

Variation des propriétés de résonance du grenat d'yttrium à substitution de Al³⁺

Autor(en): **Berteaud, André-Jean**

Objektyp: **Article**

Zeitschrift: **Archives des sciences [1948-1980]**

Band (Jahr): **13 (1960)**

Heft 9: **Colloque Ampère**

PDF erstellt am: **13.09.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-738588>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern. Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

Haftungsausschluss

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

Variation des propriétés de résonance du grenat d'yttrium à substitution de Al^{3+}

par André-Jean BERTEAUD

Laboratoire de Magnétisme et de Physique du Solide du C.N.R.S.,
Bellevue, (Seine-et-Oise).

A la suite de résultats obtenus dans des études antérieures [1], nous avons procédé à une étude approfondie de l'influence sur « g » et ΔH_a de la substitution de Fe^{3+} par Al^{3+} dans le grenat d'yttrium. Les composés étudiés répondent à la composition moléculaire $(5 - x) \text{Fe}_2\text{O}_3$, $x \text{Al}_2\text{O}_3$, $3 \text{Y}_2\text{O}_3$.

Les matériaux ont tous été préparés par coprécipitation, puis traités ou recuits en atmosphère d'oxygène pendant quatre heures. Pour la teneur $x = 1,5$ exceptée et jusqu'à $1\ 400^\circ \text{C}$ inclus, le traitement est fait à des températures variant de $1\ 250^\circ \text{C}$ à $1\ 400^\circ \text{C}$. Les échantillons traités à $1\ 350^\circ \text{C}$ ont été ensuite recuits à $1\ 450^\circ \text{C}$. Pour la teneur correspondant à $x = 0,75$, deux recuits successifs à $1\ 450^\circ \text{C}$ ont été effectués. Nous indiquons par la suite les traitements réalisés pour $x = 1,5$.

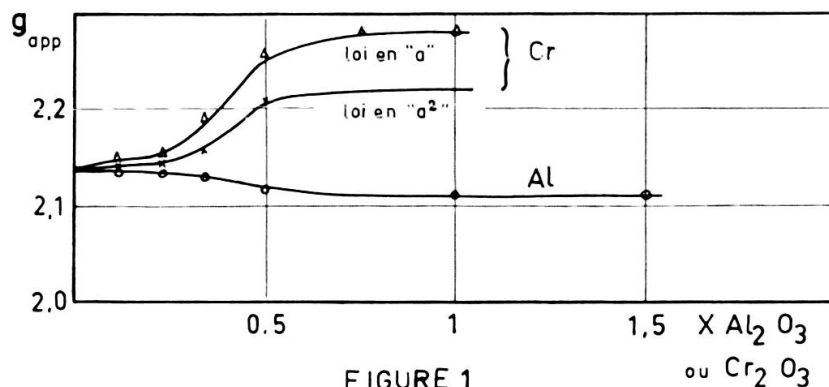
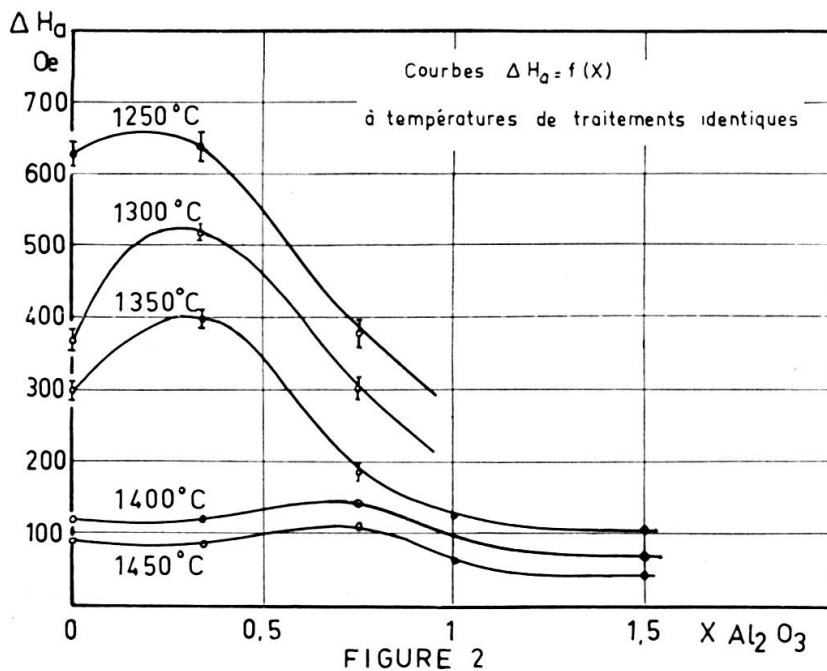


