

Partie expérimentale

Objektyp: **Chapter**

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

Band (Jahr): **22 (1969)**

Heft 3

PDF erstellt am: **13.09.2024**

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.

II. PARTIE EXPÉRIMENTALE

II.1. DESCRIPTION DE L'APPAREILLAGE

Pour déterminer les propriétés magnétiques d'une substance, et plus spécialement sa susceptibilité, il suffit donc — nous venons de voir les bases de la méthode de Faraday-Curie — d'introduire un échantillon de masse connue dans un champ magnétique inhomogène d'intensité et de gradient connus, et de mesurer la force qu'il y subit. Comment produire, contrôler et connaître la configuration de champ magnétique à gradient lié $H_z dH_z/dy$? Comment mesurer la force F_y avec la précision et la sensibilité suffisantes dans de bonnes conditions expérimentales? Il est du plus haut intérêt d'étudier le comportement magnétique d'un spécimen en relation avec sa température, de même qu'il est essentiel d'étudier les propriétés d'une substance ferromagnétique en fonction du champ magnétique à une température fixe. Ainsi, comment refroidir un échantillon à la température de l'hélium liquide, par exemple; comment contrôler et mesurer la température de l'échantillon dans le domaine de 1,5 à 300° K? De nombreux appareillages ont été décrits dans la littérature, basés sur la méthode de Faraday. En plus des articles généraux déjà cités sous (I.6), nous avons lu avec intérêt les descriptions plus détaillées se trouvant groupées sous la référence (II.1.). Les travaux les plus récents confirment les nombreux avantages de la technique de mesures magnétiques que nous avons choisie.

II.1.1. *Le champ magnétique*: Comme moyen de production de champs magnétiques, nous avons choisi un électro-aimant BRUKER du type B-E 20 B 8 à cause du rapport séduisant (performances/prix) qu'il offre. Cet aimant de conception géométrique favorable pour des mesures magnétiques par la méthode de force, possède des noyaux polaires cylindriques de diamètre 200 mm et un entrefer variable; le circuit magnétique fermé par une culasse double, présente des dimensions généreuses (plus d'une tonne de fer doux spécial). Les bobines d'excitation sont incorporées dans un système de refroidissement à l'eau. Comme alimentation nous disposons d'une génératrice OERLIKON de 10 KW de puissance, stabilisée en courant grâce à un contrôle électronique du courant d'excitation.

La partie essentielle de cet ensemble est bien sûr la paire de pièces polaires spéciales fournissant le produit champ-gradient $H_z dH_z/dy$ constant. Ces pièces de pôles sont de fabrication VARIAN et un certain nombre de conditions ont dû être remplies pour déterminer leur sélection. Pour obtenir des forces $F_y = \chi_g m H_z dH_z/dy$ s'exerçant verticalement sur le spécimen et permettant l'emploi d'une balance, les pièces de pôles doivent présenter une symétrie par rapport au plan perpendiculaire à l'axe des noyaux polaires de l'aimant. Deux restrictions sont ensuite essentielles en ce qui concerne la configuration du champ magnétique. D'une part la non-uniformité du champ nécessaire à l'obtention d'une force doit être

néanmoins raisonnable par rapport à la dimension des spécimens. D'autre part la région de « force constante » de volume bien supérieur à celui des échantillons est indispensable pour limiter les erreurs dues aux variations de position et de dimension éventuelles de différents spécimens. Ainsi le problème est de choisir des pièces de pôles réalisant un compromis aussi satisfaisant que possible entre ces spécifications compétitives, réservant de plus un entrefer adéquat pour le contrôle des basses températures. La firme VARIAN profitant des travaux (II.2) de SUCKSMITH (1929), FEREDAY (1931), HENRY et collaborateurs (1960) et HEYDING et al. (1961), a pu produire des pièces polaires répondant à nos spécifications :

- un entrefer de 1-1/8" permet l'introduction d'un cryostat dont la queue a un diamètre de 1".
- une zone où $H_z dH_z/dy$ est constante à 1/2 % environ, s'étend selon la verticale sur approximativement 1 cm.
- cette zone de force constante est également celle où $H_z dH_z/dy$ est maximum.

La figure II.1a représente une esquisse des pièces polaires et la position d'un échantillon sphérique dans l'entrefer.

La figure II.1b illustre quelques valeurs du produit $H_z dH_z/dy$ et du champ magnétique H_z en fonction de y , dans le cas où le spécimen est situé dans sa région idéale de configuration magnétique d'environ $20 \cdot 10^6 \text{ Oe}^2/\text{cm}$.

Avec l'électro-aimant BRUKER, les pièces de pôles VARIAN et la génératrice OERLIKON, nous pouvons effectuer des mesures magnétiques avec des champs compris entre 1,5 et 18 kOe.

II.1.2. *La balance* : Tout d'abord quelques rappels d'ordre historique concernant les moyens de détecter et de mesurer des forces d'origine magnétique. Dans ses travaux de pionnier, Faraday décrit une balance à translation horizontale du type pendule. Curie a développé une balance à équipage mobile horizontal également, suspendu à l'extrémité d'un fil de torsion. Ces dispositifs ont été sensiblement améliorés au cours des ans, permettent éventuellement l'emploi de fours pour des recherches à hautes températures, mais excluent l'utilisation de liquides réfrigérants dans des vases classiques du type Dewar pour des mesures dans la région de températures de l'hélium liquide. Dans ce cas une balance à pesée verticale est indispensable. Des systèmes composés de spirales de quartz ou d'anneaux métalliques déformables (type Sucksmith) ont été largement employés. Mais ces senseurs élastiques présentent une fidélité et une reproductibilité discutables, sont extrêmement délicats et fragiles, et exigent des amplifications optiques. Ainsi une balance classique du type suspension sur couteaux, sur pivots ou encore mieux sur fil de torsion offre actuellement le plus d'avantages et d'universalité pour des mesures de forces magnétiques en fonction de la température. Néanmoins il est essentiel d'assurer une compensation électro-

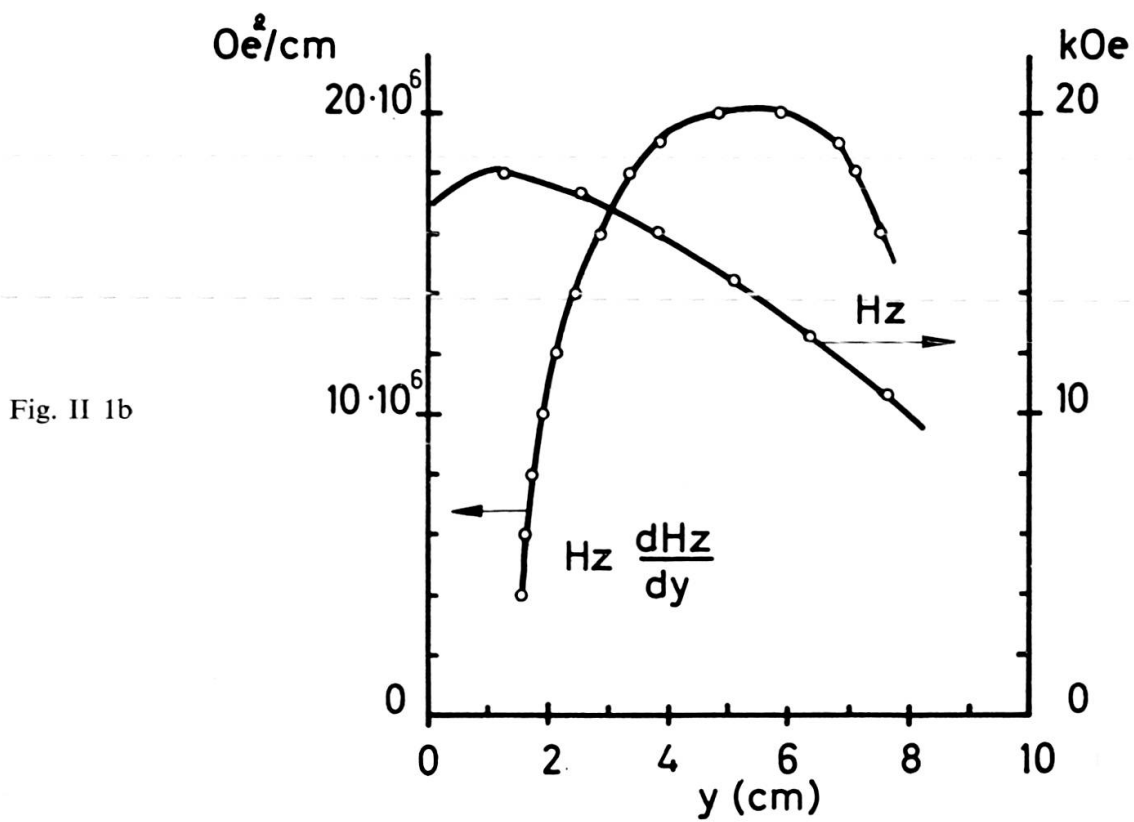
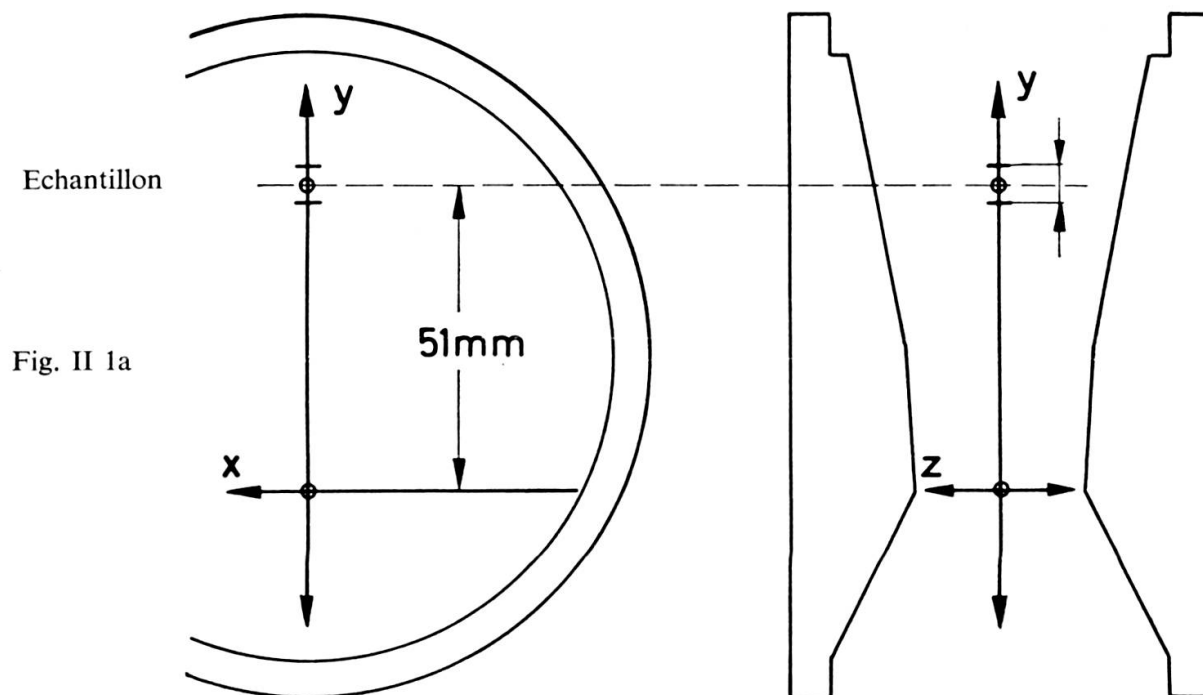


