This document was produced by scanning the original publication.

Ce document est le produit d'une numérisation par balayage de la publication originale.



PUBLICATIONS of EARTH PHYSICS BRANCH

VOLUME 42 - Nº 8

un four électrique pour l'étude des propriétés magnétiques des roches

J.-L. ROY, E. SANDERS et J. REYNOLDS

DEPARTMENT OF ENERGY, MINES AND RESOURCES

OTTAWA, CANADA 1972

© Information Canada Ottawa, 1972

N° de Cat.: M70-42/8F

Table des matières

- 229 Introduction
- 229 Construction d'un four
- 231 Description du four a) et b)
- 232 Champ nul b)
- 233 Uniformité du champ
- 234 Matériaux employés b)
- 234 Élément de chauffage et
 - composante magnétique b) et c)
- 235 Contrôle de température d) et g)
- 235 Uniformité de température e) et f)
- 236 Rendement
- 236 Remerciements
- 236 Information
- 237 Bibliographie



un four électrique pour l'étude des propriétés magnétiques des roches

J.-L. ROY, E. SANDERS et J. REYNOLDS

Résumé. Les auteurs décrivent la construction, les caractéristiques et le fonctionnement d'un four électrique (diamètre: 30.5 cm, hauteur: 20.3 cm), et font état des matériaux «non magnétiques» employés à sa construction. Le four peut recevoir 120 échantillons cylindriques (diamètre: 2.5 cm, hauteur: 2.2 cm) dans un champ magnétique d'intensité $\leq 6\gamma$ dont 45 dans un champ d'intensité $\leq 1\gamma$. Le champ magnétique et la température sont contrôlés automatiquement.

Abstract. The construction, characteristics, and performance of an electric oven (diameter 30.5 cm, height 20.3 cm) are described. The "non-magnetic" materials used are discussed. The oven can accommodate 120 cylindrical samples (diameter 2.5 cm, height 2.2 cm) within a magnetic field $<6\gamma$; 45 of which are within a field $<1\gamma$. The magnetic field and the temperature are controlled automatically.

Introduction

Depuis nombre d'années, les chercheurs sur les propriétés magnétiques des roches ou des terres cuites font amplement usage de traitements thermiques. Entre autres, les travaux pratiques de Thellier (1938) et de Thellier et Thellier (1959) et les travaux théoriques de Néel (1955) ont beaucoup contribué à l'étude de certaines lois d'aimantation des roches. Ainsi, il a été démontré que lorsqu'une roche est laissée à refroidir dans l'intervalle de température T_1 et T_2 ($T_1 > T_2$), situé entre le point de curie (T_c) le plus élevé de ses constituants et $T_{20} = 20^{\circ}C$, elle acquiert une aimantation thermorémanente partielle (ATRP) d'intensité proportionnelle à celle du champ magnétique ambiant si celui-ci est faible; les directions du champ ambiant et de l'ATRP sont habituellement parallèles. Cette ATRP restera imperméable à tout réchauffement inférieur à T2, mais pourra être remplacée totalement, ou en partie, par une nouvelle ATRP par un réchauffement à température $T \ge T_2$, où $T_2 < T$ $< T_1$, et un refroidissement subséquent. Il en sera ainsi pour chaque intervalle T₂ $-T_3 - \ldots T_n$ comprisentre T_c et T_{20} . La somme vectorielle des aimantations de tous ces intervalles constitue l'aimantation thermorémanente dite totale (ATR).

Une ATR peut donc être simple ou composée suivant que la roche a refroidi dans un champ constant ou non. Ainsi, une roche qui, à la suite d'un refroidissement initial à partir de T_c, a été soumise à un réchauffement jusqu'à T < T_c et à un refroidissement dans un champ différent du premier possédera deux aimantations bien distinctes. Heureusement, grâce à la propriété de la roche de retenir à quelle température chaque ATRP a été acquise, il reste possible, dans bien des cas, de retracer l'évolution de l'aimantation fossile de telle ou telle roche. Pour v parvenir, il s'agit de soumettre la roche à des réchauffements progressifs et à des refroidissements en champ magnétique connu. De cette façon, on efface une aimantation inconnue pour la remplacer par une ATRP acquise dans des conditions connues. En comparant les vecteurs précédant et suivant le traitement thermique, on peut alors déterminer le vecteur de cette aimantation inconnue. Une telle comparaison de vecteurs est de beaucoup simplifiée si le traitement thermique a lieu en champ nul puisque alors on n'a fait qu'effacer l'aimantation fossile sans la remplacer par quoi que ce soit; une simple soustraction de vecteurs est donc suffisante. Afin de profiter de cette simplification dans l'analyse des résultats, il est donc avantageux d'effectuer les traitements thermiques en champ nul.

