

## AIMANTATION

### 1. But:

Le but de cette expérience est de vous apporter une introduction sur la puissante technique de magnétométrie à courant continu, largement utilisé dans la recherche de la physique du solide actuelle. En analysant une variété d'échantillons, les étudiants vont pouvoir caractériser et comparer les différents échantillons ferromagnétique, se familiariser avec l'effet d'hystérésis et la démagnétisation géométrique.

Le comportement de transition de phase de paramagnétique à ferromagnétique et l'origine microscopique du magnétisme sera aussi considéré et discuté.



#### **Azote liquide $-196^{\circ}\text{C}$**

Ne pas mettre en contact avec la peau, risque de brûlures  
Utiliser des gants en cuir à disposition pour les manipulations de la  
canne lors des changements d'échantillons  
Ne jamais être en dessous de la limite inférieure d'azote

### 1.1. Table des matières :

<b>1.</b>	<b>But:</b>	<b>1</b>
1.1.	Table des matières :	1
<b>2.</b>	<b>Théorie :</b>	<b>2</b>
2.1.	Origine microscopique élémentaire du ferromagnétisme :	2
2.2.	Désaimantation géométrique :	3
2.3.	Méthode de mesure :	5
<b>3.</b>	<b>Equipement :</b>	<b>7</b>
<b>4.</b>	<b>Travaux et Mesures à effectuer:</b>	<b>8</b>
<b>5.</b>	<b>Matériel à disposition:</b>	<b>10</b>
5.1.	Liste des Echantillons:	10
<b>6.</b>	<b>Références:</b>	<b>10</b>

## 2. Théorie :

### 2.1. Origine microscopique élémentaire du ferromagnétisme :

Un matériau ferromagnétique développe une magnétisation globale spontanée lorsqu'il est refroidi en dessous d'une température critique  $T_c$  dans un champ magnétique nul. Cette magnétisation est souvent la conséquence d'une énergie d'échange positive  $J$  entre les spins des électrons libres dans un métal, favorisant ainsi l'alignement des spins. Le spin d'un électron est en fait son impulsion angulaire intrinsèque, qui produit un moment magnétique. Considérons l'Hamiltonien pour la chaîne d'Ising unidimensionnelle d'une longueur  $n$ :

$$H = -J \sum_{i=1}^{n-1} s_i \cdot s_{i+1} - H \sum_{i=1}^n s_i$$

Pour un  $J$  positif, il est clair que l'énergie libre dans le système est minimisée lorsque les spins  $s_i$  sont parallèles et que le champ externe  $H$  est appliqué parallèlement à cette direction. Le système va donc être soumis à une transition de phase à cet état ordonné ferromagnétique dès que la température est suffisamment basse pour que l'ordre du spin ne soit pas détruit par des fluctuations thermiques. Si  $J$  est négatif, les spins seront orientés de manière anti-parallèle, formant un anti-ferroaimant. Comme on peut le voir depuis le Hamiltonien, cet ordre peut être détruit pour un champ  $H$  appliqué suffisamment large.

En analogie au diamagnétisme orbital de Landau, (voir l'expérience Susceptibilité AC) il est aussi possible de générer le ferromagnétisme en alignant les moments orbitaux magnétiques plutôt que les spins.

En général, un ferroaimant poly-cristallin macroscopique comprendra plusieurs domaines séparés dans lesquels les spins seront alignés. Toutefois, ces domaines de magnétisation ne seront pas nécessairement alignés entre eux et la masse de magnétisation de l'échantillon est donnée par la somme vectorielle de chaque domaine de magnétisation individuelle. En appliquant un champ magnétique externe, il est possible d'orienter ces domaines jusqu'à ce qu'ils soient tous parallèles au champ. L'échantillon sera alors en phase de saturation magnétique. Dans un mono cristal ferromagnétique, une orientation privilégiée peut exister le long des axes cristallographiques variables. La magnétisation d'un mono cristal est donc pas seulement une fonction du champ appliqué mais aussi l'orientation du cristal en respect du champ.