FIG. II.1

magnétique des forces à déterminer pour limiter, et même annuler, les déplacements du spécimen dans le gradient de champ magnétique; ceci pour éviter l'échauffement éventuel d'un échantillon métallique par courants de Foucault, et surtout pour fixer au mieux la position du spécimen dans la même région de champ magnétique au cours d'une série de mesures. Un facteur important dans le choix de la balance est également la dimension des échantillons. Notre appareillage étant destiné à mesurer des alliages métalliques généralement paramagnétiques, mais aussi dia- et ferro-

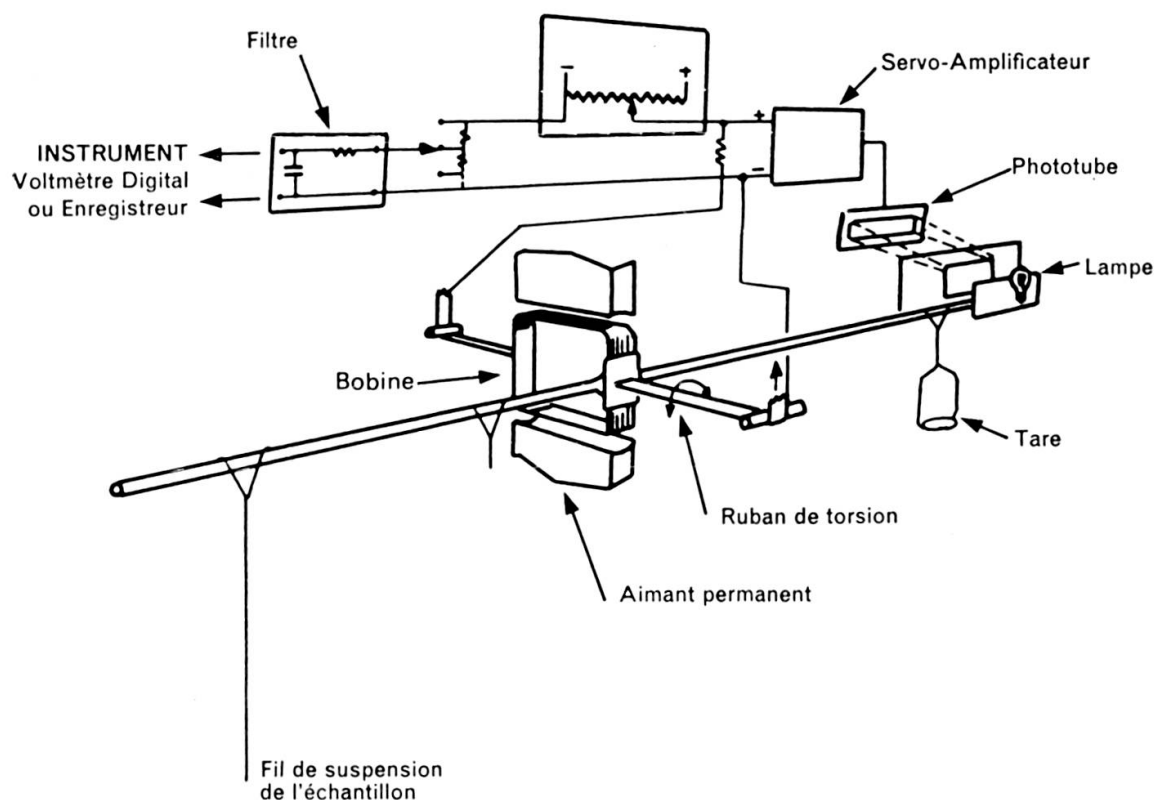


FIG. II.2. — Mécanisme de pesée de la microbalance

magnétiques, nous avons opté pour des spécimens de petites dimensions: de 5 à 200 mg selon la susceptibilité, et de 1 à 10 mm³ selon la densité. Cette petite taille présente de nombreux avantages: économie de substance du point de vue métallurgique, assurance d'une température uniforme dans l'échantillon, confort de l'échantillon dans la région de force constante, et possibilité surtout d'utiliser une microbalance de haute précision développée à l'origine pour des analyses chimiques. Nous avons ainsi adopté une électrobalance CAHN du type RG dont les caractéristiques principales sont les suivantes: on peut charger le fléau d'au maximum 1 gramme dans sa moitié comprenant la boucle de suspension de l'équipage « fil de suspension — support d'échantillon — échantillon »; dans nos conditions expérimentales ordinaires cette capacité maximale représente environ le double de la charge

effective, y compris la force magnétique à mesurer. On peut tarer sur le plateau du demi-fléau de contrepoids la charge morte, et ainsi disposer totalement des 250 mg environ de la compensation électromagnétique pour déterminer la force de Faraday $F_y = g \Delta m = \chi_g m H_z dH_z/dy$. La balance est sensible à des variations de masse de l'ordre de 0,1 μg (10^{-7} gramme), mais nos expériences ont montré en fait une reproductibilité de l'ordre du μg . Dans des conditions standard nous devons compter sur des variations apparentes de masse du spécimen Δm de quelques mg , et ainsi notre précision sur la mesure de la force magnétique atteint généralement et dépasse même 10^{-3} .

L'électrobalance CAHN est un instrument à compensation (voir le schéma sur la figure II.2). Une variation de poids du spécimen cause une déflexion momentanée du fléau. Ce mouvement modifie le courant du tube photoélectrique, changement qui est amplifié et réinjecté dans la bobine fixée au fléau. La bobine se trouve dans le champ d'un aimant permanent, de telle façon qu'un couple est exercé sur le fléau, restaurant l'équipage mobile de la balance dans sa position d'équilibre. Le courant de compensation alimentant la bobine représente ainsi une mesure exacte du changement de poids du spécimen, selon la loi d'Ampère. Ce courant peut être étalonné avec des poids de référence N.B.S., et enregistré ou mieux appliqué aux bornes d'un voltmètre digital. Le ruban de suspension élimine les frottements et définit exactement l'axe de rotation du fléau de construction symétrique. Tout le mécanisme de pesée, grâce à sa régulation électromagnétique, peut être introduit dans un récipient permettant l'évacuation et le contrôle de l'atmosphère ambiante, ce qui élimine notamment les effets dus à la poussée d'Archimède. Autre avantage d'une telle balance à compensation électrique: la constante de temps, tellement critique et gênante dans les balances conventionnelles à couteaux, peut être réduite au maximum, et de plus l'effet des vibrations de l'entourage (causées spécialement par le fonctionnement de pompes à vide) peut être minimisé par l'emploi de filtres électriques. On pourrait néanmoins penser que la présence de champs magnétiques atteignant 20 kOe, enclenchés et déclenchés dans le voisinage de la balance, perturbe le système de compensation électromagnétique. Il s'est révélé qu'à la distance supérieure à 1 mètre séparant l'entrefer de l'électro-aimant et le mécanisme de pesée de la microbalance, de tels effets magnétiques sont imperceptibles. Cet espace de plus d'un mètre est nécessaire pour l'introduction et l'utilisation d'un cryostat à hélium liquide. Avant de décrire le système de contrôle des températures, précisons de suite que le lien entre la balance et le spécimen situé dans la région d'influence magnétique optimale, est assuré par l'intermédiaire d'un fil de quartz long (120 cm environ) et mince (approximativement 300 mg y compris la capsule de l'échantillon). Ce fil représente la partie « délicate » de l'appareillage. Mais le quartz semble actuellement le seul matériau alliant des propriétés magnétiques et mécaniques indispensables: sa susceptibilité diamagnétique est relativement faible et indépendante de la température, et son coefficient de dilatation thermique est négligeable.