Le but principal de l'étude de l'aimantation des roches est d'identifier les aimantations contenues dans la roche et d'isoler une aimantation qui peut donner des renseignements sur la direction et l'intensité du champ magnétique terrestre ancien.

Cette méthode systématique de traitements thermiques peut aider à atteindre ce but. Ainsi, un réchauffement à basse température permet d'éliminer toute aimantation visqueuse ou de traînage (AVR) que la roche peut avoir acquis récemment. Un réchauffement à $\simeq 100^{\circ}C$ (Thellier et Thellier, 1959) est habituellement suffisant pour éliminer ces aimantations parasites. Des réchauffements à températures plus élevées (de 100° à 500°C) permettent de déceler d'autres aimantations qui peuvent être à la fois des AVR et des ATRP et qui ont été acquises au cours d'une longue période à température basse ou modérée comme dans le cas de roches qui peuvent avoir été enfouies pendant un certain temps. Par ce procédé d'élimination, on peut arriver à isoler une aimantation qui persiste jusqu'au point de curie. En effectuant d'autres tests (de plissement par exemple), il est souvent possible de déterminer à quelle période de l'évolution de la roche l'aimantation appartient. Il n'est donc point surprenant que la désaimantation thermique soit devenue une technique de base pour les recherches archéo- et paléo- magnétiques.

Construction d'un four

Un four est d'autant plus employé et conforme aux besoins requis qu'il répond aux exigences suivantes:

- a) avoir un refroidissement rapide, une longue existence, une grande capacité et être facile d'accès
- b) opérer en champ nul
- c) atteindre au moins 700°C
- d) être précis en température absolue
- e) avoir une température uniforme
- f) exiger peu de surveillance
- g) pouvoir garder la température et le champ constants pendant de longues périodes.



Figure 1. Le four électrique.

En a) le refroidissement rapide est nécessaire afin d'éviter les changements chimiques qui pourraient être causés en gardant longtemps l'échantillon à une température élevée; sa grande capacité est indispensable afin de désaimanter plusieurs échantillons simultanément tout en les espaçant suffisamment pour prévenir des interactions magnétiques. L'exigence g) est afin de pouvoir effectuer des expériences en conditions connues. Si l'on espère pouvoir identifier certaines aimantations, il peut être nécessaire de reproduire certaines conditions.

Le four a donc été construit afin d'approcher le plus possible ces conditions idéales. La façon avec laquelle chacune des exigences a été traitée est indiquée dans l'étude par la lettre correspondante.

Description du four a) et b)

Le four (fig. 1 et 2) est du type mobile qu'on peut élever et abaisser (Irving et coll., 1961). De cette façon, les échantillons refroidissent beaucoup plus rapidement que dans le cas des fours fixes. L'accès aux échantillons est facile et si le four est quelque peu aimanté, le champ magnétique transmis aux échantillons sera d'autant plus petit que la distance est plus grande.

L'intérieur du four est constitué d'un tube d'alumine de 30.5 cm de diamètre intérieur, de 20.3 cm de haut, de 1.8 cm d'épaisseur, et fermé en haut. Le fil de



Figure 2. Dessin schématique du four.