Si l'on considère un échantillon avec un mono domaine, on peut appliquer l'approximation du champ moléculaire pour décrire le comportement de l'échantillon lorsqu'il est refroidi pendant sa transition ferromagnétique. Laissons chaque site atomique être sujet à un champ interne  $H_I$ , qui est produit par tous les autres atomes. Le champ  $H_I$  est proportionnel à la magnétisation  $M$ :

$$H_I = \lambda M$$

La susceptibilité paramagnétique  $\chi$  suit la loi de Curie  $\chi = C/T$ . Pour un échantillon ferromagnétique, la susceptibilité haute température est décrit par la loi Curie-Weiss.

$$\chi = \frac{M}{H} = \frac{C}{T - T_c}$$

ou  $T_c$  est la température de Curie, signalisant le commencement du ferromagnétisme. En dessous de  $T_c$  il peut être démontré que la magnétisation  $M$  pour  $N$  atomes par unité de volume, chacun avec un moment magnétique  $\mu$ , sera donné par:

$$M = N\mu \cdot \tanh \frac{\mu H}{kT}$$

En appliquant une approximation du champ moléculaire, on déduit:

$$M = N\mu \cdot \tanh \frac{\mu \lambda M}{kT}$$

Cette équation décrit la saturation de magnétisation pour un ferromagnétique possédant un seul domaine. Elle est une fonction de la température.

Champs magnétiques à l'intérieur des matériaux :

On décrit le comportement de la matière dans un champ magnétique  $\vec{H}$  par l'induction  $\vec{B}$  et l'aimantation  $\vec{M}$ . Dans le système MKS leur relation est

$$\vec{B} = \mu_0 (\vec{H} + \vec{M}) \quad (1)$$

Si  $\vec{B}$  et  $\vec{H}$  sont parallèles on peut définir une perméabilité scalaire  $\mu$

$$\mu = \mu_0 \cdot \mu_r = \frac{B}{H} \quad (2)$$

qui caractérise le matériau en question. Expérimentalement on distingue les substances avec  $\mu_r > 1$ , les paramagnétiques, des diamagnétiques qui ont  $0 \leq \mu_r < 1$ . Pour les substances ferromagnétiques la perméabilité n'est plus une constante, mais dépend de  $H$  et de l'histoire du traitement. La susceptibilité  $\chi$  est reliée à la perméabilité  $\mu_r$  par la relation

$$\chi = \frac{M}{H} = \mu_r - 1 \quad (3)$$

L'aimantation  $\vec{M}$  contribue comme le champ  $\vec{H}$  à l'induction  $\vec{B}$  à l'extérieur de l'échantillon. En effet, l'induction  $\vec{B}$  créée par une sphère de rayon  $a$  et d'aimantation homogène  $\vec{M}$  est celle d'un dipôle avec moment dipolaire  $\vec{m}$ .

$$\vec{m} = \frac{4}{3} a^3 \vec{M} \quad (4)$$

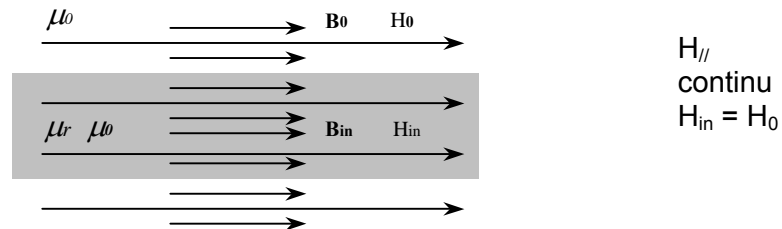
## 2.2. Désaimantation géométrique :

Lorsqu'un champ magnétique est appliqué à un objet, le champ interne  $H_{in}$  est fonction non seulement de la perméabilité relative de l'objet  $\mu_r$ , mais aussi de sa forme. Ce phénomène provient de la limite des conditions pour  $B$  et  $H$  qui s'applique lors du croisement de différents milieux magnétique.

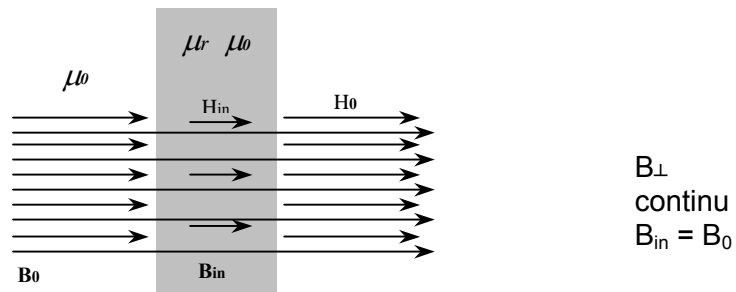
A l'interface entre deux milieux magnétiques, la composante normale de  $\mathbf{B}$ ,  $B_{\perp}$ , et la composante tangentielle de  $\mathbf{H}$ ,  $H_{//}$ , sont continues.