II.1.3. *Les basses températures*

II.1.3.a *Le cryostat* : pour effectuer des mesures à des températures inférieures à la température du laboratoire, nous utilisons un cryostat ANDONIAN du genre vase Dewar, permettant la conservation et l'emploi de liquides réfrigérants tels que l'azote et l'hélium liquides. Ce type de dewar en acier inoxydable non magnétique est constitué d'un corps principal classique avec isolation thermique par le vide, enceinte à air liquide, à nouveau isolation par le vide, et enceinte à hélium liquide entourant le tube central de mesures. La partie inférieure est resserrée sous forme de queue pour limiter au minimum l'entrefer de l'aimant et permettre un champ magnétique maximum. La queue comprend 4 parois cylindriques: une paroi extérieure, une paroi en aluminium en contact thermique avec l'écran d'azote liquide et intercalée entre les deux chambres d'isolation sous vide, et deux parois composant une enceinte d'échange thermique en contact par le haut avec le puits d'hélium liquide. Cette enceinte d'échange peut être remplie d'hélium gazeux sec, ce qui permet le contrôle de la température du tube central de mesures en jouant sur la pression du gaz d'échange. Seule l'utilisation de composantes métalliques dans la fabrication du cryostat autorise un diamètre intérieur du tube de mesures aussi « grand » — 1 cm — pour un diamètre de la queue aussi faible — 1 pouce —. La partie supérieure du cryostat contient: tous les orifices de remplissage des liquides cryogéniques et d'échappement des gaz d'évaporation; une sortie de grand diamètre, en forme de té, permettant d'abaisser la température d'ébullition de l'hélium liquide par pompage; les vannes de sortie pour le contrôle du vide dans les trois enceintes d'isolation, d'échange et de mesures; une entrée pour la jauge de niveau d'hélium liquide (cette jauge consiste en une série de résistances au carbone du type Allen-Bradley de caractéristiques très sensibles aux basses températures, et spécialement au point de transition hélium liquide-hélium gazeux; ces résistances sont intégrées dans un circuit électrique); un passage étanche au vide réservé aux traversées des fils des sondes thermométriques (thermocouples et résistance Allen-Bradley).

II.1.3.b *Thermométrie* : nous avons déjà signalé l'importance de la mesure et du contrôle de la température de l'échantillon. En effet la susceptibilité magnétique d'une substance peut évoluer considérablement en fonction de la température, et dans certains cas il est indispensable de mesurer son aimantation en fonction du champ magnétique dans de bonnes conditions isothermes. Le principal inconvénient des mesures magnétiques par la méthode de force est le fait qu'il est impossible de fixer une sonde thermométrique à l'intérieur et même en contact avec la surface du spécimen, sans perturber d'une façon dramatique l'équilibre d'une microbalance qui travaille dans la région du μg . Nous avons déjà mentionné le rôle capital joué par un gaz d'échange, en l'occurrence l'hélium gazeux aussi pur et sec que possible. Ce gaz d'échange transmet à l'échantillon la température des parois intérieures du cryostat d'une manière satisfaisante, si bien qu'en disposant des thermomètres

sensibles et rapides dans le voisinage immédiat de l'échantillon, on peut déterminer la température de ce dernier avec une bonne précision. Comme thermomètres nous avons choisi principalement une série de trois thermocouples et une résistance Allen-Bradley. Un thermoélément présente en effet de nombreux avantages: faible espace exigé par la jonction, fil de petit diamètre — 0,1 mm — minimisant les apports de chaleur extérieure, et les réactions aux variations thermiques. De plus un choix judicieux des éléments thermoélectriques permet une sensibilité optimale dans certains domaines de températures. Comme bain de référence nous utilisons soit la glace fondante (0°C ou $273,2^{\circ}\text{K}$) soit l'azote liquide ($77,3^{\circ}\text{K}$). Dans la zone 50 à 300°K le couple cuivre-constantan (Cu-Ko) est très favorable et réputé pour sa fidélité. Le couple $\text{Au}+2,1 \text{ at } \% \text{Co} - \text{Ag}+0,37 \text{ at } \% \text{Au}$ (AuCo-Ag « normal ») est très bon pour ces mêmes températures, mais présente également l'avantage d'une bonne sensibilité à plus basse température. Néanmoins le champion des thermoéléments à très basse température est l' $\text{Au}+0,3 \% \text{ at } \text{Fe}$ (AuFe) grâce à sa thermo-puissance géante dans le domaine de l'hélium liquide. Initialement nous avons utilisé AuFe-Ag « normal » comme troisième thermomètre. Mais sa sensibilité restreinte au-dessus de 100°K nous a amenés à lui préférer ultérieurement le couple AuFe-chromel utilisable dans tout le domaine des températures rencontrées au cours de nos expériences, 1,5 à 300°K . Actuellement nous disposons d'un thermocouple *Cu-Ko* et de deux couples *AuFe*-chromel. Tous les thermoéléments ont été étalonnés par des mesures aux températures fixes de l'hélium liquide ($4,2^{\circ}\text{K}$), de l'azote liquide ($77,3^{\circ}\text{K}$) et de la glace fondante ($273,2^{\circ}\text{K}$) à l'aide des tables de calibration standard et des résultats de Berman (II.3).

Comme dernier thermomètre nous avons sélectionné une résistance Allen-Bradley. Ce type de résistances au carbone présente des caractéristiques intéressantes à très basse température: dans notre cas la résistance de 56Ω à température ordinaire (environ 295°K) s'élève à 76Ω à 77°K pour atteindre 1010Ω à $4,2^{\circ}\text{K}$. Quelques valeurs ont été mesurées à plus basses températures (par exemple $39,6 \text{ k}\Omega$ à $1,5^{\circ}\text{K}$) par comparaison avec la pression de vapeur de l'hélium liquide, et en utilisant la formule d'interpolation de Clement et Quinnell (II.4) une calibration complète de l'Allen-Bradley a été effectuée.

Le thermomètre au carbone ainsi que deux thermocouples sont situés approximativement dans le même plan, légèrement au-dessus de la position de l'échantillon, mais le plus près possible de sa capsule de quartz; le dernier thermoélément se trouve au-dessous de l'échantillon. Cette disposition permet la meilleure connaissance possible de la température du spécimen. C'est devenu maintenant une banalité: tout contact mécanique du fil de suspension du spécimen avec d'autres éléments, donc également avec les fils d'amenée et de mesure des thermomètres est absolument à éviter. C'est pourquoi ces fils sont glissés dans des gaines de teflon, elles-mêmes serrées entre le tube intérieur du dewar et un manchon cylindrique également en acier inoxydable. Ce dernier, nécessaire pour éviter le flottement des fils conducteurs

dans le voisinage du fil de quartz, réduit l'espace utile le long du tube central à un diamètre de 7 mm, mais présente un évasement et des évidements dans le voisinage de l'échantillon et des sondes thermométriques. De plus ce tube dépassant le couvercle supérieur du cryostat permet le guidage du fil de quartz lors des changements de spécimens.

II.1.4. *Installation de l'appareillage* : On a vu l'importance du fil de quartz, lien entre le mécanisme de pesée et la position unique du spécimen dans le champ magnétique. Une pièce tout aussi essentielle est celle qui fait communiquer la balance et l'enceinte de mesure, ce tube qui descend dans le cryostat vers l'entrefer de l'aimant. La transition en question est assurée par un tube de verre fixé à la bouteille contenant le mécanisme de la balance par un raccord conique rodé, et pouvant coulisser dans le couvercle du cryostat, l'étanchéité étant assurée par 2 joints circulaires « O-ring » et une bague de serrage. Cette pièce mobile selon la verticale permet l'extraction du fil de quartz et de l'échantillon avec facilité, sans avoir à déplacer l'aimant, le cryostat ou la balance. Le positionnement de ces trois éléments peut donc être effectué d'une manière définitive et représente une phase délicate de l'installation de l'appareillage.

L'électro-aimant, ses 1500 kg. et le cadre rectangulaire de sa base reposent sur une dalle indépendante du laboratoire dans les caves de l'institut, ce qui isole l'installation des vibrations parasites du bâtiment.

La balance dans sa bouteille est attachée à un panneau vertical supporté par un système de barres triangulé et fixé au plafond du laboratoire. Un espace suffisant est réservé à l'installation du dewar et des organes de pompage, entre la balance et l'aimant.

Un échantillon-étalon est introduit dans la capsule soudée à l'extrémité du fil de quartz; ce dernier est suspendu au fléau de la balance, crochet en « V » dans boucle en « V », ce qui permet un positionnement stable et reproductible. Grâce à des glissières selon les 3 axes de coordonnées, le support de la balance est alors disposé de façon à ce que le spécimen soit environ dans la zone de force constante au cœur de l'entrefer de l'aimant. Dans ce but une recherche de la configuration $H_z dH_z/dy$ constant et maximum est effectuée avec le spécimen de susceptibilité connue.

La culasse double de l'aimant inclinée à 45° se voit fixer un support destiné au cryostat. Grâce à deux degrés de liberté dans le plan horizontal de la table-support, et grâce aux trois vis micrométriques de l'anneau soutenant le dewar, ce dernier est centré le mieux possible par rapport à l'entrefer de l'aimant et surtout par rapport au fil de quartz. On voit le côté délicat de l'opération: les 120 cm du fil de suspension doivent descendre dans l'axe du cryostat sans toucher la paroi du tube intérieur de mesures, dont le diamètre de 1 cm se trouve réduit à 7 mm par le tube de guidage des thermoéléments. Pour réaliser ce centrage on fait directement appel à la sensibilité extrême de la microbalance. Si la capsule de l'échantillon ou le fil de suspension est en contact avec la paroi du tube l'instrument de sortie de la balance indique des