Figure 3. Tablettes et supports d'alumine. La thermo-sonde apparaît au centre.

chauffage a été placé autour du tube et cimenté en 56 rangées, espacées de 1,9 cm et parallèles à l'axe du four selon la méthode de Thellier (1938). Le courant de chauffage qui circule par une rangée revient donc par la rangée adjacente. Ainsi, des champs égaux et opposés tendent à se compenser mutuellement. Un deuxième tube d'alumine, d'un diamètre intérieur de 35.6 cm et de 1.3 cm d'épaisseur, entoure le calorifère afin de maintenir les rangées en place. Les extrémités du double tube sont scellées avec du ciment afin d'éviter tout contact avec l'air environnant et prolonger ainsi l'existence du calorifère. Des briques réfractaires de 11.5 cm d'épaisseur entourent le double tube; l'isolant du dessus est formé d'une épaisseur de 19 cm de briques. Le double tube et l'isolant reposent sur un anneau formé de briques, aux dimensions de 20 cm de haut et de 15 cm de large. Une feuille d'aluminium supportée par un anneau d'aluminium de 1.3 cm d'épaisseur entoure l'ensemble. Six supports d'aluminium (1.9 x 3.8 cm) encastrés et vissés dans l'anneau inférieur et la plaque supérieure (1.3 cm d'épaisseur) relient le poids à cette dernière qui est soulevée à l'aide d'une corde de nylon (1.3 cm de diamètre).

Le four est contrebalancé par un poids égal (143 kg) de plomb et l'ascension et la descente peuvent être accomplies sans heurts au moyen d'une manivelle (fig. 1). Le déplacement est guidé par trois piliers (3.8 cm de diamètre) et des coussinets de nylon rendent l'opération plus régulière. Quatre tablettes d'alumine (fig. 3) de 28 cm de diamètre et de 1.0 cm d'épaisseur peuvent être superposées; le four peut alors recevoir 120 échantillons (2.5 cm de diamètre et 2.2 cm de haut) tout en maintenant une distance minimum de 2.5 cm entre eux.

Champ nul b)

Pour obtenir un espace où le champ magnétique est «pratiquement» nul, il faut: 1) réduire ou compenser le champ magnétique terrestre; 2) n'employer que des matériaux à très faible teneur magnétique dans la construction du four et de ses accessoires. En employant un matériau à haute perméabilité, tel que du mumétal, dans la construction d'un bouclier magnétique, il est possible de réduire la majeure partie du champ magnétique terrestre. Ainsi, Patton (1967) rapporte qu'à l'intérieur d'une chambre cubique en mumétal de 244 cm de côté un champ magnétique de 50,000 γ est réduit à 35 γ . A l'aide d'un champ compensateur, le champ magnétique résiduel peut être maintenu à quelques γ près de zéro. Dans le cas présent, cependant, un gros four dans un local clos est peu pratique en raison de la chaleur dégagée.

Une compensation du champ terrestre est obtenue en produisant un champ dans le sens contraire de manière que les deux champs magnétiques soient égaux et opposés. Une pratique très courante d'effectuer cette compensation est d'employer trois paires de bobines placées orthogonalement de façon à compenser pour chacune des trois composantes du champ magnétique terrestre: vertical (Z), horizontal nord-sud magnétique (H_H) et horizontal est-ouest magnétique (H_D). Les bobines peuvent être circulaires (type helmholtz, Chapman et Bartels, 1940) ou à section carrée (Parry, 1967). Ce dernier type de bobines (244 cm de côté) est celui que nous employons pour compenser le champ magnétique au four.

Ces bobines (fig. 1) font partie d'un réseau de cinq ensembles identiques au centre desquels le champ magnétique est compensé automatiquement à 1γ près (2γ lors d'un orage magnétique) (Roy et coll., 1969); la compensation étant effectuée à l'aide d'un système de solénoïdes à noyau saturable placé au centre de l'un des ensembles.

Un troisième enroulement de fil sur chaque bobine permet de créer et de maintenir des champs magnétiques constants de 0 à 1 oersted dans n'importe quelle direction g).