Pour illustrer cela, considérons ces deux exemples extrêmes, une longue tige et une couche mince.

Longue tige:



Couche mince:



Il est clair que le champ interne  $H_{in}$  dans la fine plaque est réduite par un facteur  $\mu_r$ .

Vu que la susceptibilité  $\chi = M/H_{in} = \mu_r - 1$ , on peut généraliser la géométrie de démagnétisation par la relation:

$$H_{in} = H_0 - NM$$

Où  $N$  est le coefficient géométrique de démagnétisation;  $0 \leq N \leq 1$ . Cela dépend uniquement de la forme du matériau. Pour la longue tige  $N = 0$  alors que pour la couche mince  $N=1$

Le facteur de démagnétisation pour les autres formes (sphère, cylindre) se trouvant entre deux peuvent être calculée analytiquement. Plusieurs exemples de facteurs de démagnétisation sont montrés en Fig.1

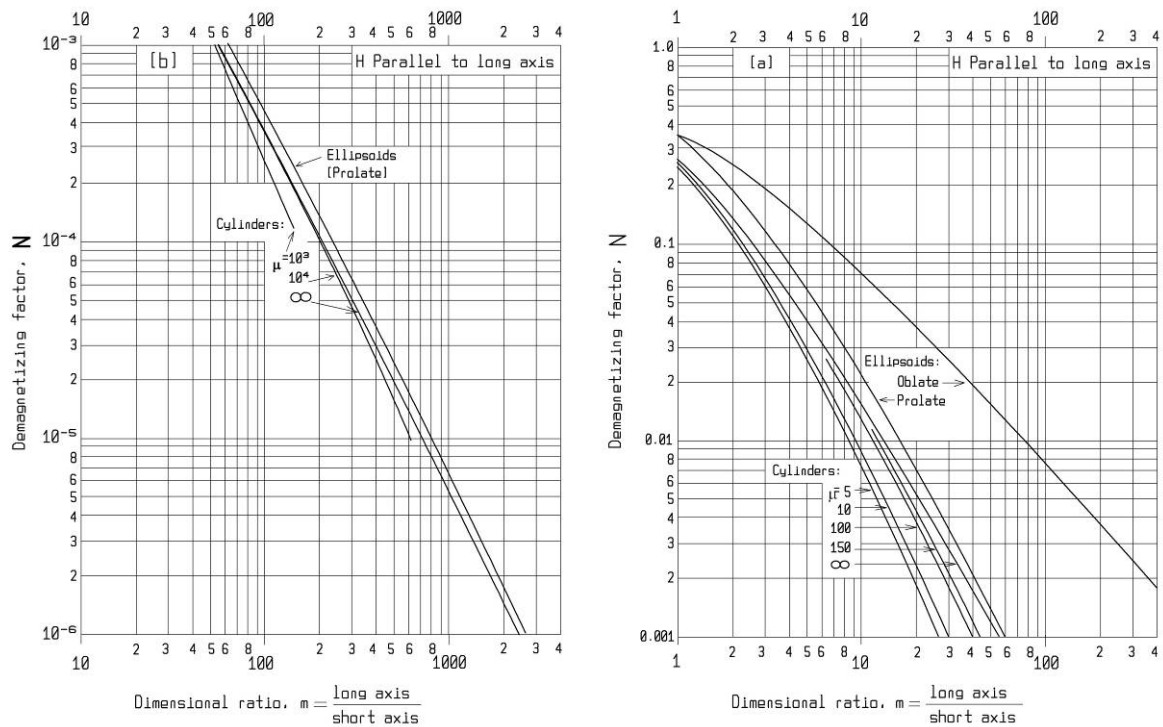


Figure 1 Différents facteurs théoriques de démagnétisation

### 2.3. Méthode de mesure :

Appliquons l'équation de Maxwell

$$\nabla \times \vec{E} + \frac{\delta \vec{B}}{\delta t} = 0 \quad (5)$$

à la configuration de la figure 2. On en déduit:

$$U_{\text{ind}} = \oint \vec{E} \cdot d\vec{l} = - \frac{d}{dt} \int_s \vec{B} \cdot \vec{\Omega} ds = - \frac{d}{dt} \phi \quad (6)$$

où  $\phi$  est le flux magnétique à travers la spire. Si on déplace le moment magnétique de la position A, on peut mesurer une tension induite

$$\int U_{\text{ind}} dt = - (\phi_A - \phi_B) \quad (7)$$

qui est proportionnelle à l'aimantation. Effectivement on utilise deux bobines qui sont connectées comme indiqué à la figure 2. Pour les deux bobines, la tension induite est la somme sur toutes les spires de chaque bobine. Ceci nous permet d'enlever des effets de « bruit à l'arrière-plan » produits par la grande bobine.