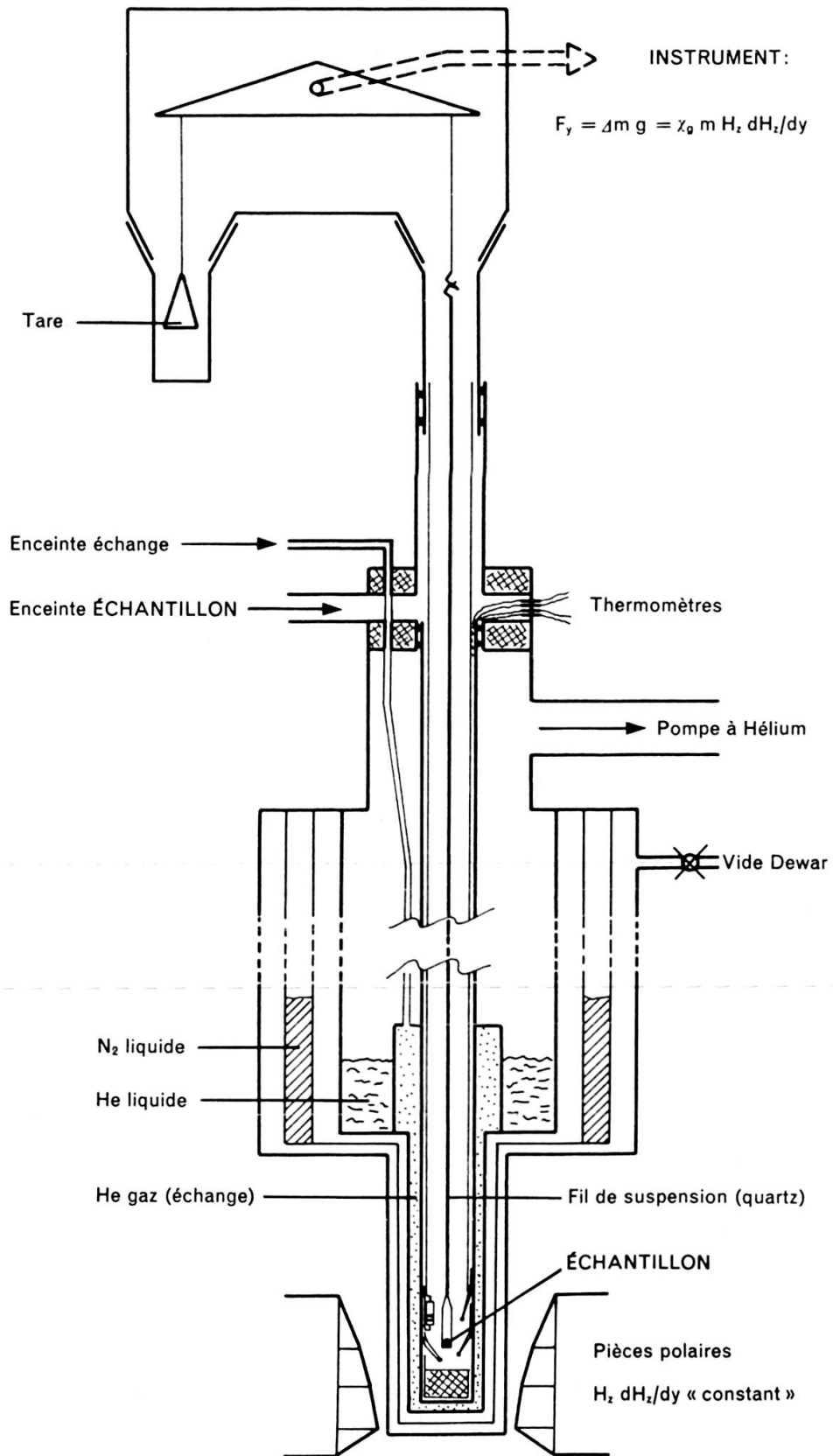


FIG. II.3

fluctuations — à l'image d'un bruit électrique de niveau élevé — reflétant des forces de frottement de plusieurs dizaines de μg . On peut ainsi centrer le dewar, sans déplacer l'aimant ni la balance, dans de bonnes conditions. Il est temps également de signaler la présence de forces parasites d'origine électrostatique. Toutes les parties en verre de l'appareillage dans le voisinage du fil de quartz, et essentiellement le tube de raccord entre la bouteille de la balance et le dewar, sont soigneusement nettoyées à l'aide d'un tissu enduit d'un produit antistatique. Le fil de quartz résisterait difficilement à un tel traitement... Pour éliminer les charges électrostatiques, la meilleure solution est de le promener gentiment dans la flamme d'un bec Bunsen, puis de lui souffler dessus, l'haleine humide favorisant également l'élimination des charges.

Pour terminer l'installation de l'appareillage, il faut encore s'occuper des organes de pompage destinés à contrôler la pression dans les différentes enceintes. Afin de limiter à nouveau les vibrations, les pompes situées hors de la dalle indépendante sont mises en relation avec le système balance — cryostat à l'aide de tuyaux du type soufflet — BOA.

La figure II.3 représente un schéma général de l'appareillage.

II.2. CALIBRATION DE L'APPAREILLAGE ET PRÉCISION DES MESURES

II.2.1. *Balance et thermomètres* : Nous avons déjà signalé la calibration de la microbalance. Les pesées s'effectuent en mesurant le courant de compensation qui maintient automatiquement le fléau du mécanisme de pesée en position d'équilibre. Le courant de compensation a été étalonné à l'aide de poids de calibration contrôlés par le « U.S. National Bureau of Standards ». La tolérance sur tous les poids de 1 à 500 mg. — de classe M — est de 0,0054 mg. Des contrôles de la calibration de la balance sont régulièrement effectués, et ont confirmé les excellentes performances de la balance CAHN : précision, sensibilité et fidélité. Pendant 4 ans d'opération continue aucun réglage des composantes mécaniques ou électroniques ne s'est révélé nécessaire. Si bien que c'est avec confiance que nous prenons lecture et note des microgrammes affichés sur le cadran de notre voltmètre digital.

Nous avons également parlé de l'étalonnage des thermomètres : 3 thermocouples et une résistance au carbone. La précision de la mesure de la température d'un échantillon n'est pas limitée par la sensibilité de nos thermomètres, mais par l'impossibilité de les mettre en contact avec le spécimen. Sans vouloir faire la description complète d'une série de mesures en fonction de la température, donnons quelques détails de la manipulation du dewar en indiquant surtout la précision estimée sur la température de l'échantillon.

Après avoir fait toutes les mesures nécessaires à température ambiante, nous refroidissons le cryostat en une première étape à l'aide d'azote liquide. La température

dans la queue du dewar diminue régulièrement, environ 25° K par heure, avec une pression du gaz d'échange de 15 mm. dans les enceintes intérieures. Au cours du refroidissement, les 2 thermocouples AuFe-chromel, qui ont pourtant présenté des caractéristiques absolument identiques lors de l'étalonnage commun, peuvent indiquer des écarts de température atteignant 1° K. En effet les 2 jonctions thermoélectriques encadrent le spécimen: l'une est située entre la paroi intérieure du dewar et la capsule de quartz, légèrement au-dessus de l'échantillon; l'autre se trouve au-dessous du spécimen dans l'axe de la queue du cryostat. Conformément au gradient de température que l'on peut prévoir pendant le refroidissement du système, le thermomètre inférieur est plus chaud (de 1° K) que le thermomètre supérieur. La température du spécimen peut être estimée comme la moyenne de ces deux indications. Quand le cryostat a atteint la température de l'azote liquide on peut procéder au transfert d'hélium liquide. Pour économiser quelques litres d'hélium il faut permettre à la queue du dewar de se refroidir assez vite le plus près possible de $4,2^{\circ}$ K. Une pression d'une atmosphère doit être maintenue dans l'enceinte d'échange, et alors les variations brusques de température rendent impossibles de bonnes mesures. Entre $4,5$ et $1,5^{\circ}$ K, selon la pression de vapeur du bain d'hélium, les mesures sont assez faciles à condition de ne pas avoir une pression supérieure à 1 mm. dans la chambre du spécimen. A très basse température se manifestent les effets d'un flux thermomoléculaire donnant naissance à des forces longitudinales et transversales du type Knudsen agissant sur le fil de quartz et l'échantillon (II.5); c'est pourquoi il faut réduire le nombre de molécules pour rendre ces forces parasites minimales, mais pas trop pour conserver au gaz son rôle de contact thermique. Avec la résistance au carbone on peut estimer la température à $0,2^{\circ}$ K près. Entre 5 et 15° K les mesures sont plus délicates; il est difficile de stabiliser la pression entre 760 et 10 mm. dans l'enceinte d'échange à cause d'un effet attribué à une « transpiration » de l'hélium gazeux (II.6), et des erreurs de 1 à 2° K ne sont pas rares sur la température de l'échantillon. Pour ces températures la turbulence dans le gaz d'échange semble la plus importante. Après avoir mesuré dans de bonnes conditions entre $4,5$ et $1,5^{\circ}$ K, et après avoir tiré le meilleur parti des conditions de mesures entre 5 et 15° K en jouant sur la pression du gaz d'échange, nous rétablissons les pressions standards de 15 mm. dans les enceintes d'échange et d'échantillon. Une série de mesures peut s'effectuer alors confortablement dans le voisinage de 18° K. Ensuite, après élimination des dernières gouttes d'hélium liquide, nous utilisons le lent réchauffement du système (20° K par heure) vers la température du laboratoire. Les mesures sont aisées et la température du spécimen est assurée à $\frac{1}{2}^{\circ}$ K en travaillant rapidement.

Deux contrôles de température ont été effectués. Pour le domaine $300-77^{\circ}$ K nous avons substitué en lieu et place du spécimen un thermocouple Cu-Ko étalonné, et comparé ses données de température avec celle du thermocouple Cu-Ko installé à demeure dans l'enceinte de mesures. Des différences de l'ordre de 1° K ont été notées pendant le refroidissement, de moins de $\frac{1}{2}^{\circ}$ K pendant le réchauffement vers

300° K. Dans la région de l'hélium liquide nous avons vérifié les données de température de la résistance Allen-Bradley et de l'élément AuFe en mesurant la susceptibilité du $\text{Fe NH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$, sel double de fer et d'ammonium, paramagnétique réputé pour obéir à la loi de Curie. En corrigeant la saturation paramagnétique des ions Fe^{3+} par une fonction de Brillouin, à 4,5 et 1,5° K la température mesurée est exacte à $\pm 0,2^\circ \text{K}$; entre 5 et 15° K des erreurs de 1 à 2° K peuvent se produire; au-dessus de 18° K une précision de 0,5° K est assurée.

