'A.R.I. à 1,3 K ne peut s'expliquer par la seule notion de moments non compensés. Elle est d'autre part trop faible pour rendre compte d'une A.R.I. ferromagnétique. La forme de la courbe de première aimantation à 2,2 K (figure V.9B) reste pour le moment inexpiquée dans le cadre d'une structure A.F.

Nous n'avons actuellement aucune indication sur la nature des interactions magnétiques, aussi bien internes (échange par l'intermédiaire des liaisons hydrogène,) qu'entre cristallites. Seule la structure chimique et cristallographique semble sûre. Néanmoins, il n'est pas exclus qu'il existe des liaisons (ioniques ou hydrogènes) entre les différents cristallites.

Il semble que l'existence de structure turbostratique soit assez générale. Des études sont actuellement en cours, notamment effectuées par P. Mollard sur un hydroxyde turbostratique de cobalt ; le composé semble présenter des propriétés cristallographiques (molécules d'eau intercalaires) et magnétiques analogues à l'hydroxyde de nickel.

Des structures analogues ont été signalées par Martin et Dalmo<sup>(515)</sup>, ces auteurs substituent dans  $\text{Ni}(\text{OH})_2$  et  $\text{Co}(\text{OH})_2$  des tétraèdres  $\text{SiO}_4$  à OH, ils obtiennent ainsi des talcs et des silicates. Les propriétés magnétiques signalées sont identiques à celles que nous avons observées.

## C O N C L U S I O N

La bobine de champ supraconductrice calculée produit un champ magnétique maximum de 65 kOe accessible dans un diamètre de 4,8 cm. L'homogénéité axiale du champ est de  $5 \cdot 10^{-4}$  sur 4 cm. L'appareillage permet de mesurer de fortes aimantations (100 u.e.m.) avec une résolution de quelques  $10^{-6}$ ; il est transportable et s'adapte facilement à toute autre source de champ suffisamment stable.

Des propriétés magnétiques particulières d'un hydroxyde de nickel turbostratique en grains fins ont été mises en évidence entre 1,3 et 4,2 K.

La résolution de l'appareillage est appropriée à des mesures magnétiques plus particulières illustrées par l'étude de la courbe d'aimantation d'un monocristal de Fe-Si.

- L'étude de l'approche à la saturation de monocristaux et de polycristaux devrait permettre d'en déterminer les lois, et de séparer l'influence des différents paramètres (couche polycristalline superficielle, dislocations, inclusions, domaines de fermeture, effet de forme, anisotropie.....).
- L'étude des susceptibilités superposées et de l'aimantation à saturation d'alliages métalliques doit contribuer à la connaissance des bandes électroniques.
- La réalisation d'une variation thermique permettra la détermination des différents termes de la loi de variation de l'aimantation en fonction de la température ( $T^{3/2}$ ,  $T^{5/2}$ ,  $T^2$ ....)

## R E F E R E N C E S

- 101 - Différents cours sur les supraconducteurs  
P.G. De GENNES : W.A. Benjamin, Inc. New York  
RENARD - Cours de D.E.A. 1968  
D. DREYFUS.
- 102 - Y. IWASA et B. MONTGOMERY, Appl. Phys. Lett., 7, n°9, 1965, 231.  
V.V. SYTCHEV, V.B. ZENKEVITCH, V.V. ANDRIANOV et  
F.F. TERNOVSKIY, Cryogenics, décembre 1967, p. 344  
P.W. ANDERSON et Y.B. KIM, Rev. Mod. Phys. janvier 1964, p. 39  
voir aussi diverses publications de N. MORTON.
- 103 - R. HANCOX, Phys. Lett., 16.3, 1965, p. 208.
- 104 - H. HILLMANN, H. KUCKUCK, Rapport sur les câbles Vacryflux.  
- Rutherford laboratory preprint 1969 (M.N. Wilson,  
C.R. Walters, J.D. Lewin, P.F. Smith, A.H. Spurway)  
5 articles différents sur la théorie, la stabilisation des  
câbles multifilamentaires et des tests de bobinages.
- 105 - Différents câbles existent dans le commerce, citons les  
câbles de la série Niomax chez IML. Ces câbles ont fait  
l'objet de réalisations publiées :  
J.A. GOOD, P.A. HUDSON, Cryogenics, février 1969, p. 64.
- 106 - M.W. GARRETT, J.A.P., 22, 1951, p. 1091.
- 107 - B. MONTGOMERY, J. TERREL, N.M.L. Rapport AFORS, n°1525, 1961.
- 108 - B. GIRARD, M. SAUZADE, Nuclear Instruments and Methods,  
25, 1964, p. 269.

