

**Contribution à l'étude des caractéristiques magnétiques  
des alliages Co-Ni et Co-Ni-P obtenus par voie  
électrolytique**

N. Fenineche, O. El Kedim, C. Coddet

► **To cite this version:**

N. Fenineche, O. El Kedim, C. Coddet. Contribution à l'étude des caractéristiques magnétiques des alliages Co-Ni et Co-Ni-P obtenus par voie électrolytique. Journal de Physique IV Colloque, 1992, 02 (C3), pp.C3-107-C3-111. <10.1051/jp4:1992316>. <jpa-00251521>

**HAL Id: jpa-00251521**

**<https://hal.archives-ouvertes.fr/jpa-00251521>**

Submitted on 1 Jan 1992

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

## Contribution à l'étude des caractéristiques magnétiques des alliages Co-Ni et Co-Ni-P obtenus par voie électrolytique

N. FENINECHE, O. EL KEDIM et C. CODDET

*LERMPS, Institut Polytechnique de Sévenans, 90400 Sévenans, France*

### ABSTRACT:

The present study concern the effect of the elaboration parameters on the structural state of the deposit, and particularly the texture and its relationships to the magnetic properties. In order to follow the evolution of magnetic characteristics with the structure and the texture, experimental conditions were selected in a manner that the chemical composition of the deposits remained almost unchanged (80-82% Co, 18-20% Ni). Bright and smooth deposits characterized by  $[11\bar{2}0]$  or  $[11\bar{2}0]+[10\bar{1}0]$  texture axis with interesting magnetic properties were obtained. The addition of phosphorus as a non-magnetic inclusion enhanced their magnetic properties, particularly coercivity  $H_C$  and initial magnetic permeability  $\mu_i$ .

### 1. INTRODUCTION:

La préparation de dépôts d'alliages magnétiques par voie électrolytique a pris une grande importance dans les années récentes en raison des applications pratiques dans les technologies modernes (1). Des efforts récents ont été particulièrement orientés vers la préparation d'alliages, tels que Co-Ni, Fe-Ni et Fe-Co qui ont des applications comme supports magnétiques de l'information (1-6).

L'objet de ce travail est d'étudier l'influence de quelques paramètres d'élaboration sur l'état structural du dépôt, en particulier sa texture, en liaison avec les propriétés magnétiques.

### 2. TECHNIQUES EXPERIMENTALES:

L'opération d'électrolyse est effectuée dans un récipient en verre pyrex d'une contenance de 400 ml à partir d'une solution à base de chlorures de cobalt et de nickel avec quelques additifs. La température est régulée à 0,5°C près par un thermomètre à contact associé à un agitateur magnétique chauffant. La durée d'électrolyse est réglée de façon à ce que le dépôt ait une épaisseur d'environ 20  $\mu\text{m}$ , valeur largement suffisante pour que la formation de la texture puisse atteindre son niveau de croissance stable.

L'analyse chimique du dépôt a été réalisée au moyen d'une microsonde de Castaing Cameca M.S.46 avec une précision moyenne d'environ 1%. Afin de déterminer les paramètres du réseau cristallin et de pouvoir identifier les différentes phases cristallines dans le dépôt, nous avons utilisé les méthodes de diffractométrie usuelles utilisant un rayonnement monochromatique  $\text{CuK}\alpha$  et  $\text{CoK}\alpha$ , au moyen respectivement d'un diffractomètre RIGAKU et d'un diffractomètre PHILIPS. Les textures ont été déterminées par la technique des figures de pôles à l'aide d'un goniomètre de textures de type HUBER. Les mesures magnétiques ont été

réalisées avec un coercimètre du type FORSTER KOERZIMAT 1.095 ainsi qu'un magnétomètre vibrant modèle 4500 V.S.M. piloté par ordinateur.

### 3.RESULTATS EXPERIMENTAUX:

Lorsque l'on suit l'évolution des caractéristiques magnétiques, en particulier le champ coercitif  $H_c$  en fonction de l'épaisseur du dépôt (fig.1), on constate que  $H_c=f(e)$  est une fonction décroissante en bon accord avec la relation générale donnée par NEEL (7):