II.2.2. *Le champ magnétique* : Le courant d'alimentation de l'électroaimant est stabilisé en contrôlant le courant d'excitation de la génératrice qui passe dans une série de tubes électroniques 6L6. Plus précisément une tension de référence est fournie par une diode Zener, et comparée à la tension d'une résistance intégrée dans le circuit d'alimentation des enroulements de l'aimant; cette résistance est une bande de manganine dans un bain de Kérosène thermostaté par circulation de l'eau du circuit de refroidissement des bobines de l'aimant. Le courant d'alimentation de l'électro-aimant peut ainsi être contrôlé indirectement par une résistance variable du type « Hélicoptère » qui commande la tension de référence. Grâce aux 1000 divisions du potentiomètre, on peut reproduire à environ 0,02% le courant de l'aimant. La table (II.1) indique des valeurs du courant d'excitation par bobine (les deux enroulements de l'aimant sont alimentés en parallèle) pour certaines positions de l'hélicoptère, positions arbitrairement choisies, mais permettant des mesures reproductibles en fonction du champ.

TABLE II.1: Le champ magnétique (*)

Position « hélicoptère » (i)	I/bobine	$H_z dH_z/dy$ (ii)	H_z (iii)	dH_z/dy (iv)	H_z^{-1}
Unités arbitraires	Amp.	$10^6 \text{ Oe}^2/\text{cm}$	kOe	Oe/cm	10^{-4} Oe^{-1}
50	2,15	0,36	1,75	205	5,71
100	4,50	1,36	3,60	375	2,78
150	6,70	3,09	5,55	555	1,80
200	9,00	5,54	7,45	745	1,342
300	13,85	12,82	11,30	1135	0,885
400	19,00	19,52	14,15	1380	0,707
500	24,60	23,92	15,90	1505	0,629
650	33,90	26,90	17,20	1565	0,581
738	40,00 (v)				
	$\pm 0,05 \text{ A}$	$\pm 0,5 \%$	$\pm 75 \text{ Oe}$	$\pm 1\%$	

* Toutes les valeurs de champs sont données pour la position idéale de l'échantillon dans la zone de force « constante » et maximale.

- (i) Voir texte: ce potentiomètre permet de reproduire le courant d'excitation de l'électro-aimant et ainsi le champ à mieux que 0,05%.
- (ii) moyenne d'étalonnage avec des substances de susceptibilités bien connues comme: Au, Ag, Ta, Nb et Pd (voir Table II.2).
- (iii) mesuré avec magnétomètre à bobine tournante RAWSON.
- (iv) valeurs calculées avec (ii) et (iii) en bon accord avec mesures d'aimantations du Ni.
- (v) courant maximum admissible par bobine de l'aimant; les pièces polaires sont très saturées, et les mesures mauvaises: nous ne montons pas H_z plus haut que env. 17 kOe.

La mesure du champ magnétique dans l'entrefer des pièces polaires à configuration HdH/dy constant n'est pas aisée. A l'aide d'un magnétomètre à bobine tournante RAWSON, nous avons établi une série de graphiques $H_z(y)$. Par exemple nous avons reproduit la courbe VARIAN donnée dans la figure II.1b avec une précision de 200 oersteds. La tête de mesure du magnétomètre a un diamètre de 5 mm. Il est donc assez délicat d'être sûr de sa position selon l'axe y ; de plus un centrage exact de la sonde entre les pièces polaires est un peu aléatoire. La précision absolue de telles mesures $H_z(y)$ ne peut dépasser 1% et le calcul semigraphique de $H_z dH_z/dy$ ne peut se faire à mieux que 2 à 3%. Un étalonnage de $H_z dH_z/dy$ à l'aide de substances de susceptibilités bien connues s'avère nécessaire. Au préalable, il faut déterminer la position idéale de l'échantillon. Cette opération s'effectue avant l'installation définitive du cryostat. Un spécimen d'assez forte susceptibilité, en l'occurrence une sphère de Gd de diamètre 1 mm., est placé dans la capsule au bout du fil de quartz, l'ensemble étant protégé des courants d'air par un tube de verre fixé à la bouteille de la balance. Le centrage optique par rapport à la direction x (voir figure II.1a), donc dans le plan de symétrie de l'entrefer, est relativement aisé, car les arêtes horizontales des pièces polaires offrent de bons repères. Un déplacement de 2 à 3 mm. par rapport à la position idéale selon x n'a d'ailleurs pas d'effet détectable sur F_y , ce qui signifie que le terme $H_x dH_x/dy$ est négligeable pour $x \cong 0$, si l'on considère la force sous la forme générale donnée par Bates (I.2)

$$F_y = m\chi_g \left(H_x \frac{dH_x}{dy} + H_y \frac{dH_y}{dy} + H_z \frac{dH_z}{dy} \right)$$

Pour des raisons de symétrie également, H_y est nul le long de l'axe y , donc pour $z = 0$. Mais le centrage optique de l'échantillon selon z n'est suffisant qu'en présence d'un champ magnétique assez fort. Des forces latérales impriment au spécimen de Gd des déplacements transversaux perceptibles à l'œil, l'échantillon de forte susceptibilité étant attiré par la pièce de pôle la plus proche. Il est ainsi possible de déplacer la balance de façon à limiter ces attractions latérales, et de centrer au mieux le spécimen dans l'entrefer. La détermination de la position selon y est la plus longue et fastidieuse, mais peut s'opérer de manière extrêmement rigoureuse et précise. On substitue à la sphère de Gd une sphère de Nb de diamètre 2 mm. Le Nb a une susceptibilité d'environ $2,2 \cdot 10^{-6}$ uem/g, donc de valeur moyenne entre les susceptibilités diamagnétiques ou fortement paramagnétiques auxquelles nous aurons à faire face dans nos mesures futures. Cette susceptibilité moyenne nous permet également de négliger totalement les effets des forces latérales. Une règle pratique pour une suspension longue d'environ un mètre dans un tube de diamètre intérieur 5 à 10 mm. est que la force magnétique ne doit pas dépasser les 5% du poids du spécimen plus sa capsule. On procède alors à une série de mesures de la force d'attraction exercée par le gradient de champ sur la sphère de Nb, de masse $m \cong 50$ mg;

plus exactement c'est l'augmentation apparente de masse Δm que l'on détermine en fonction du champ magnétique et surtout de la position du spécimen selon la verticale y . Une dizaine de valeurs bien définies du courant d'alimentation de l'aimant — 10 positions fixes de l'hélicoptère de commande — permet de couvrir de manière reproductible la plage complète d'intensités du champ magnétique. La balance et son support sont mobiles sur deux rails verticaux, et se déplacent avec précision à l'aide d'une tige filetée de pas de vis 1 mm, ce qui autorise un positionnement précis de l'échantillon selon y . La figure II.4 donne un exemple de ces mesures. Pour la valeur arbitraire de 500 sur le cadran du potentiomètre, l'augmentation apparente

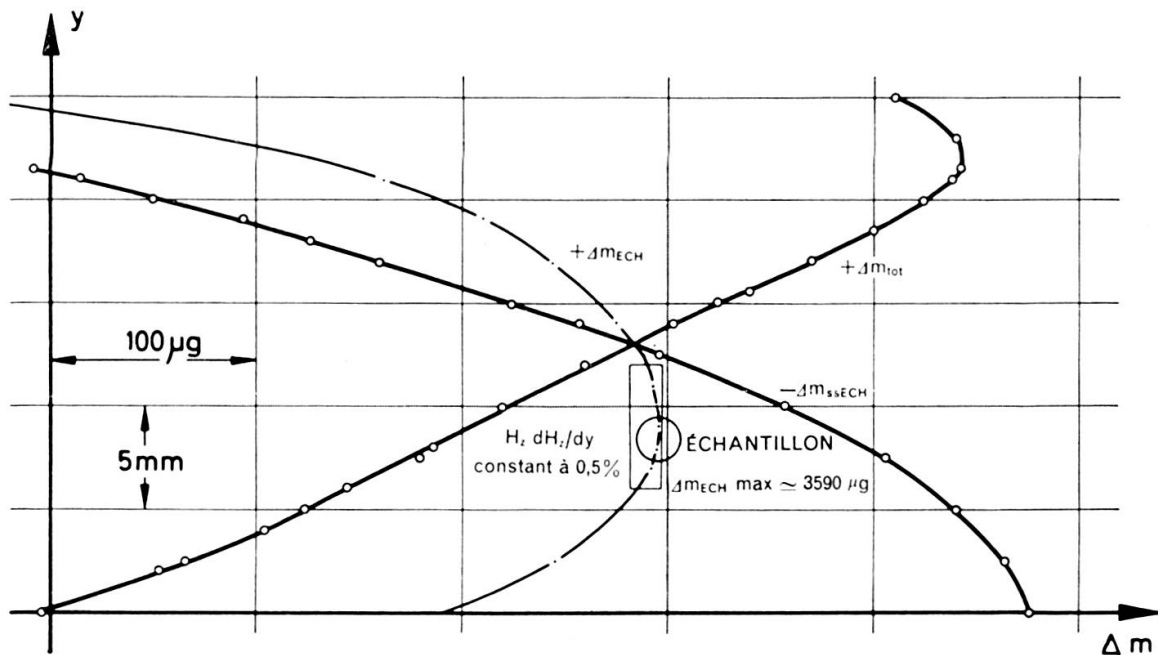


FIG. II.4 — $\Delta m(y)$ pour une sphère de Nb ($\varnothing 2$ mm) — Position Hélicopt: 500

(*) L'origine de y est arbitraire: on peut néanmoins estimer la position idéale $y(\Delta m_{ECH} \max)$ à (51 ± 1) mm du point d'étranglement des pièces polaires, où l'entrefer est minimum.

de masse Δm_{tot} de l'ensemble (échantillon + capsule et fil de quartz) est représentée en fonction de y , position du spécimen selon la verticale, dans une région de 25 mm environ. Les mesures effectuées sans échantillon $\Delta m_{ss ECH}$ sont également illustrées, à la même échelle. Le quartz est diamagnétique (à 300° K: $\chi_g \cong -0,41 \cdot 10^{-6}$ uem/g) et c'est une force négative de répulsion qui apparaît dans les mesures de correction. La somme $\Delta m_{tot} + \Delta m_{ss ECH}$ donne la vraie force $\Delta m_{ECH} \cdot g$ subie par la sphère de Nb. La valeur de y pour laquelle Δm_{ECH} est maximale représente la position idéale de l'échantillon, pour laquelle $H_z dH_z/dy$ est maximum. La représentation graphique montre que sur une distance $y = 6$ mm autour de la position idéale $y(\Delta m_{ECH} \max.)$, Δm_{ECH} reste constante à mieux que $1/2\%$. On peut signaler que pour les champs magnétiques les plus élevés (correspondant à des valeurs du courant dans les bobines

légèrement inférieures à 40 ampères, courant maximum admissible) la position de force optimale est déplacée vers le haut d'environ 3 à 4 mm en raison de la saturation magnétique des pièces polaires; par contre la zone « constante » est alors plus étendue.

