

II.1 Dispositifs expérimentaux, élaboration des films métalliques

L'étude électrochimique a été réalisée au Laboratoire d'Energétique et d'Electrochimie du Solide de l'Université Ferhat Abbas de Sétif, à l'aide d'un Voltalab 40 (PGZ 301), piloté par un micro-ordinateur (Voltmaster 04 Software). En utilisant le montage à trois électrodes présenté sur la Figure II.1.



Figure II.1: Dispositif expérimental (la cellule et le Voltalab)

II.1.1 Montage classique à trois électrodes

Dans toutes les expériences on a utilisé le montage à trois électrodes: une électrode de référence, une électrode auxiliaire et une électrode de travail (le substrat).

La cellule électrochimique:

La cellule utilisée est en verre PYREX, d'une capacité de 75 ml, volume suffisant pour que la concentration en espèce électroactive reste constante pendant la manipulation. Cette dernière est munie d'une double paroi et d'un couvercle à 4 orifices pour faire passer les trois électrodes et le tube de dégazage.

Les électrodes :

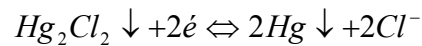
1- *L'électrode de travail* : constituée d'une plaque de Si(100) recouverte d'une couche de Platine (200 nm d'épaisseur).

Il est intéressant de noter que la préparation de ces électrodes de travail joue un rôle très important sur les résultats obtenus (le tracé des courbes, la qualité des dépôts). Au début, le substrat est lavé à l'eau distillée, puis immergé en acide chlorhydrique (10%) pendant 10 minutes, puis en acide nitrique (10%) pendant 5 minutes, finalement en éthanol absolu pour

30 minute. Après ces étapes, le substrat est activé dans une solution d'acide chlorhydrique (30%) pendant 1 minute environ.

2- *L'électrode auxiliaire* (contre électrode): nous avons utilisé un fil de Platine comme contre électrode.

3- *L'électrode de référence*: toutes les mesures de potentiel sont prises par rapport à l'électrode au calomel saturée (ECS) en chlorure de potassium KCl, constituée par le système calomel (chlorure mercurieux/mercure+chlorure de potassium) représentée par:



Son potentiel par rapport à l'électrode normale à hydrogène est égal à +0.2444 V à 25°C.

II.1.2 Tensions appliqués à l'électrode de travail

Avant de commencer l'étude électrochimique de notre système, nous avons examiné notre solution en absence des ions métallique à fin de déterminer son domaine d'électroactivité. Pour le tracé des courbes de la voltampérométrie cyclique, on a effectué un balayage de potentiel entre 0.2 V et -1.4 V, pour analyser le comportement électrochimique de notre électrode. Pour les courbes de la chronoampérométrie, on a choisi, d'après la voltampérométrie cyclique, les valeurs de potentiel appliquées entre -0.9 V et -1.3 V. Pour nos dépôts on a pris deux potentiels : -0.1 V et -1.1 V.

II.1.3 Dépôt électrochimique du nickel

L'électrodéposition en mode potentiostatique consiste à imposer un potentiel pendant une durée de temps, la réponse enregistrée $i=f(t)$, c'est la courbe dite chronoampérogramme. Cette courbe donne des informations très importantes sur la cinétique et la croissance des dépôts.

II.1.3.1 L'électrolyte employé et les conditions de dépôts

Les dépôts de Ni s'effectuent à partir des solutions des sels simples: sulfate, chlorure, sulfamate, fluoborate. Ils fournissent une haute activité en Ni^{2+} puisqu'ils se dissocient complètement. L'électrolyte le plus utilisé, il est beaucoup plus connu sous l'appellation de bain de Watts. Ce dernier bain est composé de sulfate de nickel, chlorure de nickel, sulfate de sodium et acide borique. La source des cations Ni^{2+} est constituée par les sels: chlorure et sulfate de nickel. Le sulfate de sodium agit comme électrolyte support, non électroactif, qui assure la totalité de courant par migration. L'acide borique faiblement ionisé agit comme

tampon dans la solution, en régulant le pH dans le film, et minimiser l'alcalinisation due à la consommation des ions H^+ et y évite la précipitation d'hydroxyde de nickel, il est valable pour $pH \approx 4 \pm 1$.



Pour faire varier le pH de la solution, on ajoute l'acide sulfurique (H_2SO_4) concentré, pour ne pas modifier les concentrations des différents constituants. Les solutions aqueuses contiennent toujours de l'oxygène dissous, qui est facilement réductible qu'on élimine par le barbotage préalable avant toute expérience pendant une vingtaine de minutes environ d'un gaz inerte comme l'azote. La température est maintenue voisine de 21 °C. La composition du bain et les conditions expérimentales sont résumés dans le tableau II-1.