Il semble maintenant évident la manière avec laquelle on peut mesurer le moment magnétique en assemblant des bobines et en déplaçant l'échantillon au centre de ces bobines.

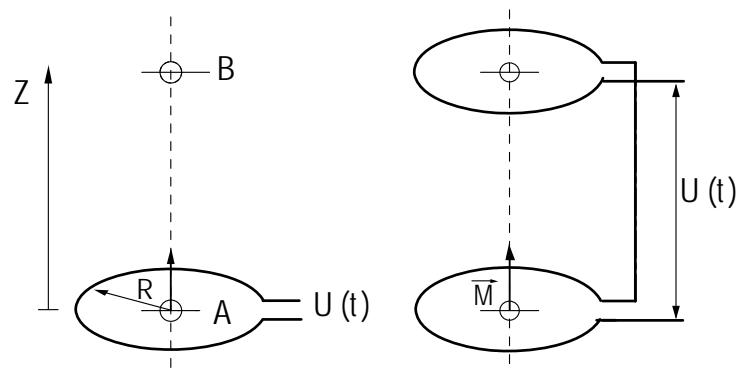


Figure 2 Schéma des bobines de mesure

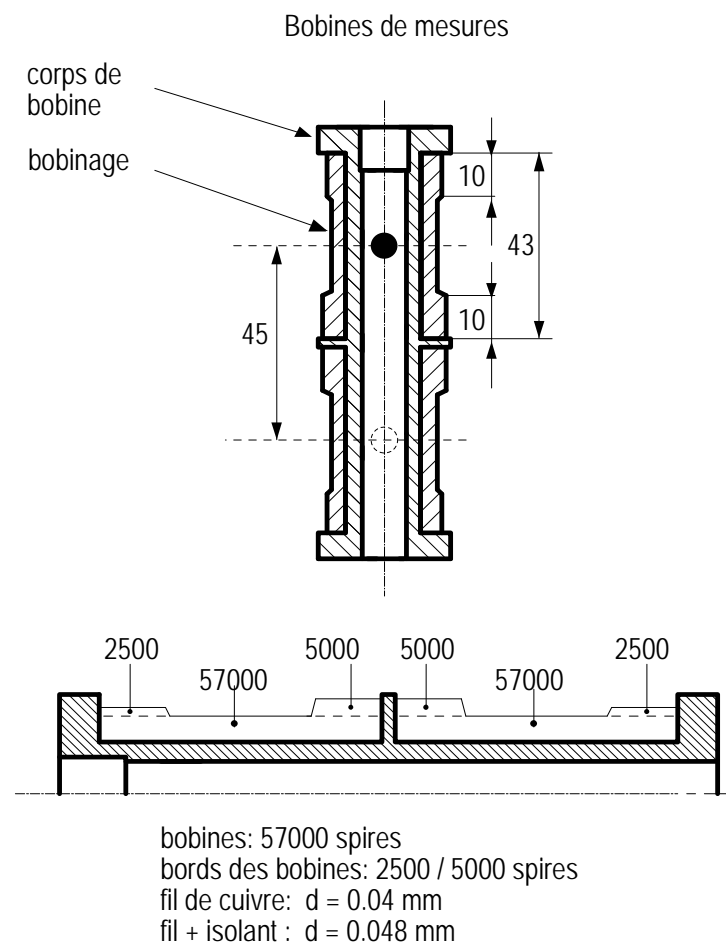


Figure 2.1 Détail des bobines de mesures

### 3. Equipement :

#### 3.1. Vue en coupe de l'installation :

La figure 3 ci-dessous montre le dessin de l'installation pour les mesures. La bobine pour le champ magnétique est plongée dans un bain d'azote liquide, l'échantillon se trouve dans une enceinte séparée du bain par deux autres enceintes.