Ainsi un échantillon sphérique de diamètre inférieur à 3 mm se voit assuré d'une position idéale très confortable dans une région où $H_z dH_z/dy$ demeure constant à mieux que 0,5%.

Il faut ensuite procéder aux étalonnages du champ magnétique « moyen » sur le spécimen, et de la configuration $H_z dH_z/dy$. La sonde de mesure du magnétomètre Rawson est placée le plus exactement possible dans le site idéal de l'échantillon. L'intensité du champ magnétique est mesurée pour tous les courants-types de l'aimant (voir table II.1). L'erreur sur ces valeurs de H_z oscille entre 50 et 100 oersteds.

Le cryostat est installé et centré, opération décrite dans la partie II.1.4., et des mesures de contrôle servent à vérifier que la présence des parties en acier inoxydable de la queue du dewar n'a aucune influence détectable sur le champ magnétique. Des mesures de résonance magnétique nucléaire (RMN) ont montré qu'en fait un champ de 9 kOe subit une augmentation de moins de 500 mOe à l'intérieur d'un dewar identique (II.7). Les mesures de F_y sur le Nb s'effectuant avec une précision et une reproductibilité de 0,1%, de tels effets sont imperceptibles. Pour étalonner les valeurs de $H_z dH_z/dy$ les mesures avec le Nb ne sont pas suffisantes. Bien que la pureté du Nb utilisé soit garantie par des mesures de sa température de transition supraconductrice (II.8), la susceptibilité de cette substance ne semble pas assez bien connue et sûre. C'est pourquoi nous avons choisi un éventail de substances-étalons souvent mesurées par différents chercheurs, et dont les résultats abondent dans la littérature; tel est le cas des Au, Ag, Ta et Pd. Nous avons préparé des échantillons de la plus grande pureté à disposition, et de dimensions différentes: des sphères dans les cas de susceptibilité élevée, des cylindres et des sphères pour les susceptibilités diamagnétiques. L'étalonnage de

$$H_z dH_z/dy = g \Delta m / \chi_g m$$

a finalement été accompli en réalisant un compromis entre ces différentes mesures, de manière à ce que notre appareillage nous permette de déterminer les susceptibilités de nos « étalons de calibration » avec la meilleure précision possible: un accord meilleur que 1% a été trouvé avec les données de la littérature pour toutes ces substances. Une sélection des valeurs de χ_g obtenues au cours de nos mesures est présentée dans la table II.2, avec des résultats classiques tirés de la littérature, pour comparaison.

Tous les résultats d'étalonnage de $H_z dH_z/dy$, de mesures de H_z , ainsi que d'autres données utiles concernant le champ magnétique sont illustrés sur le graphique II.5, et figurent dans la table II.1.

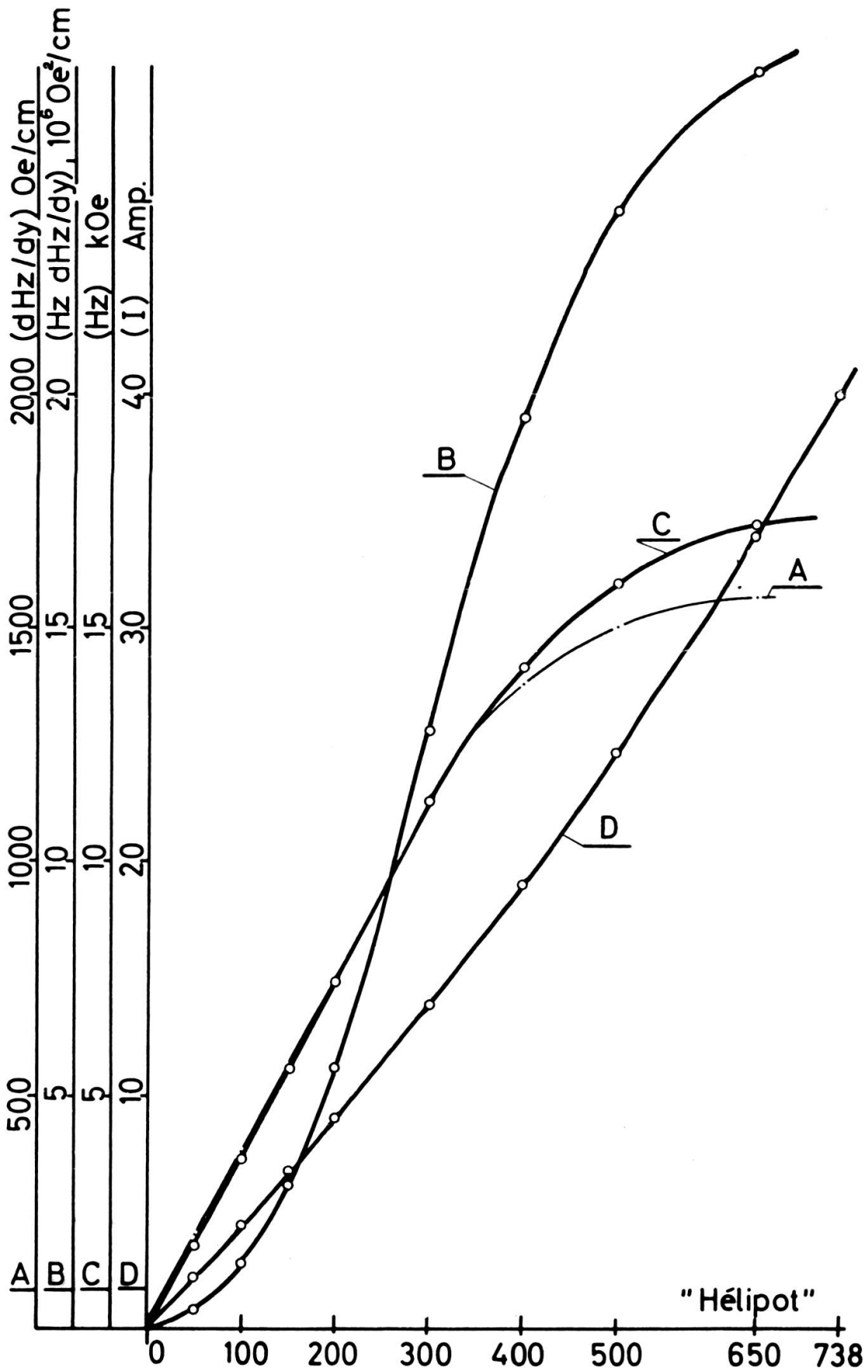


FIG. II.5

TABLE II.2: Diverses susceptibilités magnétiques (*)

Substances	Pureté de nos spécimens	Nos résultats de mesures (**)	Mesures d'autres auteurs (1)	
Au	Engelhard 5N	$-(0,142 \pm 0,001)$	$-(0,1431 \pm 0,0005)$	(2)
Ag	Engelhard 5N	$-(0,179 \pm 0,001)$	$-(0,1801 \pm 0,0005)$	(2)
Nb	Ciba 2N8	$+(2,24 \pm 0,01)$	$+(2,22 \pm ?)$	(3)
Ta	Ciba 3N5	$+(0,847 \pm 0,003)$	$+(0,8490 \pm 0,0006)$	(4)
Pd	Engelhard 5N	$+(5,27 \pm 0,02)$	$+(5,231 \pm 0,004)$	(4)
			$+(5,26 \pm ?)$	(5)
Rh	Engelhard 5N	$+(1,002 \pm 0,005)$	$+(1,040 \pm 0,015)$	(6)
Ni (***)	U. M. C. 5N	$(55,0 \pm 0,5)$	$(54,97 \pm 0,02)$	(7)
			$(55,08 \pm 0,01)$	(8)
FeNH ₄ (SO ₄) ₂ .12H ₂ O	Fluka (chim. pur)	$+(30,3 \pm 0,5)$	$+(30,7 \pm ?)$	(9)
H ₂ O	tridistillée	$-(0,73 \pm 0,01)$	$-(0,720 \pm ?)$	(10)

* Toutes les susceptibilités sont données en $(10^{-6} \text{ u.é.m./g})$ et pour une température de $20^\circ \text{C} = 293,2^\circ \text{K}$.

** Toutes les corrections pour impuretés parasites (ferromagnétiques et paramagnétiques) et de température (20°C) sont effectuées.