Constituants	Sulfate	Chlorure	Watts
NiSO ₄ .6H ₂ O (mol/l)	0.1	–	1
NiCl ₂ .6H ₂ O (mol/l)	–	0.1	0.1
Na ₂ SO ₄ (mol/l)	1	1	1
H ₃ BO ₃ (mol/l)	0.5	0.5	0.5
Température °C	21	21	21
pH	3.7	3.7	3.6

Tableau II-1 : La composition des bains et les conditions expérimentales.

II.2 Méthode de caractérisation des dépôts

II.2.1 Caractérisation électrochimique

Les méthodes électroanalytiques utilisent la propriété de certaines substances chimiques (matériaux ou solutions) de pouvoir échanger des électrons avec un conducteur électronique, qui peut être un solide non métallique (graphite, carbone vitreux, etc.), un solide métallique (Or, Platine, etc....) ou liquide (Mercure, Aluminium fondu, etc.). Un milieu ionique solide ou liquide, non miscible ou séparé par une interface poreuse, ou sous forme de gel peut servir de relais éventuellement. Ce milieu conducteur électronique s'appelle électrode et peut être objet d'étude des méthodes électroanalytiques. Le second objet d'étude est la ou les substances chimiques. La capacité d'une espèce chimique à échanger des électrons, avec une autre espèce

ou une électrode, s'appelle l'électroactivité, l'incapacité se nomme indifférence, électroinactivité et on utilise aussi l'adjectif inerte.

Une méthode électroanalytique consiste, soit à imposer une différence de potentiel électrique, soit à faire passer un courant imposé, entre deux électrodes plongées dans un milieu gazeux, liquide ou solide contenant la substance à analyser, seule ou avec d'autres.

Une méthode électroanalytique peut poursuivre plusieurs buts :

1. Mesurer une aire active (surface active) d'une électrode dont une partie seulement de la surface est capable d'échanger des électrons avec une substance donnée.
2. Mesurer une concentration de substance électroactive dans le milieu.
3. Identifier une substance dans un milieu grâce à son " potentiel redox". Ce potentiel électrique est spécifique de l'espèce chimique et de son partenaire qui résulte de l'échange d'électron et il est répertorié dans des tables.
4. Déterminer la propriété de diffusivité (coefficient de diffusion) d'une espèce électroactive.
5. Étudier le mécanisme par lequel s'effectue l'échange électronique (Cinétique électrochimique). Étudier les réactions chimiques, en surface ou dans le milieu, ou d'adsorption-désorption sur l'électrode qui peuvent être couplées au mécanisme d'échange électronique proprement dit (Cinétique chimique hétérogène).

II.2.1.a La voltampérométrie cyclique

La voltampérométrie à balayage linéaire en tension est une méthode électrique d'étude dynamique des systèmes électrochimiques. Dans ce type de méthode on impose à l'électrode une tension et l'on étudie l'évolution temporelle du courant qui la traverse [2]. Son utilisation la plus fréquente consiste à effectuer deux balayages linéaires, le premier dit "aller" et le second dit "retour" en sens inverse de façon à revenir au potentiel de départ, après avoir donc effectué un cycle. Dans ce cas on dénomme la méthode "Voltamétrie cyclique", qui est son appellation standard. La voltamétrie n'atteint sa véritable puissance que lorsqu'on la pratique en aller-retour c'est la voltampérométrie cyclique, dont le principe est d'effectuer un balayage linéaire de potentiel à partir d'un potentiel initial E_i , tel que:

$$E = E_i \pm vt \quad (\text{II.2})$$

Ou v : la vitesse de balayage, le signe + correspond à un balayage vers les potentiels positifs, le signe - à un balayage vers les potentiels négatifs.

L'évolution du courant $I(t)$ qui traverse le système électrochimique au cours de la voltampérométrie, représentée sur un graphe en fonction de la valeur de $E(t)$, porte le nom de voltammogramme ou voltampérogramme ou aussi courbe de polarisation. Dans le cas de la voltammétrie cyclique, on indique par des flèches le sens du balayage. La figure II.2 représente l'allure générale d'un voltampérogramme $I=f(E)$

Les grandeurs caractéristiques d'un voltampérogramme sont :

I_{p_c} , I_{p_a} : courant de pic cathodique et anodique, E_{p_c} , E_{p_a} : potentiel de pic cathodique et anodique, $E_{p_c/2}$, $E_{p_a/2}$: potentiel à mi-hauteur des pics cathodique et anodique, ΔE_p ; différence de potentiel entre E_{p_c} et E_{p_a} .