3.1.1. Pour refroidir l'échantillon, il faut remplir toutes les trois enceintes avec l'hélium jusqu'à une pression de 0.5 atmosphère (1,0 atm représente la pression ambiante) pour garantir un bon contact thermique avec l'azote. La température peut être mesurée aux endroits indiqués dans la figure par des thermocouples type K Cuivre-Constantan et l'enceinte d'échange comporte un chauffage qui permet de porter l'échantillon à des températures comprises entre celle de l'azote liquide et l'ambiante sans contact physique en faisant le vide ou le remplaçant avec de l'hélium.

3.1.2. Pendant le chauffage de l'échantillon, il faut pomper en permanence sur l'enceinte 3 pour isoler l'échantillon de l'azote liquide. Idéalement, l'échantillon doit être changé à température ambiante avec une "petite" surpression dans le système pour éviter la condensation (= glace dans ce cas) sur les murs froids de l'enceinte intérieure.

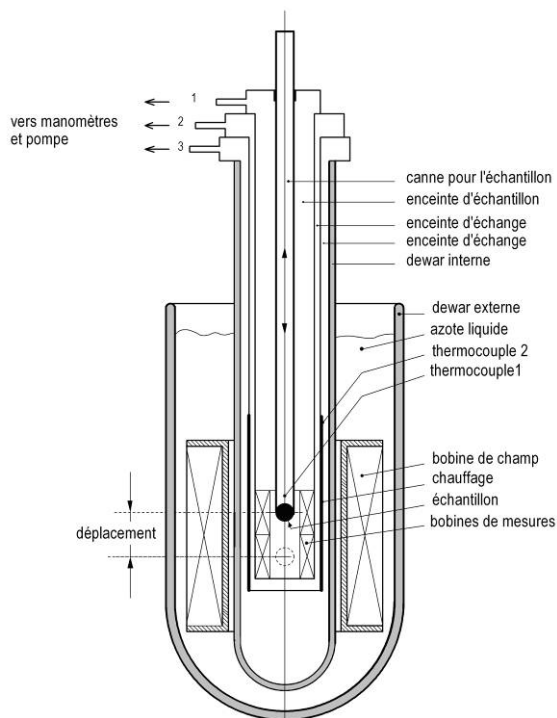


Figure 3 : Vue en coupe de la partie cryogénique du magnétomètre à CC

#### 3.2. L'intégrateur :

3.2.1. La magnétisation de l'échantillon, est mesuré (comme suggéré dans la section précédente) en déplaçant l'échantillon à travers les bobines de mesure, en le maintenant en position en fin de chaque course pour mesurer le voltage total induit dans les bobines par l'intermédiaire d'un circuit intégrateur.

3.2.2. Ce circuit comporte un amplificateur opérationnel, représenté par la fig. 4. Notons qu'il y a un léger décalage de lecture dans l'intégrateur, dû au bruit de fond électrique. Cela ne devrait pas être pris en considération lors des prises de mesure. Un potentiomètre (ajustable avec le tournevis à disposition) permet de réduire ce décalage. Cet intégrateur

nécessite d'être allumé environ 2 heures avant pour qu'il se stabilise (mise en « chauffe » des composants internes) généralement fait par le préparateur.

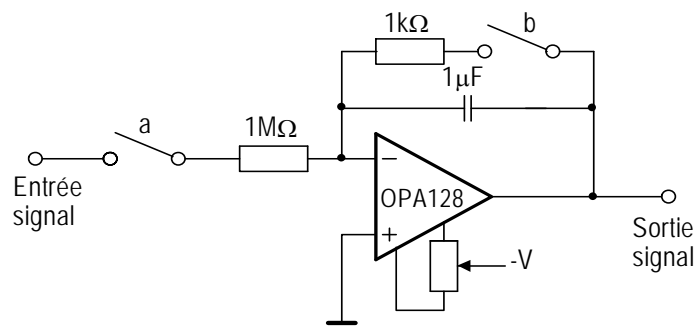


Figure 4 Schéma de l'intégrateur

#### 4. Travaux et Mesures à effectuer:

Gérez intelligemment le changement des échantillons et les mesures à effectuer en fonction de la température pour éviter les pertes de temps de mise en température de l'échantillon. Il faut plus de trois heures pour refroidir l'expérience, si l'échantillon y est placé avant, cela vous permettra de gagner du temps pour les premières mesures.

4.1.1. Calculez explicitement  $(\phi_A - \phi_B)$  de l'équation (7) pour un moment magnétique donné par l'équation (4).