*** Aimantation spécifique (en uém/g) dans le cas du nickel.

(1) Voir aussi, en plus des références suivantes, E. VOGT et M. HOEHL, Landolt. Börnstein Vol. II. 9, p. 1.5 et 1.6, Springer-Verlag (1962)

(2) C. M. HURD, *J. Phys. Chem. Solids* 27, 1371 (1955)

(3) D. W. JONES, *J. Less-Common Metals* 6, 103 (1954)

(4) F. E. HOARE et J. C. WALLING, *Proc. Phys. Soc.* B54, 337 (1951)

(5) A. J. MANUEL et J. M. P. SQUINTON, *Proc. Roy. Soc.* A273, 412 (1963)

(6) W. D. WEISS et R. KOHLHAAS, *Z. angew. Phys.* 23, 175 (1957)

(7) W. E. CASE et R. D. HARRINGTON, *N. B. S. Journal of Research*, 70C, 255 (1966)

(8) S. ARAJS et G. R. DUNMYRE, *phys. stat. sol.* 21, 191 (1957)

(9) H. van DIJK, « Temperature », Vol. 2, p. 199, Rheinhold (New York 1955)

(10) SELWOOD, « Magnetochemistry », p. 25, Interscience (New York 1964)

II.2.3. *Autres sources d'erreurs et corrections diverses*: Dans cette partie nous allons passer en revue les nombreuses sources d'erreurs qui peuvent fausser des mesures de susceptibilité par la méthode de force, et l'interprétation des résultats de ces mesures. Des répétitions de points déjà soulevés auparavant sont inévitables. Jusqu'à présent nous avons essayé d'estimer la précision d'éléments plus ou moins indépendants dans l'appareillage.

Nous avons vu d'une part que le champ magnétique peut être stabilisé et reproduit à mieux que 0,1 %, mais que sa mesure à mieux que 0,5 % est difficile à cause de l'inhomogénéité, désirée par ailleurs. L'introduction d'un spécimen de forte susceptibilité, ferromagnétique par exemple, perturbe le champ local et il faut parler des champs de désaimantation.

Nous avons vu d'autre part que dans de bonnes conditions la microbalance permet de mesurer des variations de masse dues à la force de Faraday à 0,01 % près, mais que la configuration $H_z dH_z/dy$ qui provoque cette force n'est connue qu'à 0,5 % près. D'autres facteurs peuvent altérer cette précision:

- si le spécimen est de grande susceptibilité, il peut se déplacer hors de sa position idéale, à cause de forces latérales;
- à basse température des gradients thermiques le long de la suspension de l'échantillon provoquent des forces parasites par le jeu d'un flux thermomoléculaire dans le gaz d'échange;

- le gaz d'échange lui-même, et l'air ambiant pendant les mesures sous pression atmosphérique, ont une certaine susceptibilité qui contribue aux résultats, à la manière d'une poussée d'Archimède;
- la suspension en quartz du spécimen contribue également à la force totale mesurée et il faut corriger les résultats à l'aide de mesures sans échantillon, en fonction du champ et de la température.

Nous avons suffisamment décrit la difficulté de déterminer la température exacte de l'échantillon et le rôle du gaz d'échange comme contact thermique. Rappelons simplement qu'entre 1,5 et 4,5° K la température du spécimen est assurée à $\pm 1/4^\circ$ K, entre 5 et 15 à $\pm 1 1/2^\circ$ K, et entre 18 et 300 à $\pm 1/2^\circ$ K.

Il est temps aussi de soulever la question d'erreurs moins systématiques, mais souvent très importantes: la pureté des échantillons est critique. Des impuretés ferromagnétiques en solution ou en agglomérats peuvent fausser considérablement des mesures en fonction de la température, ou du champ magnétique respectivement.

II.2.3.a *Le champ de désaimantation*: La mesure de la force de Faraday permet de déterminer la susceptibilité magnétique χ_g par gramme de substance, et dans certaines conditions également son aimantation spécifique σ_g en fonction du champ appliqué:

$$F_y = m \chi_g H_z dH_z/dy = m \sigma_g dH_z/dy$$

Dans le cas d'un spécimen de forte susceptibilité, ou d'un échantillon ferromagnétique pour lequel l'aimantation n'est plus fonction linéaire du champ, il faut tenir compte du champ de désaimantation local H_D , et corriger le champ appliqué H_z pour exprimer les résultats en fonction du champ interne de l'échantillon H_i . Nous avons vu dans la partie I.2 que:

$$H_i = H_z - H_D = H_z - 4\pi D\rho\sigma_g,$$

où D est le facteur de désaimantation du spécimen, 1/3 pour une sphère, et ρ la densité de la substance.

Dans le cas d'une courbe d'aimantation isotherme, une méthode classique de tenir compte du champ de désaimantation est d'effectuer une correction graphique. Voir la figure II.6. Le champ H_D peut atteindre des valeurs assez élevées. Par exemple dans le cas du Ni la valeur de H_D atteint à 293° K la valeur de 1968 oersteds, quand son aimantation est saturée.

Dans le cas d'une substance fortement paramagnétique, les mesures peuvent se corriger plus directement. La vraie susceptibilité χ_g est liée à la susceptibilité apparente observée χ_g^a par la relation approximative:

$$1/\chi_g = 1/\chi_g^a - 4\pi D\rho$$

Par exemple pour un échantillon de Nd, que nous avons mesuré en bon accord avec Lock (II.9), à $4,5^\circ \text{K}$, $\chi_g \cong 0,25 \cdot 10^{-3} \text{uem/g}$, et le terme de désaimantation implique une correction d'environ 1%.

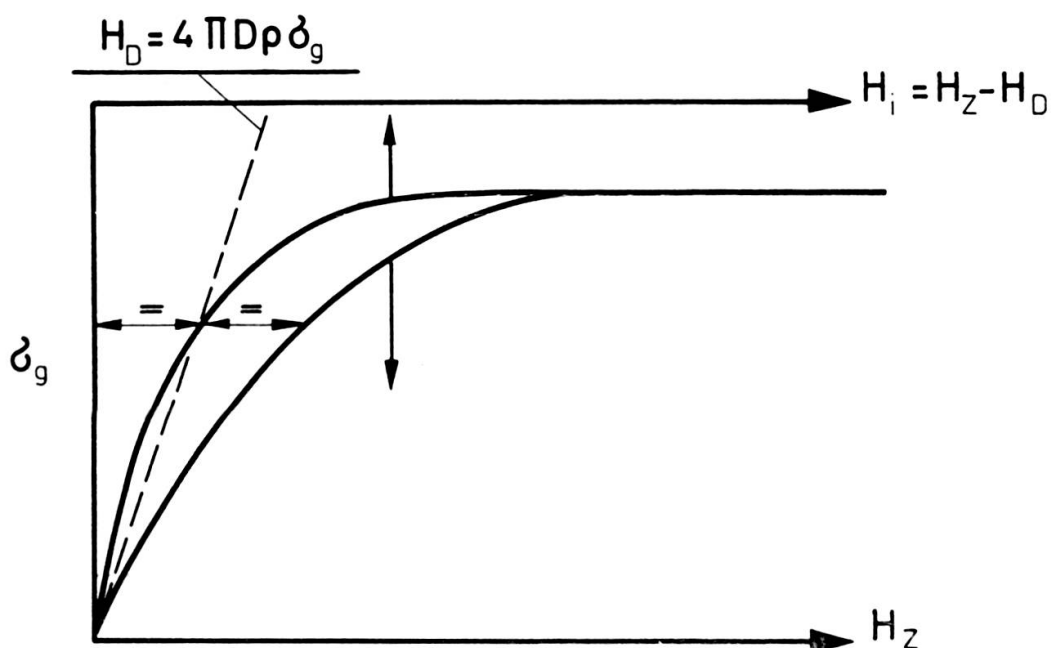


FIG. II.6

II.2.3.b *Influence de la position du spécimen*: Revenons à la figure II.1a et à la partie II.2.2. Nous avons mentionné que les erreurs dues à la position du spécimen selon l'axe x sont négligeables pour $\Delta x = \pm 3 \text{ mm}$, position facilement assurée. Nous avons vu également que la position du spécimen selon la verticale est fixée par la longueur du fil de suspension à 1 mm près à la suite de l'étalonnage de $H_z dH_z/dy$ maximum. Autour de cette position idéale $H_z dH_z/dy$ est constant à mieux que 0,5% sur 6 mm selon y . Les erreurs sur la position du centre d'échantillons sphériques de diamètres variables entre 1 et 3 mm sont donc négligeables. La suspension étant en quartz nous n'avons pas à redouter de contraction thermique ou d'allongement (à basse température le quartz a un coefficient de dilatation thermique positif, bien que très faible), qui déplacerait le spécimen selon y au cours de mesures en fonction de la température.

La seule coordonnée critique pendant la mesure d'un échantillon de forte susceptibilité n'obéissant plus à la règle des 5% (rapport force magnétique/poids du spécimen et de sa capsule) est donc z , l'axe des pièces polaires. L'erreur sur la force $\Delta F_y/F_y$ causée par un déplacement de Δz cm par rapport à la position idéale $z = 0$, peut être estimée selon (II.10), comme étant de l'ordre de $0,1 \Delta z^2$. Un spécimen déplacé de $\Delta z = 0,25 \text{ cm}$ voit ainsi sa susceptibilité diminuée d'environ 0,5% par ΔF_y causée par des forces magnétiques latérales. Ces 2,5 mm représentent le déplacement maximum permis à l'échantillon avant que la capsule de diamètre 4 mm ne

vienne toucher la paroi du tube de mesure, dont le diamètre est réduit à moins de 9 mm dans le voisinage du spécimen par le système de mesure des températures.

II.2.3c. *Effets du gaz d'échange* : Nous avons déjà mentionné quelques difficultés expérimentales soulevées par la présence d'un gaz d'échange dans l'enceinte de mesures, en ce qui concerne la mesure des températures notamment. Quelques aspects de ce problème ont été discutés dans (II.11), et une explication qualitative des effets du gaz d'échange sur la mesure de la force de Faraday y est donnée. Un flux thermomoléculaire existe dans un gaz de faible densité soumis à un gradient de température. Ce gradient sur la paroi intérieure du cryostat amène le gaz d'échange à s'élever le long du tube, et par conséquent à descendre le long du fil de suspension. Selon la pression du gaz d'échange ce mouvement peut se produire en régime laminaire ou turbulent. On a vu que l'on peut réduire le régime tourbillonnaire provoquant des oscillations de la suspension en diminuant la pression du gaz. En régime de flux laminaire, une poussée visqueuse s'exerce sur la suspension et cause une dérive du zéro de la balance en fonction de la température. Cet effet ne fausse pas les mesures car nous contrôlons la position de repos de la balance avant chaque mesure en fonction du champ.