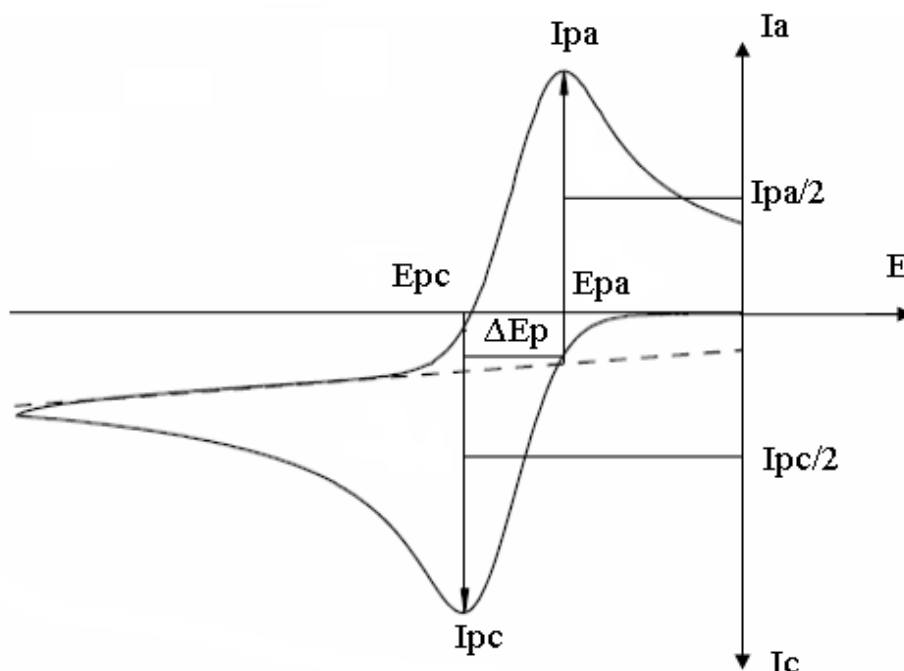
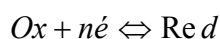


Figure II.2: Allure générale d'un voltampérogramme cyclique.

Expressions mathématiques des courants et des potentiels de pic dans un transfert de charge

Les expressions mathématiques du courant et du potentiel du pic ont été développées initialement pour un balayage aller (voltammétrie linéaire) par Randals et all. [3,4] pour des systèmes rapides, et par Delahay [5] pour des systèmes lents. Cette théorie est étendue par Matsuda et all. [6] aux systèmes semi-rapides. Les travaux de Nickolson et all. [7] ont permis la mise au point des relations décrivant les courbes expérimentales des balayages cycliques.

Dans le cas d'un transfert de charge rapide



$$I_p = 0.269 An^{3/2} D_R^{1/2} C_R V^{1/2} \quad (\text{mA}) \quad (\text{II.3})$$

$$E_p = E_{p/2} + 0.029 / n \quad (\text{mV}) \quad (\text{II.4})$$

$$E_{p_a} - E_{p_c} = 0.059 / n \quad (\text{V}) \quad (\text{II.5})$$

$$I_{p_a} / I_{p_c} = 1 \quad (\text{II.6})$$

Dans le cas d'un transfert de charge semi-rapide

$$I_p = 0.269 An^{3/2} D^{1/2} C_R K_s V^{1/2} \quad (\text{II.7})$$

Dans le cas d'un transfert de charge lent (irréversible)

$$I_p = 0.299 An(\alpha n)^{1/2} D_R^{1/2} V^{1/2} C_R \quad (\text{II.8})$$

K_s : Constante de vitesse, α : Coefficient de transfert, D_{Ox} : Coefficient de diffusion (cm^2/s), C : Concentration, V : Vitesse de balayage (V/s), A : Surface d'électrode (cm^2), et n : Nombre d'électron.

Critères d'analyse et discrimination des différents systèmes.

L'étude des variations du courant et du potentiel en fonction de la vitesse de balayage ($I_p=f(v^{1/2})$ et $E_p=f(\log v)$) peut nous informer sur la nature de l'étape limitante du courant mesurée sur le mécanisme à l'électrode.

- Si $I_p=f(v^{1/2})$ est une droite ; la réaction est régie par la diffusion pure.
- Si $I_p=f(v^{1/2})$ est une courbe de concavité tournée vers l'axe des courants; le processus à l'électrode comporte un transfert de charge accompagné d'une adsorption; et dans le cas ou la concavité est tournée vert l'axe des vitesses de balayage; le processus à l'électrode est associé à une réaction chimique.
- Si $E_p=f(\log v)$ est une droite :
 - a) de pente nulle; la réaction à l'électrode est rapide.
 - b) de pente différente de zéro et égale à $-30 \alpha n$ (mV); il s'agit d'un transfert de charge lent.
- Si $E_p=f(\log v)$ est une courbe et $I_p=f(v^{1/2})$ est une droite; on affaire à des processus semi – rapide.

Dans ce cas; on note que pour un processus régit par la diffusion; le courant de pic est proportionnel à la concentration analytique de l'espèce électroactive.