FIGURE 1

Nous avons mesuré la densité relative des échantillons (rapport de la densité apparente à la densité théorique). La figure 3 met en évidence les variations de d_{rel} en fonction de la température de traitement pour des

teneurs en Al correspondant à $x = 0, 0,3$ et $1,5$. On constate qu'il devient plus difficile d'obtenir des densités relatives élevées, donc des porosités faibles, lorsque la teneur en Al augmente.

Nous rendons compte, à la figure 1, des variations de « g » apparent en fonction de la teneur en Al^{3+} pour des matériaux de densité voisine. Il est à noter que dans ce cas de substitution, nous n'avons pas observé de variation de « g » avec le diamètre des échantillons. Nous donnons également, à titre de comparaison, les courbes de variation de « g » dans le cas de substitution de Fe par Cr. Ces derniers résultats ont été obtenus en tenant compte



des variations de « g » avec le diamètre « a » des échantillons. La plage de variation de « a » étant assez faible, nous avons déjà indiqué [2] qu'il nous semblait difficile d'opter soit pour une loi de variation en « a^2 », soit pour une loi en « a ». On note une légère diminution de « g » lorsque la teneur en Al croît alors que la substitution de Cr augmente « g », quelle que soit la loi de variation en fonction de « a ». Des variations similaires ont été observées en substituant ces mêmes métaux au fer dans le grenat d'erbium [3].

La figure 2 montre les variations de la largeur ΔH_a de la courbe de résonance en fonction de la teneur en Al^{3+} , pour les différentes températures de traitement. On note qu'après passage par un maximum dont

l'abscisse varie légèrement avec la température de traitement, ΔH_a décroît avec x . Pour $x > 1,5$, le matériau n'est plus ferrimagnétique à la température ordinaire.

D'autre part, l'existence signalée d'un maximum de ΔH_a n'est pas en contradiction avec les résultats déjà obtenus [1] selon lesquels, à densité égale, la substitution de Al diminue la largeur de raie quel que soit x . En effet, pour retrouver ce résultat, il suffit de construire la courbe $\Delta H_a = f(x)$ à densité relative constante, à partir des courbes des figures 2 et 3. On

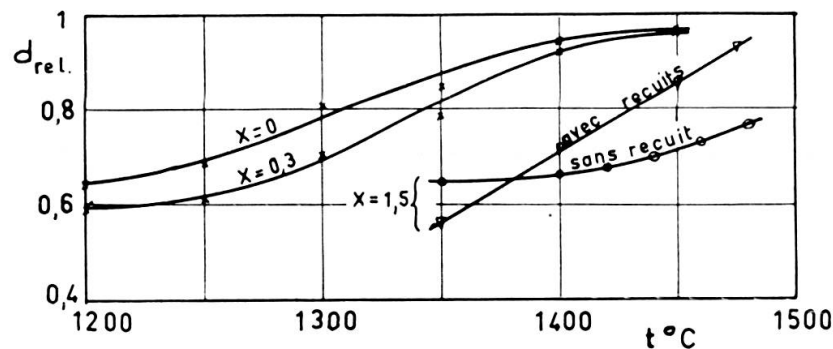


FIGURE 3

obtient alors le réseau de la figure 4 dont le résultat essentiel à noter est la faible valeur de ΔH_a pour $x = 1,5$ et pour des porosités pourtant très importantes. Nous indiquons par la suite que la diminution du moment à saturation n'est probablement pas la seule cause de cette décroissance de ΔH_a .

Comme nous l'avons dit, nous traitons séparément du cas $x = 1,5$. Ce cas correspond non seulement à des résultats assez intéressants, mais aussi aux difficultés de fabrication les plus grandes et les moins connues. Nous ne donnerons donc que des résultats partiels, ne serait-ce que parce que nous n'avons pu obtenir à ce jour des densités assez élevées.