4.1.2. Démontrez les conditions de frontières pour B et H en traversant du vide dans un milieu avec une perméabilité relative  $\mu_r$ .

4.1.3. Mesurez M en fonction de H pour les trois sphères de Nickel mono- cristallines, qui sont orientées dans les trois axes principaux (voir Fig. 5). Faites ces mesures à 93K et à 273K. Attention: Ne pas laisser tomber ces échantillons, des chocs perturbent l'alignement cristallin! L'équivalence courant-champ pour la bobine est donné en Fig. 6.

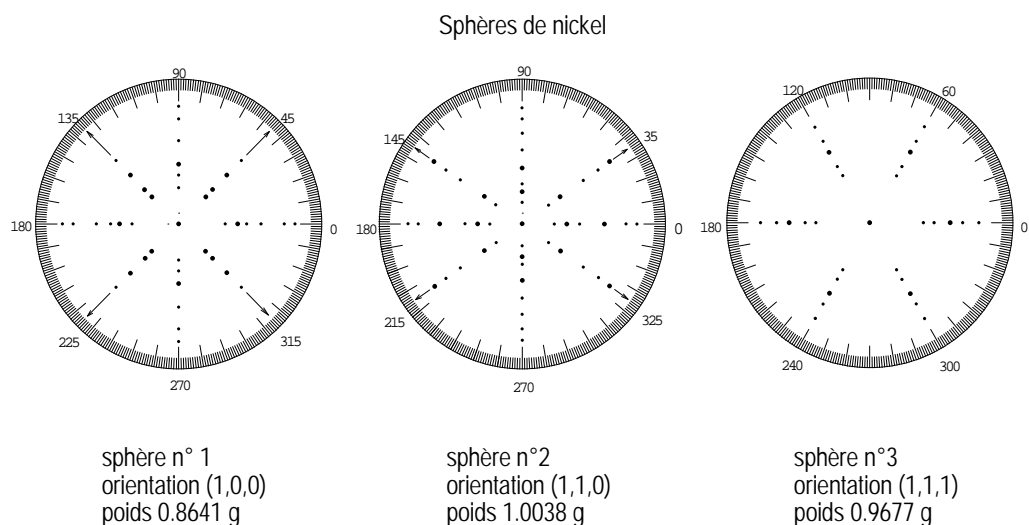


Figure 5 : Motifs de diffraction de cristal de Nickel par rayons X



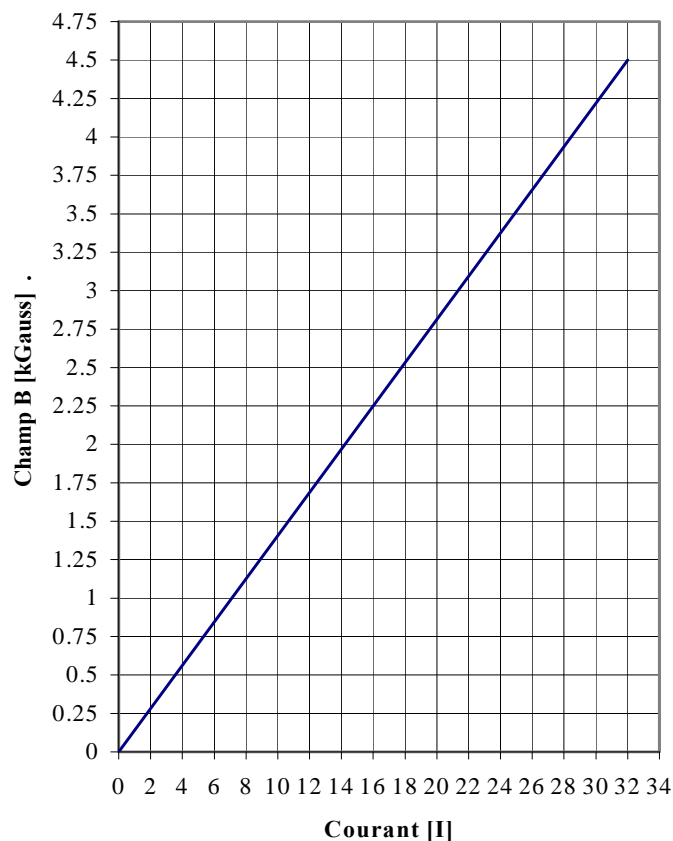
4.1.4. Mesurez l'aimantation de saturation et l'aimantation bas-champ de l'échantillon  $\text{Pd}_{95}\text{Fe}_5$  en fonction de la température.  $T_{\text{Curie}} < 290^\circ \text{K}$ .