II.2.2.b La chronoampérométrie

La chronoampérométrie consiste à imposer un saut de potentiel à partir du potentiel d'équilibre (courant nul) jusqu'à une valeur fixe, à laquelle s'effectue la réaction à l'électrode, et à mesurer le courant en fonction du temps. Sous ces conditions, le système a fait une transition d'aucune réaction à la réaction d'état stable, contrôlé par le taux de transfert de masse d'espèces électroactives vers la surface de l'électrode. Une telle transition est toujours suivie par la variation de courant jusqu'à ce que l'état stable soit accompli, comme décrit par l'équation de Cottrell [8].

$$i = \frac{nFD^{1/2}C}{\pi^{1/2}t^{1/2}} \quad (\text{II.9})$$

Où:

i : la densité de courant (A.cm^{-2}), n : le nombre d'électrons échangés, F : la constante de Faraday 96500 (C As), D : coefficient de diffusion ($\text{cm}^2.\text{s}^{-1}$), C : la concentration (mole.cm^{-3}) et t : temps (s)

Le courant est fonction linéaire de $t^{-1/2}$, cette linéarité permet de déduire le coefficient de diffusion D de la pente de la droite. Dans le cas des systèmes hétérogènes sous contrôle de la diffusion, les valeurs élevées du courant initiale est due à l'augmentation des germes sur la surface toute fois que la nucléation est impliqué. La forme d'une courbe courant-temps est présentée sur la figure II.3.

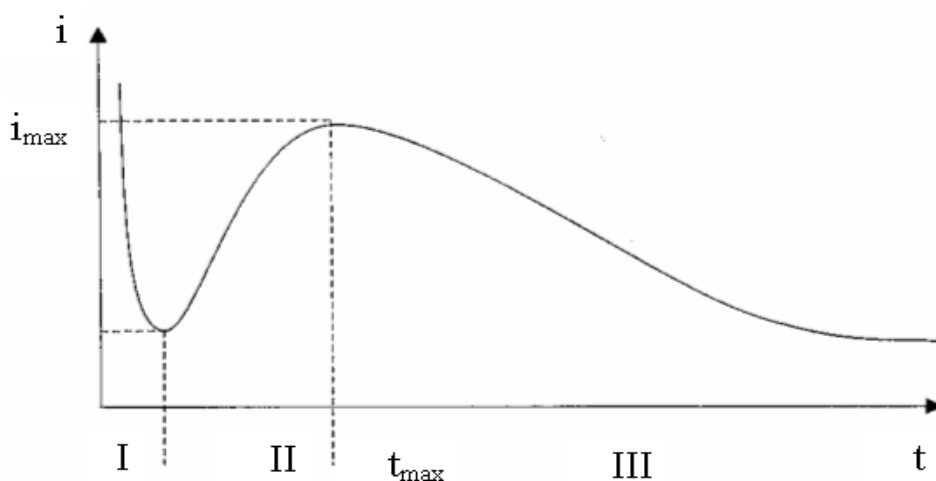


Figure II.3: Allure générale d'une courbe courant-temps.

- La partie I, correspond à la charge de la double couche donc au temps nécessaire pour la formation des germes.
- La partie II, le courant croît en parallèle avec la croissance des germes qui couvrent la surface de l'électrode jusqu'à une valeur I_{\max} au moment t_{\max} .
- La partie III, le courant est limité par la diffusion des espèces électroactives vers la surface de l'électrode qui est complètement couverte.

II.2.2 Caractérisation morphologique et structurale

II.2.2.a Microscopie à force atomique (AFM)

Principe

Le principe de la microscopie à force atomique trouve ses racines dans le travail de Tabor et al. [9-11]. Les interactions instantanées entre les dipôles électrostatiques des atomes et des molécules sont à l'origine des forces de *Van der Waals*. En effet, les fluctuations de densité électronique se manifestent généralement par la création de dipôles instantanés aboutissant à l'existence de ces forces. La détection des forces inter-atomiques peut s'effectuer dans deux modes différents : un mode attractif correspondant à des distances relativement grandes (de quelques nanomètres à quelques dixièmes de nanomètres) et un mode répulsif dans le cas où les distances sont inférieures à la distance d'équilibre. Des mesures de forces d'interaction entre surfaces [12] ou entre une sphère et une surface [13] ont été réalisées bien avant l'invention du microscope à force atomique. Ce dernier a permis d'augmenter la précision sur ces mesures tout en ayant un caractère local conduisant à une étude microscopique à très haute résolution. Le principe d'un AFM consiste à balayer la surface de l'objet par un atome unique et détecter l'effet de l'interaction de cet atome avec la surface en terme de force. Ceci est, pour l'instant, impossible à réaliser expérimentalement du fait de la difficulté de manipuler un atome isolé.