La courbe de la figure 3 correspondant à $x = 1,5$ avec recuits, a été obtenue en traitant les échantillons à 1350°C , et en leur faisant subir trois recuits successifs de quatre heures aux températures de 1400°C , 1450°C et 1475°C . On note l'augmentation régulière de la densité relative. Cet accroissement de d_{rel} se traduit par une diminution de ΔH_a , pour $d_{rel} \leq 0,86$, comme le montre la figure 5 (points repérés par un triangle). L'augmentation observée de ΔH_a pour $d_{rel} > 0,86$ n'a encore pu être expliquée, mais il est possible qu'un traitement global de 16 heures (à cette température, le matériau a subi trois recuits successifs), soit trop long et

entraîne une réduction partielle. La raie la plus étroite que nous ayons obtenue sur les matériaux polycristallins correspond, à cette teneur $x = 1,5$, au recuit à $1\ 450^\circ\text{C}$ et présente une largeur de $37\ 0e$. Des raies plus étroites (jusqu'à $15\ 0e$) ont pu être obtenues pour le grenat d'yttrium pur polycristallin [4] mais elles l'ont été d'une part pour des matériaux dont la porosité était très faible ($d_{rel} > 0,95$) et d'autre part avec des compositions

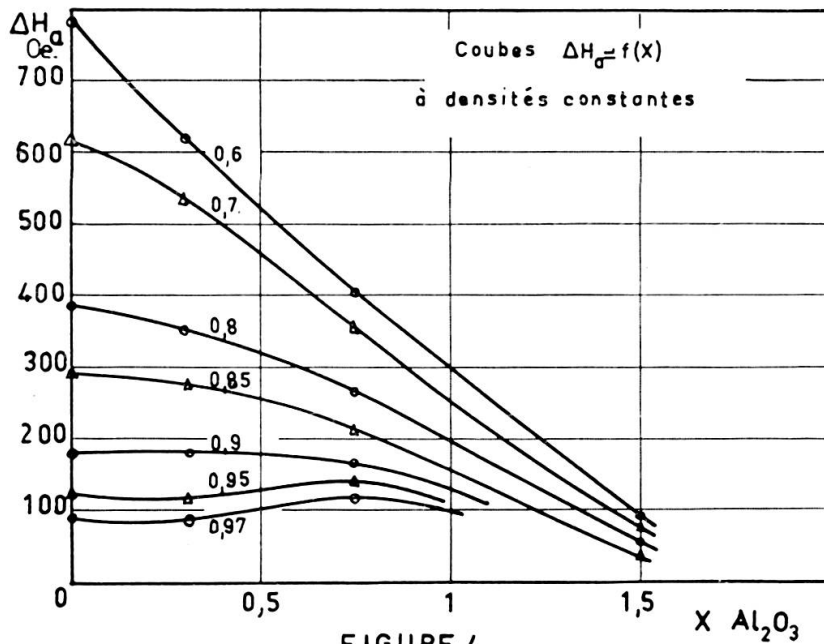


FIGURE 4

et des traitements thermiques optimums. Tel n'est pas le cas du matériau que nous avons utilisé, dont la densité relative n'est que de $0,85$ et dont le traitement thermique n'est certainement pas le meilleur. L'amélioration du matériau peut faire l'objet d'une étude approfondie car dans des conditions de traitement analogues, nous n'avons obtenu qu'un ΔH_{α} de $90\ 0e$ pour le grenat d'yttrium pur.

D'autres matériaux ont été fabriqués avec la teneur $x = 1,5$ et avec de l'yttrium plus pur ($99,95\%$ de pureté); ces matériaux étaient traités pendant quatre heures à des températures comprises entre $1\ 350^\circ\text{C}$ et $1\ 480^\circ\text{C}$; la courbe des densités obtenue est celle de la figure 3, ($x = 1,5$, sans recuit). On voit que la plage de densité est relativement faible ($0,65$ à $0,77$) pour des variations de températures importantes ($1\ 350^\circ\text{C}$ à $1\ 480^\circ\text{C}$). Les largeurs de raie de ces matériaux sont parfaitement placées sur la courbe $\Delta H_{\alpha} = f(d_{rel})$, obtenue avec la série précédente (fig. 5, points repérés

par un cercle). Les matériaux ont été ensuite recuits pendant quatre heures puis huit heures à leur température de traitement respective et les densités relatives ainsi que les ΔH_a n'ont pas subi de variations sensibles. Ceci n'est pas encore expliqué, la différence avec la première série pouvant