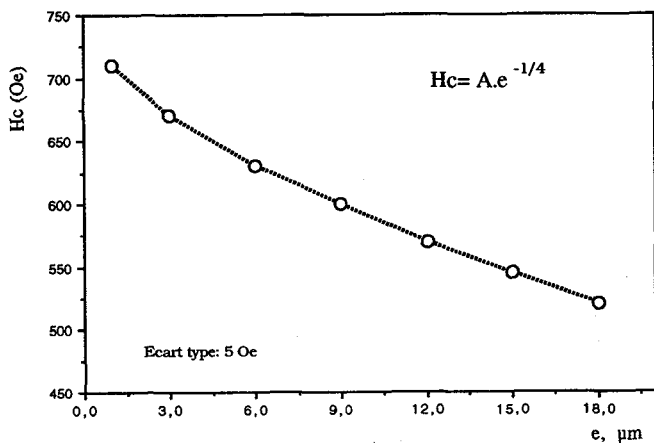


Fig.1: Evolution du champ coercitif  $H_c$  en fonction de l'épaisseur  $e$  du dépôt ( $i=2.0$  A/dm<sup>2</sup>; pH=3.5; T=23°C).

$H_c = A.e^{-n}$  où  $A$  est une constante,  $e$  l'épaisseur du dépôt et  $0 < n < 1$ .

Dans le cas particulier des alliages Co-Ni  $n = 0,25$  et, par conséquent, la relation précédente s'écrit:

$$H_c = A.e^{-1/4}$$

Toutefois, l'analyse chimique de la composition du dépôt montre que cette évolution semble liée non pas à la distribution de la composition, mais plutôt à une évolution de l'état structural, en particulier de la taille du grain et des axes de texture (9). C'est ce qui nous a amené à étudier l'effet de cet état structural sur les caractéristiques magnétiques en faisant varier les différents paramètres d'électrolyse.

La figure (2) montre ainsi l'évolution du champ coercitif  $H_c$ , et de la rectangularité du cycle  $M_r/M_s$ , avec le paramètre densité de courant (paramètre électrolytique représentant l'intensité du courant électrique par unité de surface de l'échantillon). Nous constatons qu'une augmentation de la valeur de ce paramètre contribue d'une manière considérable à une chute des caractéristiques magnétiques de l'alliage. Nous remarquons aussi que les axes principaux de texture changent et que la texture d'axe [1120] correspond à de bonnes performances magnétiques. Ces changements de texture ont été décrits par ailleurs (9).

D'autres paramètres cependant, à part la texture, pourraient entrer en jeu et influencer les caractéristiques magnétiques, notamment l'apparition d'une phase secondaire. C'est ce que nous avons constaté en étudiant l'évolution de ces mêmes caractéristiques en fonction de la température du bain (fig.3) pour des valeurs supposées optimales de la densité de courant et du pH ( $DC=20$  mA/cm<sup>2</sup>, pH=3,5)(9). En effet, si l'on assiste d'abord à une nette diminution des caractéristiques pour des températures variant de 20 à 50°C, on constate au delà de 50°C un rehaussement assez remarquable des propriétés magnétiques. Ce rehaussement correspond à

l'apparition d'une phase secondaire, en l'occurrence la phase cubique  $\alpha$ . Cette constatation rejoint les observations de nombreux chercheurs, en particulier Polukarov (8), qui ont attribué à la germination d'une phase secondaire, soit ici la phase cubique  $\alpha$  dans le cas des alliages Co-Ni la responsabilité de la modification des propriétés magnétiques.

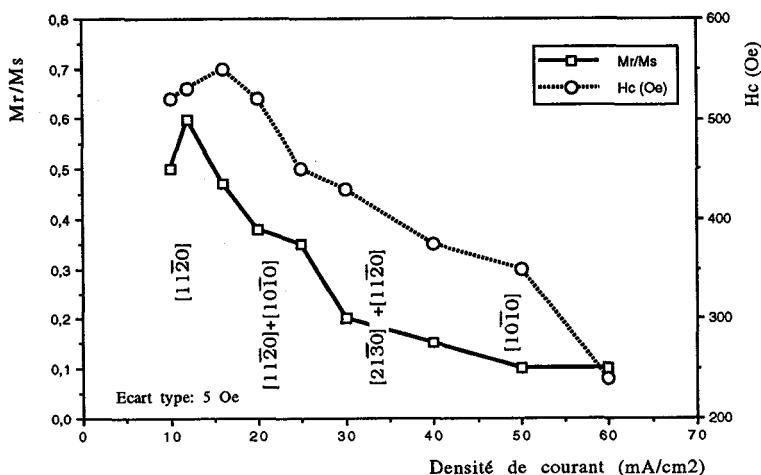
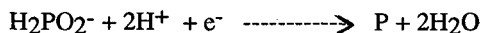
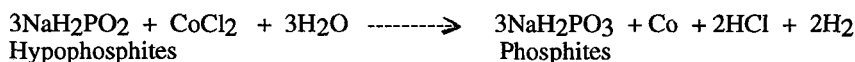


Fig.2 : Evolution du champ coercitif  $H_c$  et de la rectangularité  $M_r/M_s$  en fonction du paramètre densité de courant ( $pH=3,5$ ;  $T=23^\circ C$ ) avec l'indication des axes de texture préférentiels.