Fonctionnement de l'AFM

Comme pour tous les microscopes à sonde locale, l'élément essentiel de l'AFM est la pointe. Cette dernière doit être particulièrement fine et sa composition chimique doit lui conférer des propriétés de dureté évidentes. La pointe est montée sur un microlevier qui doit remplir des conditions encore plus drastiques. En effet, il doit avoir à la fois une grande

fréquence de résonance et une faible raideur. Binnig et all. [14] ont été les premiers à avoir l'idée d'intégrer la pointe sur l'extrémité libre d'un microlevier.

Comme pour toutes les autres microscopies en champ proche, l'AFM admet deux modes de détection :

1. Détection à pression variable où la pointe, en contact avec l'objet, va suivre les aspérités de l'objet en faisant fléchir le microlevier. La position verticale de ce dernier va constituer le signal utile.
2. Détection à pression constante où la position du levier est asservie, par voie électronique, sur une valeur de référence correspondant généralement à une faible pression de la pointe sur l'objet.

La figure II.4 décrit le fonctionnement d'un AFM commercial. L'échantillon est porté par un ensemble de translateurs piézo-électriques. Le microlevier est placé au voisinage de l'objet de telle sorte que la pointe soit en contact avec la surface (mode de contact) ou à quelques Angströms de cette dernière (mode attractif). Le balayage, à la différence de la plupart des microscopes optiques en champ proche, consiste à déplacer l'objet et non la sonde. Ceci est dû au fait que la position du microlevier doit être fixe par rapport au détecteur.

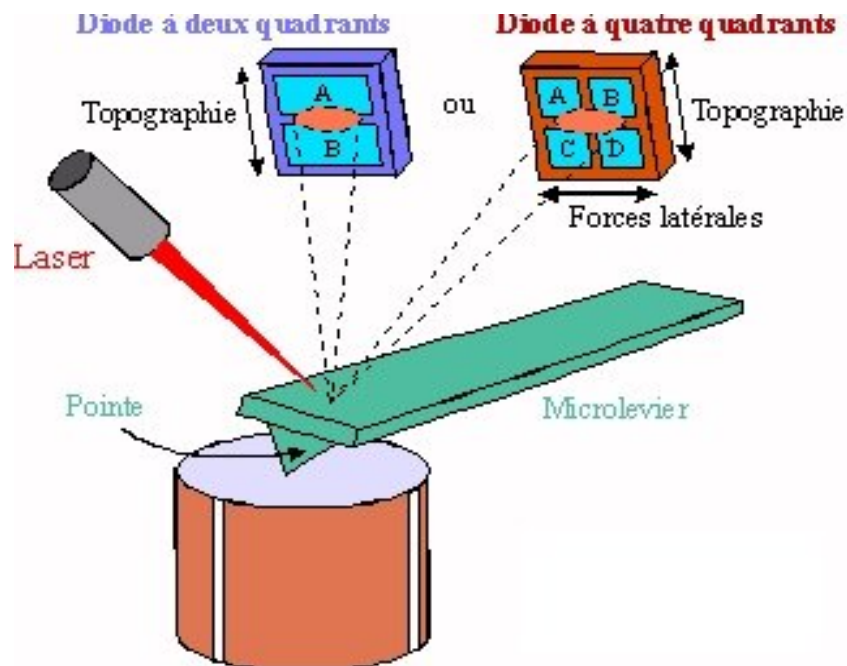


Figure II.4: Principe de fonctionnement d'un microscope à force atomique (AFM)

Le balayage est piloté par un micro-ordinateur. Le détecteur, quant à lui, est une photodiode à quatre quadrants (pour la détection des déplacements latéraux et transversaux du microlevier) ou à deux quadrants (détection des déplacements transversaux seulement). Un troisième mode de fonctionnement de l'AFM est appelé mode résonnant [15]. Ce dernier mode consiste à faire vibrer dans un plan vertical, l'ensemble pointe et microlevier, avec une faible amplitude en régime répulsif et une grande amplitude en régime attractif.

II.2.2.b Diffraction des rayons X (XRD)

L'étude de la caractérisation structurale des films minces exige l'emploi de la technique de la diffraction des rayons X. Cette technique non destructive et très puissante, permet de déterminer la structure cristalline, la qualité cristalline du matériau, maille de réseau et la distance entre plans atomiques

Les expériences de diffraction des rayons X sur les films de Ni ont été réalisées sur un diffractomètre D5000 SIEMENS à l'Institut de Physique et Chimie des Matériaux de Strasbourg au Groupe des Matériaux Inorganiques (GMI) sur le goniomètre $\theta/2\theta$. La source utilisée est une anticathode de Cuivre [$K_{\alpha 1}(Cu) = 1.54056 \text{ \AA}$].

Ce paragraphe est un descriptif rapide du montage expérimental utilisé et du type d'informations structurales que l'on cherche à déterminer à partir de cette technique.