La correction due à la susceptibilité χ^o du milieu gazeux dans lequel baigne le spécimen peut être importante dans le cas de substances de faibles susceptibilités.

$$\chi_v - \chi_v^o = F_y/V H_z dH_z/dy$$

implique une correction χ_v^o/ρ à la susceptibilité apparente mesurée pour calculer la vraie susceptibilité χ_g d'un échantillon de densité ρ . En général nous opérons dans un gaz sec d'hélium sous une pression inférieure à 20 mm, et cette correction est négligeable. Mais par exemple si l'on veut mesurer dans l'air ambiant sous pression atmosphérique ($\chi_v^{air} \cong + 31 \cdot 10^{-9} \text{ uem/cm}^3$) un échantillon d'Au ($\chi_g = - 143 \cdot 10^{-9} \text{ uem/g}$ et $\rho = 19,3 \text{ g/cm}^3$), la contribution de l'air sera de 1,1 %, donc de l'ordre de $1,5 \cdot 10^{-9} \text{ uem/g}$.

II.2.3d. *Comportement magnétique de la suspension* : La suspension de l'échantillon est assurée par un fil de quartz à l'extrémité duquel est soudée l'anse d'une capsule cylindrique à fond pointu, en quartz également. Comparé à d'autres matériaux tels que le pyrex ou le teflon (II.12), et à des métaux ou alliages (à base température l'invar par exemple devient ferromagnétique), le quartz semble idéal du point de vue mécanique et magnétique. Le quartz est diamagnétique: ainsi la partie inférieure de la suspension, soumise à l'influence du champ magnétique inhomogène, subit une répulsion verticale. Cette force exercée sur l'équipage doit se corriger à l'aide de mesures sans échantillon pour tous champs et toutes températures; le quartz en effet peut contenir quelques impuretés ferromagnétiques, ou paramagnétiques qui altèrent sa susceptibilité aux basses températures. Après sa réalisation la suspension, spéciale-

ment la capsule, ont été nettoyées à l'acide fluorhydrique pour éliminer le mieux possible les impuretés à la surface du quartz. Des mesures sans échantillon sont effectuées périodiquement en fonction de la température, et avant et après chaque spécimen à température ambiante, pour contrôler la propreté de la capsule: la sensibilité des mesures permet de détecter la moindre poussière magnétique introduite accidentellement.

II.2.3e. *Effets d'impuretés ferromagnétiques dans les échantillons*: D'autres sources d'erreurs importantes sur les résultats de mesures de susceptibilités proviennent de la pureté même des échantillons. Si des impuretés d'origine métallurgique sont diluées aléatoirement à l'intérieur du spécimen, une contribution paramagnétique, indépendante du champ sauf aux très basses températures, se superpose à la vraie susceptibilité de la substance « pure ». Le cas du moment magnétique géant du Fe en solution dans le Pd est très célèbre, et nous en reparlerons. La température du spécimen doit être soigneusement mesurée, et l'on peut corriger les effets d'impuretés manifestant de tels moments localisés par une contribution suivant une loi de Curie, en tenant compte à très basse température de la saturation paramagnétique par une fonction de Langevin-Brillouin.

Si les impuretés se présentent sous la forme d'« ilots » ou de morceaux globalement ferromagnétiques à l'intérieur ou à la surface du spécimen, la susceptibilité de ce dernier est fortement altérée par une contribution dépendant du champ. Une méthode de correction pour ces parasites ferromagnétiques a été développée par Honda (II.13). Avec l'hypothèse que la susceptibilité ferromagnétique

$$\chi_g^{Fe} = \sigma_g^{Fe} / H = \sigma_g^{Fe, \infty} / H \quad \text{pour } H > H_s$$

où H_s est l'intensité du champ magnétique correspondant à la saturation des impuretés (pratiquement on utilise les mesures pour $H > 5$ kOe), et à condition que l'aimantation à saturation $\sigma_g^{Fe, \infty}$ soit constante, la susceptibilité apparente χ_g^a d'une substance contenant une faible quantité c^{Fe} d'impuretés ferromagnétiques est liée à la vraie susceptibilité χ_g par la relation:

$$\chi_g^a = \chi_g + c^{Fe} \sigma_g^{Fe} H^{-1}$$

La pente de χ_g , reportée graphiquement en fonction de H^{-1} , donne une mesure pour c^{Fe} .

La figure II.7 illustre les effets de telles impuretés, supposées être du Fe, sur la mesure de la susceptibilité de deux différentes poudres de Rh. Les mesures en fonction du champ permettent une analyse de la quantité de Fe polluant le Rh. Pour Rh_2 (contenant environ $15 \cdot 10^{-4} \%$ at de Fe) la valeur de $\chi_g = (1,02 \pm 0,01) \cdot 10^{-6} \text{ uem/g}$ est en bon accord avec $\chi_g = (1,022 \pm 0,005) \cdot 10^{-6}$ mesurée pour un échantillon sphérique de Rh 5N fondu à four à arc. Dans ce cas les éventuelles impuretés de Fe ont été dissoutes à haute température dans le Rh, et aucune dépendance du champ

n'a été relevée. Pour Rh₁ la dépendance en H^{-1} a permis d'estimer une concentration de 0,04% at Fe, mais la pente est si prononcée que l'extrapolation vers $H = \infty$ ne peut s'effectuer à mieux que $\chi_g = (1,3 \pm 0,2) 10^{-6} \text{ uem/g}$.

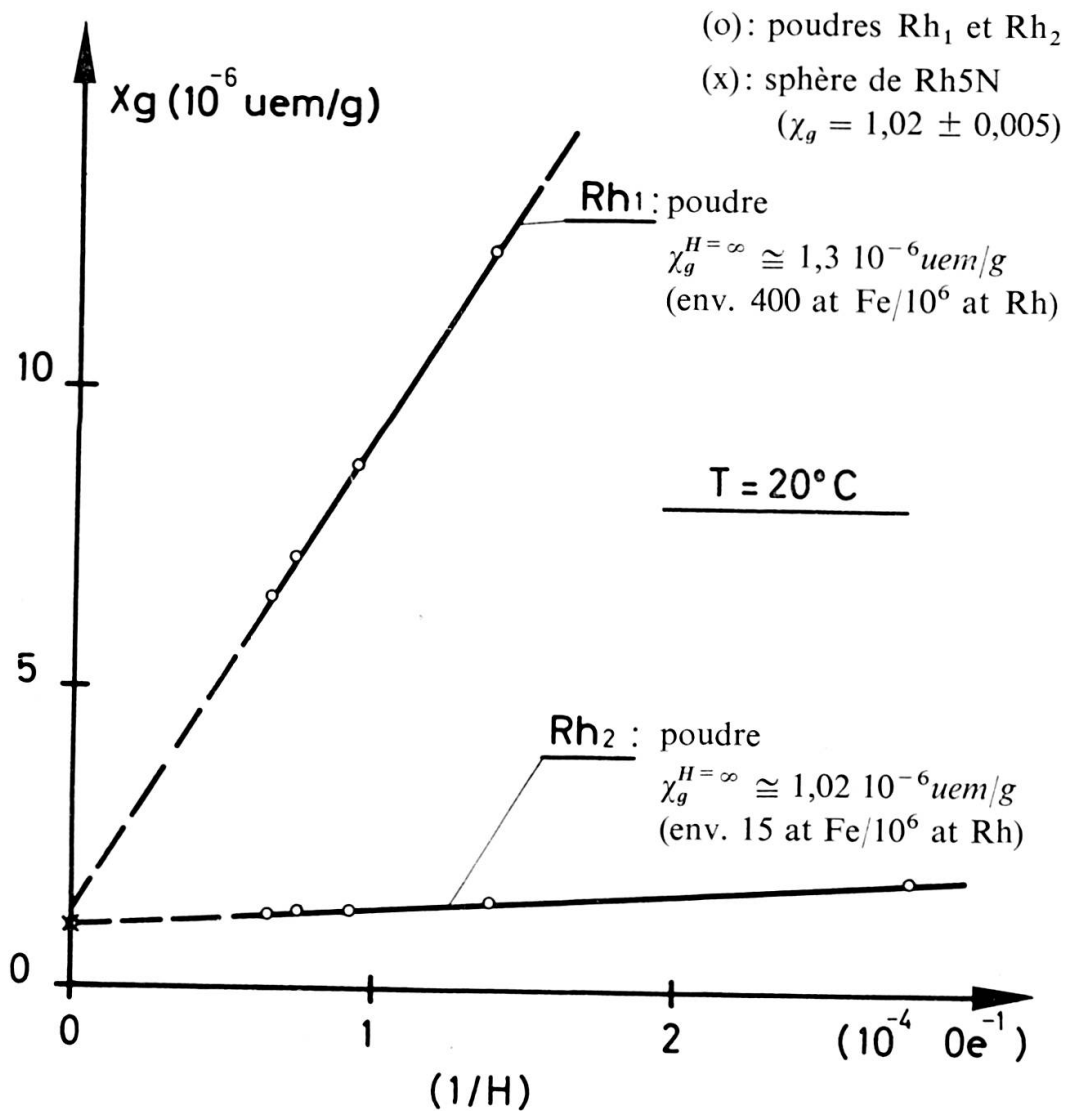


FIG. II.7

III. NOTIONS THÉORIQUES

Comment présenter les résultats des mesures

Notre travail étant principalement de nature expérimentale, nous ne ferons appel à des concepts théoriques que dans certains cas, lors de la présentation des résultats de mesure. Mais avant de vouloir interpréter les résultats à l'aide de modèles théoriques, et avant de citer les idées théoriques qui ont inspiré quelques mesures, il nous faut décrire comment exploiter et présenter ces résultats de mesures.