Il semble aussi que l'incorporation de phosphore dans l'alliage Co-Ni comme inclusion non magnétique, dans des proportions bien définies, permette de faire évoluer sensiblement ses caractéristiques magnétiques, en particulier le champ coercitif  $H_c$  et la perméabilité initiale  $\mu_i$  (9).

Les mécanismes mis en jeu lors de la formation des précipités de phosphore au sein du dépôt n'ont pas été très bien élucidés. Seules ont été admises (9) des réactions très globales du type:



D'un point de vue magnétique, les amas de phosphore peuvent être considérés comme inclusions non magnétiques et par conséquent elles peuvent agir sur la structure magnétique en formant des domaines de fermeture qui contribuent à ancrer les parois de Bloch et à freiner leur déplacement. La grandeur physique permettant de décrire la mobilité de ces parois de Bloch est la perméabilité initiale  $\mu_i = (\Delta B / \Delta H)$  qui représente la pente, pour les faibles champs, de la courbe de première aimantation.

Expérimentalement on constate que la présence de phosphore dans le dépôt conduit à une nette diminution de la taille de grains, ce qui est apparemment à l'origine d'une augmentation du pouvoir réfléchissant des dépôts. De même les textures d'orientation qui étaient importantes et perfectionnées en l'absence d'hypophosphite perdent nettement leur degré de perfectionnement en présence de ce dernier (9).

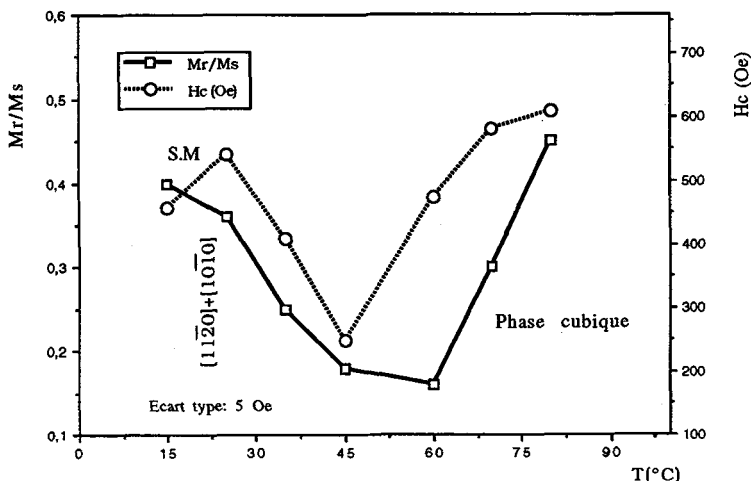


Fig. 3 : Evolution du champ coercitif  $H_c$  et de la rectangularité  $M_r/M_s$  en fonction de la température du bain ( $i = 20 \text{ mA/cm}^2$ ;  $\text{pH} = 3,5$ ).

L'évolution du champ coercitif  $H_c$  et de la perméabilité initiale  $\mu_i$  en fonction de la quantité d'hypophosphite dans le bain montre (fig.4) que la perméabilité initiale  $\mu_i$  diminue nettement quand la quantité d'hypophosphite dans le bain augmente, ce qui correspond à une augmentation régulière de la quantité de phosphore dans le dépôt (9). Ceci traduit une nette diminution de la mobilité des parois de Bloch avec la teneur en phosphore, phénomène qui ne peut être, compte tenu de son ampleur, attribué uniquement à un changement de l'orientation ou de la taille de grains (9). Ainsi la présence des particules de phosphore au sein de la matrice magnétique a pour effet d'abaisser l'énergie des parois et de changer localement l'aimantation moyenne en formant des domaines de fermeture. Ces domaines de fermeture constituent des "structures magnétiques secondaires" formant ainsi un matériau polyphasé d'un point de vue magnétique.