Principe

La diffraction des rayons X est un phénomène de diffusion cohérente et élastique qui se produit lorsque les rayons X interagissent avec la matière organisée. L'onde diffractée résulte de l'interférence des ondes diffusées par chaque atome. Elle dépend donc de la structure cristallographique. La direction du faisceau diffracté est donnée par la loi de Bragg :

Où

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (\text{II.10})$$

λ : longueur d'onde du faisceau de rayons X, d: distance de deux plans réticulaires, θ : angle d'incidence des rayons X et n: l'ordre de diffraction.

Les radiations X possèdent la propriété de traverser un matériau et d'être diffractées par les atomes. La technique permet de déterminer les distances interatomiques et l'arrangement des atomes dans les réseaux cristallins. Comme les rayons X sont diffractés de façon différente par les éléments du réseau suivant la construction de ce dernier, l'irradiation de la

matière par rayons X permet de connaître sa nature cristallographique. Le degré (2θ) de diffraction dépend de l'énergie du rayonnement incident et de la distribution spatiale des atomes (structure cristalline). Le spectre de diffraction constitue l'empreinte caractéristique de la structure cristalline analysée. Les mesures sont effectuées avec un appareil, constitué par un tube émetteur de rayons X qui émet un rayonnement vers un échantillon, lequel diffracte une partie d'un rayonnement émis vers un système de détecteur.

Les spectres de diffraction peuvent être obtenus directement à partir d'un fragment solide, ou de petites quantités de poudre (spectre de poudre). Le matériau est bombardé par un faisceau de rayons X monochromatiques et parallèles de longueur d'onde connue, produit grâce à une anticathode appropriée, par exemple de cuivre (Energie du rayonnement : 8047 eV ; Longueur d'onde ($K\alpha 1$) : 1.5405 Å). Le rayonnement émis est défini par un système de fentes (fentes Soller) et de fenêtres situées avant et après l'échantillon. L'échantillon est disposé sur une porte échantillon qui tourne d'un mouvement uniforme autour d'un axe situé dans son plan (cercle goniométrique), permettant ainsi d'augmenter le nombre d'orientations possibles des plans réticulaires. Les particules étant orientées au hasard, il y aura toujours une famille de plans donnant lieu à la diffraction, de telle sorte que l'on obtiendra simultanément tous les faisceaux susceptibles de diffracter: ces faisceaux forment des cônes de demi-angle au sommet 2θ . Un détecteur ou compteur (Geiger-Müller ou compteur à scintillation) mesure l'intensité du rayonnement X diffracté dans certaines directions. Il tourne autour du même axe mais à une vitesse double de celle de l'échantillon. Pour un angle d'incidence θ , l'angle mesuré par le déplacement du compteur sera donc 2θ . L'enregistrement réalisé est la courbe de l'intensité des rayons X diffractés en fonction des angles de diffraction. L'acquisition est effectuée par une unité de contrôle et le traitement des diffractogrammes ou spectres s'effectue à l'aide d'un logiciel basé sur les données des fiches ASTM (American Society for Testing and Materials), faisant correspondre les distances interréticulaires d aux angles 2θ enregistrés. La position des pics de diffraction permet l'identification des structures ou phases cristallines présentes et donc la détermination de la composition cristallographique de l'échantillon analysé. La position des pics peut également servir à identifier des transformations ordre-désordre tandis que la forme du pic peut permettre d'identifier des microdéformations (taux d'écrouissage).

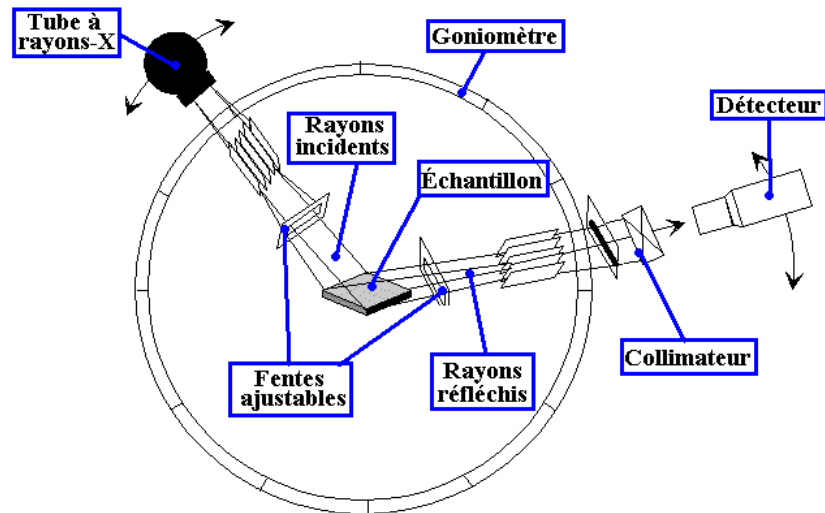


Figure II.7: Schéma d'un spectromètre de diffraction des rayons X

Par cette géométrie on peut déterminer (cf. figure II.7):