4.1.5. Mesurez la courbe d'hystérésis de l'échantillon en alliage  $\text{AlNiCo}$  à 93K et à 273K. Déterminez l'hystérésis et la force coercitive. Indiquez un chemin pour amener cet échantillon à  $M = 0$  avec  $H > 0$ . On ne va pas faire un prix Nobel avec ces mesures ni cet équipement, des pas de mesure trop précis n'est donc pas nécessaire !

4.1.6. Constatez et expliquez quantitativement pourquoi on arrive à saturer l'échantillon en Fe qui est un barreau allongé et pourquoi pas celui qui est sphérique.

4.1.7. Important: **Ne pas aller au delà de 25A et dès 16 A**, prendre les mesures par incréments de 3A, (même si votre amour propre pour la précision des mesures en prend un coup, merci de respecter ces consignes) pour le courant dans la bobine, faire les mesures brièvement pour éviter un échauffement de la bobine sinon sa résistance augmente et l'alimentation se met en court circuit, vos mesures pouvant ainsi être faussées. Idéalement commencer par le niveau d'azote le plus haut possible (bobine =  $1.2 \Omega$  à  $-196^\circ\text{C}$ ,  $9.7 \Omega$  à température ambiante) Vérifier régulièrement le niveau d'azote pour ne pas détruire la bobine.

Champ magnétique B en fonction de I



$$\text{Constante d'aimantation } B = \left( \frac{0.139 \text{ kGauss}}{A} \right) * I$$

Figure 6

## 5. Matériel à disposition:

- ❑ Alimentation stabilisée 52V, 30A, Delta Electronika (réglage du champ de la bobine)
- ❑ Régulateur Omron E5CJ-Q2HB, un second sert uniquement d'affichage température.
- ❑ Intégrateur
- ❑ Voltmètre
- ❑ Canne porte échantillon
- ❑ 11 Echantillons
- ❑ Sélecteur inverseur de courant
- ❑ Pompe à vide à palette CIT-alcotel type 2012A
- ❑ Bouteille d'hélium 200b. manodétendeur réglé à 1.5b
- ❑ Bobines de champs et bobines de mesures
- ❑ Vannes à vide VAT et vanne micrométrique pour l'Hélium
- ❑ Dewar fixes
- ❑ Dewar mobile de 25 L. pour le remplissage de l'expérience

### 5.1. Liste des échantillons

No	1	Nickel	sphère	monocristal orientation (1,0,0) $\rho=0.8641$ g
	2	Nickel	sphère	monocristal orientation (1,1,0) $\rho=1.0038$ g
	3	Nickel	sphère	monocristal orientation (1,1,1) $\rho=0.9677$ g
	4	Gadolinium	sphère	
	5	Fe 5N	barre	
	6	Pd95 Fe5	barre	diamètre 1,8 mm; L = 18 mm
	7	Alnico	barre	diamètre 4,2 mm; L = 28 mm
	8	Fer doux	sphère	diamètre 6 mm; polycristal
	9	Fer doux	barreau	polycristal
	10	Nickel	cube	monocristal 4 mm d'arête (111)
	11	Nickel	cube	monocristal 4 mm d'arête (100);(110)

Les échantillons sont fragiles, les manipuler avec soin, tout mettre en œuvre pour qu'ils ne tombent pas, les remettre immédiatement dans le casier.

## 6. Références utiles:

- |                |  |
|----------------|--|
| [1] D. Jiles   | Magnetism and magnetic materials, Chapman et Hall (1991) |
| [2] Ch. Kittel | Introduction à la physique du solide, Dunod (1972)       |
| [3] Jackson    | Classical Electrodynamics, Wiley (1962)                  |
| [4] Kueller    | Ferromagnetismus, Springer (1962)                        |
| [5] R.M Bozart | Ferromagnetism, van Nostrand (1951)                      |
| [6] A.H Morish | The Physical Principles of Magnetism, Wiley (1965)       |
| [7] Heck       | Magnetische Werkstoffe, Heidelberg (1975)                |
| [8] J. Crangle | Solid State Magnetism, Edward Arnold (1991)              |

TPI. 7-12-1994

Mise à jour sept. 2000

Mise à jour sept 2007 A.Petrovic

Mise en page mai 2008 L. Windels