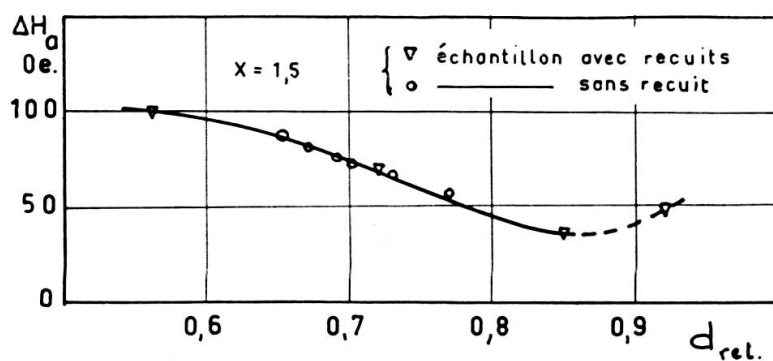


FIGURE 5

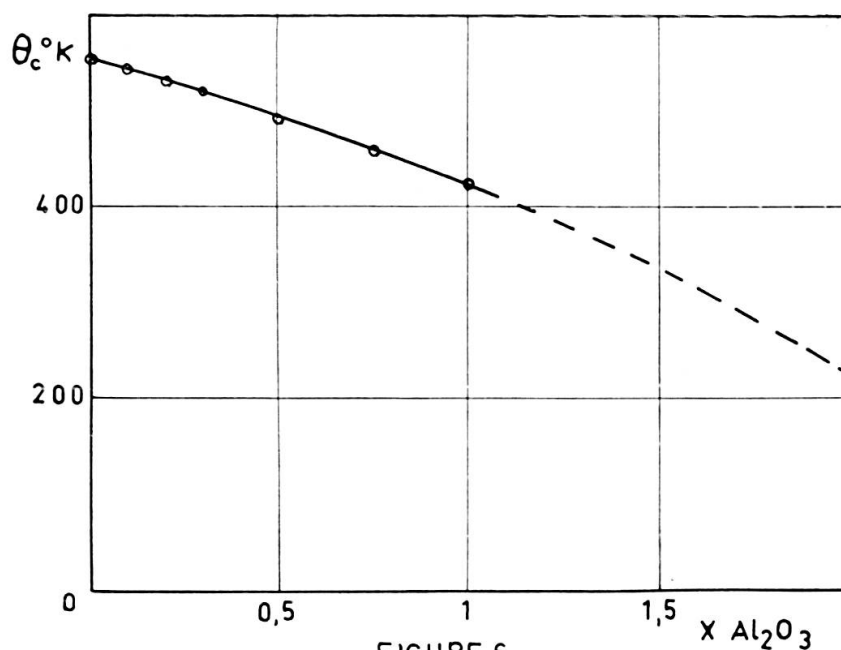


FIGURE 6

provenir du fait que les échantillons sont frittés directement à une température élevée égale à celle des recuits successifs et non à une température inférieure.

Etant donné les résultats auxquels a conduit l'étude faite à la température ordinaire ($\approx 20^\circ \text{C}$), il nous a semblé intéressant d'observer la

variation de ΔH_a en fonction de x , à une température plus basse, choisie de façon à être inférieure à la température du point de Curie du matériau correspondant à la teneur $x = 2$. En extrapolant la courbe de variation du point de Curie de G. Villers et J. Loriers [5] pour x compris entre 0 et 1, on obtient la courbe $\theta_c = f(x)$ de la figure 6. Elle montre que pour $x = 2$, θ_c est égal à environ 220°K . Nous avons alors réalisé quelques mesures à la température de l'azote liquide. La figure 7 représentant les variations de