- Les paramètres de maille du film (et des données dérivées, telles que les distances interréticulaires le long de l'axe de croissance...),
- La largeur totale à mi-hauteur $\Delta 2\theta$ (*FWHM*) des pics de diffraction (c'est à dire l'élargissement des raies) qui donne des informations sur la longueur de corrélation cristalline des atomes (la longueur sur laquelle les positions atomiques sont corrélées ou enchaînées), le long de l'axe de croissance. En effet, la théorie prévoit que la largeur des réflexions dans l'espace réciproque, mesuré par $\Delta 2\theta$ à mi-hauteur est inversement proportionnelle à la longueur de corrélation dans l'espace direct. Plus cette longueur de cohérence est grande et plus la densité de défauts cristallins (défauts d'empilements, joints de grains, etc.) est faible [16]. Cette longueur de corrélation est équivalente à $D_{(hkl)}$ dans le cas des couches minces (dimension moyenne des cristallites selon la normale ou dans les plans hkl diffractants).

$D_{(hkl)}$ est estimé à partir de $\Delta 2\theta$, en supposant que seule la taille des grains contribue à l'élargissement d'une raie de diffraction, en appliquant la relation classique de *Scherrer*, [16,18]:

$$D_{(hkl)} = \frac{\lambda}{(\Delta 2\theta) \times \cos\theta} \quad (\text{II-11})$$

où :

- $D_{(hkl)}$ en Å représente l'épaisseur sur laquelle il y a cohérence des plans atomiques, pour une couche mince de bonne qualité cristalline, $D_{(hkl)}$ est l'épaisseur du film.

- λ La longueur d'onde de la radiation X utilisée (Å), dans notre cas $K_{\alpha 1}(Cu) = 1.54056 \text{ \AA}$.
- θ Angle du pic de diffraction mesurée en radians (angle de *Bragg* considérée).
- $\Delta 2\theta$ La largeur à mi-hauteur (*FWHM*) du pic mesuré en 2θ , corrigée de la fonction d'appareillage (0.07° en 2θ). L'élargissement d'une raie de diffraction en 2θ corrigée de la fonction d'appareillage est donné par la relation suivante:

$$(\Delta 2\theta) = \sqrt{(\Delta 2\theta)_{\text{mes}}^2 - (\Delta 2\theta)_{\text{inst}}^2}, \quad (\text{II-12})$$

(en considérant que les raies utilisées ont la forme d'une symétrie gaussienne).

II.2.4 Caractérisation magnétique

Cycles d'hystérésis

Les mesures magnétiques ont été réalisées également à l'IPCMS avec un magnétomètre AGFM. Lorsque l'on a magnétisé un échantillon jusqu'à la saturation et que l'on fait décroître l'excitation H , on constate que B décroît également mais en suivant une courbe différente qui se situe au dessus de la courbe de première aimantation. Ceci est le fait d'un *retard* à la désaimantation. On dit qu'il y a hystérésis

- Lorsque H est ramené à 0, il subsiste un champ magnétique B_r appelé *champ rémanent* (du latin *remanere*, rester).

Pour annuler ce champ rémanent, il est nécessaire d'inverser le courant dans le solénoïde, c'est-à-dire d'imposer à H une valeur négative. Le champ magnétique s'annule alors pour une valeur de l'excitation H_c appelée *excitation coercitive*.

Matériaux magnétiques doux

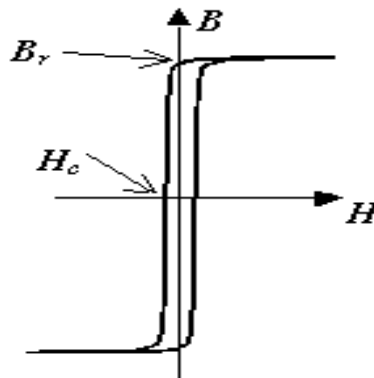


Figure II.8: Représentation schématique d'un cycle d'hystérésis pour un matériau doux

Ce sont en général des matériaux doux mécaniquement. Ces matériaux ont des cycles très étroits: l'excitation coercitive ne dépasse pas 100 A.m. Ils possèdent une grande perméabilité.

Quelques exemples :

* SuperMalloy (Fer, Nickel, Molybdène,...): $H_c = 0,16 \text{ A.m}^{-1}$; $B_r = 1,2 \text{ T}$ (l'un des plus doux).

* Fer + 3 % de Silicium, grains orientés : $H_c = 8 \text{ A.m}^{-1}$; $B_r = 1,0 \text{ T}$

Les matériaux magnétiques doux sont utilisés pour réaliser des électroaimants (leur aimantation doit pouvoir facilement être annulée) ou des circuits magnétiques fonctionnant en régime alternatif (machines électriques, transformateurs), car ce phénomène d'hystérésis est responsable de pertes d'énergie.