- 109 - G. BASSI, J.L. GENICON et al, (à paraître).
- 110 - DEVELEY, Séminaire sur les bobines supraconductrices.
- 201 - J.M. LOCK, Cryogenics, Décembre 1969, p. 438.
- 301 - G. AUBERT, Thèse d'Etat, Université de Grenoble,  
voir aussi : H. DANAN, A. HERR, J.P. MEYER, J.A.P., 39-2,  
1968, p. 669
- 401 - P. PASCAL, Nouveau traité de Chimie Minérale, 13, 1967,  
R.M. BOZORTH, Ferromagnetism.
- 402 - L. NÉEL, J. Phys. et le Radium, 5, n° 11, 1944, p. 18.
- 403 - L. NÉEL, J. Phys. et le Radium, 9, n° 6, 1948, p. 14.
- 404 - A. SEGER, H. KRONMÜLLER, H. RIEGER, et H. TRAUBLE,  
J.A.P., 35, 1964, p. 740.
- 405 - H. GESSINGER, E. KÖSTER, H. KRONMÜLLER, J.A.P., 39,  
n° 2, 1968, p. 986.
- 406 - A. AHARONI, Phys. Rev., 132, 1, 1963, p. 105.
- 407 - W.P. BROWN, Phys. Rev., 58, 1940, p. 736.
- 408 - A. HERPIN, P.U.F., 1968, p. 213.
- 409 - J.H. WOOD, Phys. Rev., 126, 2, 1962, p. 517.  
E. ABATE et M. ASDENTE, Phys. Rev., 140, 4A, 1965, p. 1303.
- 410 - E.P. WOHLFARTH, Proceedings of the Nottingham Conference  
of Magnetism (The Institute of Physics and Physical  
Society, Londons, 1964, p. 51).

- 411 - J.P. REBOUILLAT, Thèse d'Etat, Grenoble,  
J.H.M. STOELINGA, R. GERSDORF, G. De VRIES  
Physica, 41, 1969, p. 457.  
S. FONER, A.J. FREEMAN, N.A. BLUM, R.B. FRANKEL,  
E.J. McNIFF et H.C. PRADDANDE, Phys. Rev., 181, 2, 1969, 863.
- 412 - J. DYSON, Phys. Rev., 102, 1956, p. 1230.
- 413 - E.D. THOMPSON, E.P. WOHLFARTH et A.C. BRYAN, Proc. Phys.  
Soc., vol 83, 1964, p. 59.
- 414 - B.E. ARGILE, S.H. CHARAP, E.W. PUGH, Phys. Rev., 132, 5,  
1963, 2051.
- 415 - E.P. WOHLFARTH, Phys. Lett., 3, 1962, p. 17.
- 416 - VAN VLECK, Proc. Nat. Acad. Sc., 12, 1926, p. 662,  
L. PAULING, Proc. Roy. Soc., A, 114, 1927, p. 114.
- 417 - J.C. SLATER, Phys. Rev., 36, 1930, p. 57.
- 418 - J. FRIEDEL, cours de D.E.A., structure des cristaux par-  
faits, 1964.
- 419 - R. KUBO et Y. OBATA, J. Phys. Soc. Japan, 11, 5, 1956,  
p. 547.
- 420 - M. SHIMIZU, T. TOKAHASHI, A. KATSUKI, . Phys. Soc. Japan,  
18, 6, 1963, p. 801.
- 421 - N. MORI, J. Phys. Soc. Japan, 20, 8, 1965, p. 1383.
- 422 - A.M. CLOGSTON, A.C. GOSSARD, V. JACCARINO, Y. YAFET,  
Phys. Rev. Lett., 9, 6, 1962, p. 263.

- 423 - A.M. CLOGSTON, V. JACCARINO et Y. YAFET, Phys. Rev., 134, 3 A, p. 650.
- 424 - C.M. PLACE et P. RHODES, J.A.P., 39, 2, 1968, p. 1282.
- 501 - M. SORAI, A. KOSAKI, H. SUGA, et S. SEKI, J. Chem. Therm. 1, 1969, p. 119-140.
- 502 - S. LE BIHAN, J. GUENOT et M. FIGLARZ, C. R. Acad. Sc. Paris, 270 C, 1970, p. 2131.
- 503 - M. FIGLARZ et S. LE BIHAN, C. R. Acad. Sc. Paris, 272 C, 1971, p. 580.
- 504 - M. FIGLARZ et S. LE BIHAN, Analyse thermique différentielle et gravimétrie, (à paraître).
- 505 - A. SZYTULA, A. MURASIK, M. BALANDA, Phys. Stat. Sol., (B) 43, 1971, p. 125.
- 506 - MYAMOTO, Bull. Inst. Chem. Res. Kyoto Un., 44, n° 5, 1966, p. 420.
- 507 - P. MOLLARD, Thèse d'Etat, Université de Grenoble, 1971.
- 508 - L. NÉEL, Nuevo Cimento, sup. 6, série X, 1957, p. 942.
- 509 - (voir référence 511) et A. HERPIN, P.U.F., 1968, p. 749.
- 510 - L. NÉEL, Ann. Geophys., 5, 1949, p. 99.
- 511 - L. NÉEL, Cours de Phys. Théorique, les Houches, 1961, P.U.F., Paris.
- 512 - L. NÉEL, J. Phys. Soc. Japan, 17, sup. B 1, 1962, p. 676.
- 513 - L. NÉEL, J. Appl. Sc. Res., B 4, 1954, p. 13.