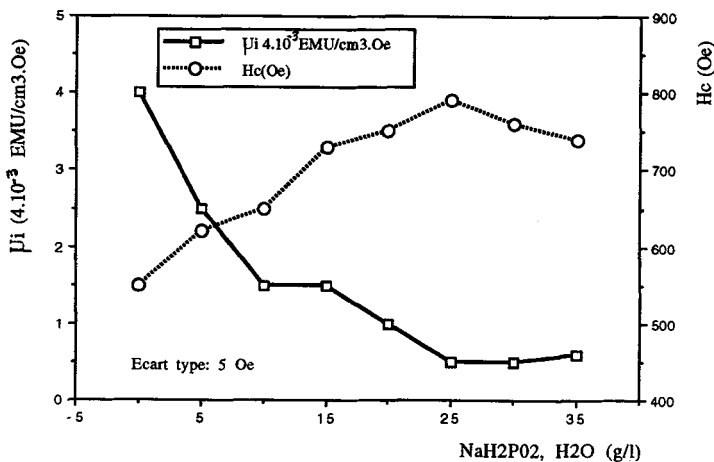


Fig. 4 : Evolution du champ coercitif  $H_c$  et de la perméabilité initiale  $\mu_i$  en fonction de la quantité d'hypophosphite dans le bain ( $i = 20 \text{ mA/cm}^2$ ;  $\text{pH} = 3,5$  et  $T = 23^\circ\text{C}$ ).

Il est important aussi de remarquer que le champ coercitif varie en sens inverse de la perméabilité magnétique. En effet, si d'un point de vue macroscopique le champ coercitif est défini comme étant le champ nécessaire pour changer le sens de l'aimantation d'un matériau ferromagnétique préalablement aimanté, d'un point de vue microscopique c'est un champ qui est suffisant pour décrocher les parois de Bloch des positions d'équilibre qu'elles occupent et leur faire effectuer un déplacement irréversible de grande amplitude. Ces résultats semblent en bon accord avec ceux rapportés par Mirzamaani et coll.(10) qui ont montré qu'une augmentation du champ coercitif est reliée à une augmentation du contenu en phosphore dans le dépôt.

#### 4. CONCLUSION:

A la lueur des résultats obtenus, il semble encore difficile de prévoir et de peser avec certitude l'effet de chacun des paramètres structuraux sur les caractéristiques magnétiques. Néanmoins, pour une composition donnée, nous avons pu constater que:

- l'épaisseur du dépôt a un rôle non négligeable d'un point de vue magnétique, et que des épaisseurs allant de 1 à 5  $\mu\text{m}$  sont en général favorables;
- le choix des paramètres d'électrolyse peut permettre d'obtenir des structures ou des axes de textures favorables comme l'axe [1120];
- la présence ou l'évolution d'une phase secondaire contribue à l'amélioration des caractéristiques magnétiques;
- l'addition de phosphore dans l'alliage Co-Ni comme inclusion non magnétique, dans des proportions bien définies, permet d'améliorer sensiblement ses caractéristiques magnétiques, en particulier le champ coercitif  $H_C$  et la perméabilité initiale  $\mu_i$ .

#### REFERENCES

- 1- S. N. Srimathi, S. M. Mayanna and B. S. Sheshadri, Surf. Technol., 16(1982)277-322.
- 2- J. Bielinski and J. Przulski, Surf. Technol., 9(1)(1979)65.
- 3- B. S. Sheshadri and T.H.V. Setty, J. Cryst. Growth, 21(1974)21.
- 4- B. S. Sheshadri, V. Koppa, B.S. Jai Prakash and S.M. Mayana, Surf. Technol., 13(1981)111.
- 5- M.F. Ahmed, B. S. Sheshadri and F. Pushpanaden, J. Mater. Sci., 12(1977)549.
- 6- A.M. Abdelhalim and R.M. Khalil, Surf. Coat. Technol., 27(1986)103-115.
- 7- L. Néel, J. Phys. Radium, 17(1956)250.
- 8- Y. M. Polukarov, Elektroliticheskoe Osazhdenie Splavov, Moscow, (1961)57.
- 9- N.E. Fenineche, Thèse. Université de Compiègne-Sévenans. 1990.
- 10- M. Mirzamaani, L. Romankiw, J. Mahlke and N. C. Anderson, J. Electrochem.35 (11)(1988)2813-2817.

#### REMERCIEMENTS:

Un sincère remerciement à Mr. J. M. DESVIGNES (CNRS, Meudon) pour sa contribution aux mesures magnétiques.