Matériaux magnétiques durs

Contrairement aux matériaux précédents, les cycles sont extrêmement larges: plusieurs centaines de kA.m^{-1} . Il est impossible de les dessiner dans un même repère que les précédents.

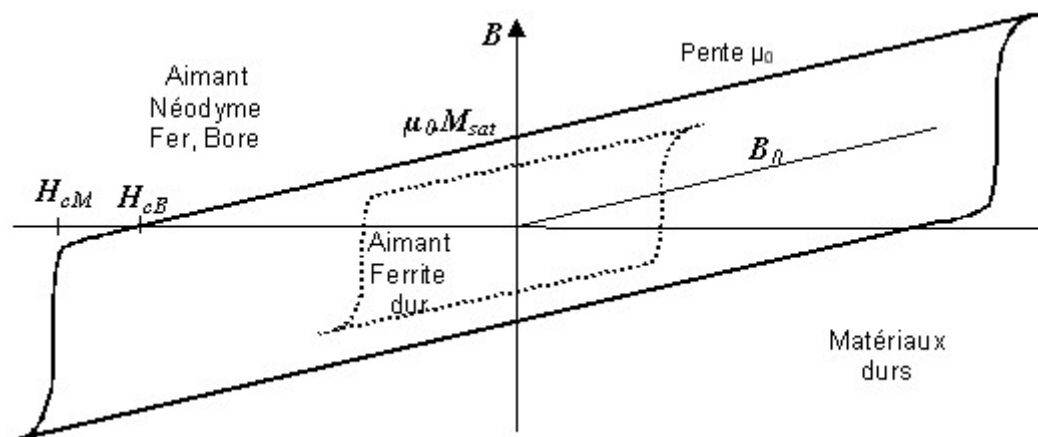


Figure II.9: Représentation schématique d'un cycle d'hystérésis pour un matériau dur.

Certains de ces matériaux à base de terres rares (alliages Samarium-Cobalt ou Néodyme-Fer-Bore), ne se désaimantent pas, même lorsqu'on annule le champ magnétique interne (l'excitation vaut alors H_{cB}). Pour annuler (en fait inverser) l'aimantation, il est nécessaire de fournir une excitation magnétique que l'on appelle H_{cM} : excitation de désaimantation irréversible. L'application de ces matériaux est la réalisation d'aimants permanents de très forte puissance.

Références chapitre II

- [1] H. C. Wang, S. G. Sun, J.W. Yan, H. Z. Yang, Z.Y. Zhou, J. Phys. Chem. B 109 (2005) 4309.
- [2] B. Le Gorrec "Thermodynamique et cinétique électrochimique expérimentale" Edt. Masson. Paris (2005).
- [3] J.E. B. Rindles, Trans. Faraday.Soc; 44 (1948)327.
- [4] A. Sevic et coll.CZ, Chem.Com, 13 (1948) 349.
- [5] P. Delahay, J. Am.Chem.Soc, 75 (1953) 311.
- [6] H. Matsuda, Y. Ayabe; Z.Electrochem, 59 (1955) 494.
- [7] R. Nicholson, I. Schain, Anall. Chem, 36 (1964) 706.
- [8] Southampton Electrochemistry Group, in: T.J. Kemp (Ed.), "Instrumental Methods in Electrochemistry ", Ellis Horwood Ltd, Chichester, UK (1985).
- [9] D. Tabor, R.H. S. Winterton, Proc. Roy. Soc. A 312 (1969) 451.
- [10] J. N. Israelachvili, G. J. Adam, Chem. Soc. Faraday Trans. I 74 (1978) 975.
- [11] J. N. Israelachvili, D. Tabor, Progress in Surface and Membrane Science 7 (1973) 1.
- [12] J. N. Israelachvili, D. Tabor, Proc. Roy. Soc. A 331 (1972)19.
- [13] A. Tonck, J. M. Georges, J. L. Loubet, Colloid and Interface. Sci. 126 (1988) 1.
- [14] G. Binnig, C. Quate, G. Gerber, Phys. Rev. Lett. 56 (1986) 930.
- [15] Q. Zong, D. Innis, K. Kjoller, V. B. Elings, Surf. Sci. Lett. 290 (1993) L688.
- [16] A. Guinier, "Théorie et technique de la radiocristallographie", Edt. Dunod, Paris (1964).
- [17] J. L. Lebrun, G. Maeder, Comm. Réunion. Groupe Français pour l'analyse des contraintes par diffraction X (1980).
- [18] C. S. Barrett & T. B. Massalski, "Structure of Metals", Mc Graw-Hill publishers, 3^{ème} édition, New York (1980).