- 514 - L. NÉEL, C. R. Acad. Sc. Paris, 253, 1961, p. 1286.  
L. NÉEL, C. R. Acad. Sc. Paris, 254, 1962, p. 598.
- 515 - G.A. MARTIN et J.A. DALMON, C. R. Acad. Sc. Paris,  
série B, 1971, p. 304.

## TABLE DES MATIERES

	Pages
<u>INTRODUCTION</u>	1
<u>CHAPITRE I : BOBINE SUPRACONDUCTRICE</u>	3
1-1 - Brefs rappels sur la notion de supraconducteur	3
1-2 - Phénomène de sauts de flux. Cuivrage des supraconducteurs	4
1-3 - Choix des matériaux	5
1-3-1 - les différents matériaux commercialisés	5
1-3-2 - caractéristiques du fil utilisé	6
1-4 - Calculs théoriques de la géométrie du bobinage	7
1-5 - Les différentes méthodes de calcul utilisées	9
1-5-1 - bobinages compensés du 6e ordre	10
1-5-2 - méthode dite du "simplexe"	11
1-5-3 - Calculs utilisés	11
1-6 - Réalisation	13
1-6-1 - le bobinage	13
1-6-2 - les contacts	14
1-6-3 - le court-circuit	14
1-6-4 - les résistances mises en parallèle	15
1-7 - Essais et performances	15
1-7-1 - l'alimentation	15
1-7-2 - essais	16
1-7-3 - étude de l'homogénéité du champ	16
1-7-4 - étalonnage en champ	16

	Pages
<u>CHAPITRE II : ENSEMBLE CRYOGENIQUE</u>	18
II-1 - Le système cryogénique nécessaire au fonctionnement de la bobine	18
II-1-1 - vase à azote liquide	18
II-1-2 - vase à hélium liquide	19
II-1-2-1 - description	19
II-1-2-2 - bilan des pertes	19
II-2 - Le cryostat intérieur	20
II-2-1 - description	20
II-2-2 - bilan des pertes	21
<u>CHAPITRE III : METHODE DE MESURES</u>	22
III-1 - Bobine de mesure	22
III-1-1 - principe	22
III-1-2 - influence de l'aimant supraconducteur sur la mesure	24
III-1-3 - calculs	24
III-1-4 - réalisation	25
III-1-5 - carte de champ - Discussion	25
III-2 - Le fluxmètre	26
III-3 - Précision absolue et résolution des mesures	27
III-3-1 - précision absolue	27
III-3-1-1 - étalonnage des bobines de mesure	27
III-3-1-2 - La précision absolue du voltmètre entre deux étalonnages	28
III-3-2 - résolution	29

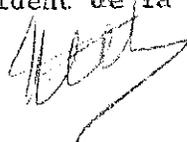
	Pages
<u>CHAPITRE IV : ETUDE DE LA COURBE D'AIMANTATION D'UN</u> <u>MONOCRISTAL DE FER-SILICIUM A 4,2 K</u>	30
IV-1 - Introduction	30
IV-2 - Région 1 : droite de champ démagnétisant	31
IV-3 - Région 2 : rotation de l'aimantation	32
IV-4 - Région 3 : étude de la susceptibilité superposée	34
IV-4-1 - introduction	34
IV-4-2 - ondes de spin: $\chi_{os}$	35
IV-4-3 - paramagnétisme de Pauli : $\chi_p$	36
IV-4-4 - susceptibilité diamagnétique : $\chi_{dia}$	37
IV-4-4-1 - électrons internes	37
IV-4-4-2 - diamagnétisme de Landau	38
IV-4-5 - paramagnétisme orbital : $\chi_{or}$	39
IV-5 - Conclusion	40
<u>CHAPITRE V : PROPRIETES MAGNETIQUES D'UN HYDROXYDE DE</u> <u>NICKEL TURBOSTRATIQUE EN GRAINS FINS</u>	41
V-1 - Structure	41
V-2 - Courbe de première aimantation et cycle d'hystérésis à 4,2 K et 1,3 K	44
V-3 - Discussion : rôle de la taille des cristallites	45
V-3-1 - Présence de moments magnétiques non compensés : $M_g$	46
V-3-2 - existence d'une répartition de tempé- ratures de blocage	46
V-4 - Conclusion	48
<u>CONCLUSION</u>	50
<u>REFERENCES</u>	51

Dernière page d'une thèse

VU

Grenoble, le

le Président de la thèse

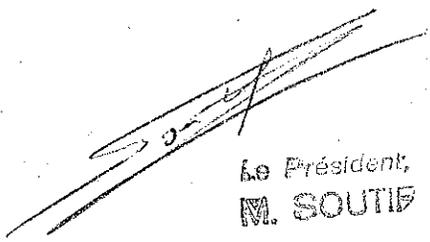


VU, et permis d'imprimer,

Grenoble, le

le Président de l'Université

Scientifique et Médicale



le Président,  
M. SOUTIF