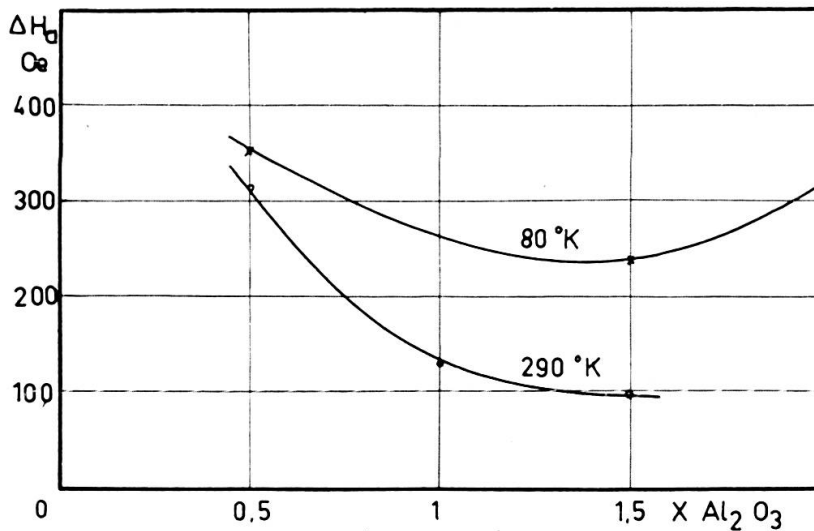


FIGURE 7

ΔH_a en fonction de x , à la température ordinaire (290°K environ) et à la température de l'azote liquide (80°K environ), met en évidence l'existence à 80°K d'un minimum de ΔH_a pour x voisin de 1,5. La courbe construite pour 290°K correspond à celle du réseau de la figure 2 (traitement à 1350°C). Les mesures faites à 80°K et à 290°K ont porté sur les mêmes échantillons. Outre le minimum de ΔH_a , on note aussi l'augmentation importante de ΔH_a quand on passe de la température ordinaire à celle de l'azote liquide. Ceci est tout à fait conforme aux variations de ΔH_a en fonction de la température indiquées par divers auteurs. La figure 8 rend compte des variations de ΔH_a en fonction de la densité pour la teneur optimum de $x = 1,5$. On voit que l'influence de la porosité est faible à 80°K contrairement à ce qui est observé à 290°K . En effet, la variation $\frac{\delta(\Delta H_a)}{(\Delta H_a)_{\text{moy}}}$ est inférieure à 10% pour 80°K et de l'ordre de 100% à 290°K . Ces considérations conduisent à la remarque suivante: si la diminution du moment magnétique suffisait à expliquer la diminution de la largeur de

raie ΔH_a , le matériau tendant à devenir paramagnétique, l'influence de la porosité devrait être d'autant moins importante que le moment est plus faible. Ceci justifierait les résultats de la figure 4, puisque la température du point de Curie diminue avec x .

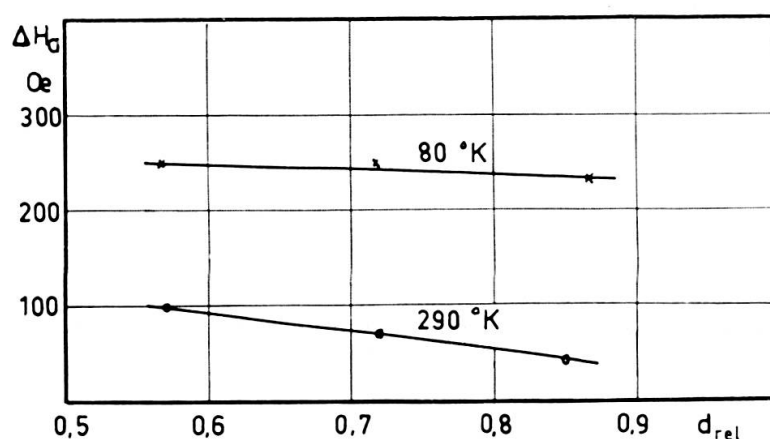


FIGURE 6

Cette justification nous semble insuffisante car on devrait observer, dans ce cas, une action de la porosité beaucoup plus grande à 80° K, où l'on est loin du point de Curie, qu'à 290° K, ce qui est en contradiction avec les résultats de la figure 8. De même la diminution régulière avec x du moment à saturation ne peut expliquer l'existence d'un minimum de ΔH_a pour x voisin de 1,5 à 80° K (fig. 7).

BIBLIOGRAPHIE

1. VAUTIER, R., A.-J. BERTEAUD, *C. R. Acad. Sci.*, 250, 1812-1814 (1960).
2. VAUTIER, R., A.-J. BERTEAUD, *C. R. Acad. Sci.*, 247, 1322-1324 (1958).
3. BERTEAUD, A.-J., *Thèse Paris* (1960).
4. VAN UITERT, L., G., F. W. SWANEKAMP, S. PREZIOSI, *J. Am. Cer. Soc.*, 42, 471-473 (1959.)
5. VILLERS, G., J. LORIER, *C. R. Acad. Sci.*, 245, 2033-2036 (1957).