Uniformité du champ

Le champ magnétique résiduel à l'intérieur et autour du four est montré graphiquement à la figure 4. Les courbes ont été calculées d'après les équations données par Parry (1967) et en prenant





Figure 4. Champ magnétique résiduel (vertical et horizontal) à partir du centre des bobines. Les dimensions du four sont indiquées par des lignes verticales.

les valeurs locales 0.56 oe pour Z et 0.15 oe pour H_H (H_D = O). Les points expérimentaux ont été mesurés par W.A. Robertson et E. Irving à l'aide d'un appareil millioersted dont la résolution est de 1 γ . Les points expérimentaux ont tendance à être un peu plus petits que ceux de la courbe calculée. Ceci est probablement dû au fait que la sonde à double tête (deux solénoïdes de 3.5 cm espacés de 2 cm) de l'appareil mesure le champ magnétique dans un volume fini et non pas à un point précis.

La compensation de Z est évidemment moins uniforme que celle de H_H puisque Z est quatre fois plus grand. En même temps, la compensation est meilleure transversalement qu'axialement. Il s'ensuit que le four a été construit plus large que haut afin de bénéficier du plus petit champ résiduel possible. Lorsque le four est utilisé à pleine capacité, tous les échantillons se trouvent dans un champ < 6γ . En employant trois tablettes et la moitié de la surface (fig. 4, partie droite), 45 échantillons espacés de 2.5 cm peuvent être placés dans un champ $\leq 1\gamma$.

Matériaux employés b)

Le champ magnétique maximum transmis à un échantillon par le moment magnétique A d'un constituant du four peut être exprimé ainsi

$$H = 2A/x^3 = 2(A_R + A_S)/x^3 \dots 1$$

où x est la distance entre l'échantillon et le matériau magnétique, A_R est l'aimantation rémanente du matériau et A_S est l'aimantation causée par le champ magnétique F agissant sur ce matériau; A_S est donc égal à χ F où χ est la susceptibilité du matériau. L'emploi de matériaux diamagnétiques ou paramagnétiques suffit à rendre négligeable le deuxième énoncé de l'expression (2 χ F/x³). En effet, la susceptibilité de ces matériaux est de l'ordre de 10⁵ - 10⁶ u.é.m. Toutes les parties du four se trouvent dans un champ faible $(10^5 - 10^3 \text{ oe}, \text{ fig. 4})$ et, sauf pour les tablettes, x est de plusieurs centimètres. Le champ magnétique causé par A_S est donc extrêmement faible, soit $\leq 10^{10}$ oe. L'x des tablettes où reposent les échantillons est petit étant de 0 à 2.2 cm; cependant $\chi = 1 \times 10^7$ u.é.m. et F \leq 6×10^5 oe (fig. 4) et, en conséquence, le champ magnétique sur l'ensemble de l'échantillon est faible; par exemple, au centre de l'échantillon (x = 1.1 cm), le champ magnétique causé par l'A_S des tablettes est 5×10^{12} oe et même à une distance de 1 mm, il n'est que 6×10^9 oe.

Dans la construction, on s'est limité à l'emploi des matériaux suivants: aluminium, alumine, briques réfractaires, mortier, nylon, platine, laiton et nichrome. L'aimantation rémanente d'échantillons de chacun de ces matériaux a été mesurée à l'aide d'un magnétomètre astatique. Les deux derniers matériaux ont démontré une aimantation plus prononcée que les autres. Leur effet est décrit ci-dessous.





Figure 5. Circuit de chauffage.

Elément de chauffage et composante magnétique b) et c)

On a utilisé un fil de nichrome (80 Ni, 20 Cr, tophet A, de calibre n° 14 B et S, 0.163 cm de diamètre, *voir* Information). Long de 1.14 m, il a une résistance de 7.3 ohms à 20°C et 7.75 à 700°C. Sur un circuit de 117 V.A.C., le courant, qui au départ est de 16 A, est réduit sous l'effet du chauffage à 15 A qui donnent alors 1,750 W. Le point de fusion de cet alliage est \simeq 1,400°C. Du fait que le fil est encastré dans une masse d'alumine dont la conductivité thermique est bonne, la différence de température entre l'élément et le four demeure en principe petite. Un alliage de nichrome peut être plus ou moins aimanté. L'aimantation rémanente de plusieurs échantillons de ce tophet A nichrome a donc été mesurée. La valeur moyenne du moment magnétique par cm de longueur est de 1.1×10^8 u.é.m. (l'aimantation la plus grande étant 2×10^8 u.é.m.). La plus proche distance (d) qu'un échantillon puisse être d'une rangée verticale de fil est de 3 cm. Le champ magnétique maximum (h) que ce fil peut transmettre à l'échantillon est

 $h = 2m \ell d/(d^2 + \ell^2)^2 \dots 2$

où m = moment/cm de fil n° 14, l = longueur, h est alors égal à 1.4 x 10⁹ oe. Si l'on y additionne les champs magnétiques transmis par les fils des rangées adjacentes et en supposant toutes ces aimantations dirigées dans le même sens, h maximum est encore < 1 x 10⁸ oe. Ce nichrome donne donc une intensité (moment/volume) moyenne de 1.3 x 10⁷ u.é.m., ce qui est moindre que l'intensité du laiton commercial qui varie beaucoup, d'après nos mesures, autour de 2 x 10⁻⁵ u.é.m.

L'emploi du laiton a été limité aux boulons qui servent à fixer les différentes parties du four. Bien que l'intensité de cet alliage soit relativement forte, le champ produit à l'intérieur du four sera négligeable si on prend soin de choisir les boulons les moins aimantés (< 2×10^5 u.é.m.). En effet, les plus gros boulons ont 1.1 cm³ et la distance de n'importe quelle partie du four est > 20 cm. Donc, le champ magnétique transmis par un boulon est au maximum 3 x 10⁻⁹ oe. Bien qu'une soixantaine de boulons soient employés, le champ en un endroit donné ne peut dépasser 1 x 10^7 oe et est vraisemblablement beaucoup plus petit.

Contrôle de température d) et g)

La température est contrôlée automatiquement au moyen d'un régulateur de chauffage (voir Information). La thermosonde (fig. 5) est accouplée thermiquement avec le calorifère. La température désirée est signalée sur un indicateur gradué en degrés C. Au début, dès que l'interrupteur est fermé, le calorifère chauffe à pleine puissance. La résistance en platine de la thermo-sonde est alors continuellement comparée à celle qui a été déterminée d'après l'indicateur. Lorsque les valeurs de ces deux résistances approchent l'une de l'autre, la puissance diminue graduellement jusqu'à ce que les deux résistances soient égales.

Le régulateur laisse alors passer juste le courant nécessaire au maintien de cette température. Une minuterie automatique permet de régler l'interrupteur, ce qui signifie qu'un chauffage peut avoir lieu en l'absence d'un opérateur. La thermosonde a été calibrée à 1°C près au moyen d'un thermo-couple de platine et de platine à 10 p. 100 de rhodium et la correction applicable est donnée à la table 1. Du fait de la dimension du four et du fait que le calorifère est encastré dans les tubes d'alumine, il existe un décalage de temps entre la température perçue par la thermo-sonde et la chaleur émise par le calorifère. Ce décalage amène la température, au permier cycle, à dépasser la température signalée. La correction à faire pour compenser cet effet est donnée à la table 1.

Table I. Température et sa variation* d'après le réglage

Réglage	Température	Variation*	
°C	°C	Max.	Min.
50	53	+10	00
100	103	+10	00
150	153	+10	-01
200	202	+09	-03
250	252	+08	-04
300	301	+07	-04
350	351	+06	-04
400	400	+05	-05
450	450	+05	-05
500	499	+04	-04
550	547	+04	-04
600	596	+03	-03
650	644	+03	-03
700	692	+03	-03
740	732	+03	-03

*Cette variation s'effectue au cours d'une heure environ à 100°C et en 20 minutes à 700°C. Après ce cycle initial, la température demeure constante à 1°C près.

Uniformité de température e) et f)

Bien que l'encastrement du calorifère contribue au décalage de temps, il est fort possible que cette masse d'alumine réchauffée soit une source de chaleur plus uniforme que le serait un élément exposé. La température est uniforme (fig. 6) à quelques degrés près, excepté pour les 5 cm du haut (4° tablette) où elle est de 5 à 10°C plus basse.



Figure 6

Thermo-sonde placée à l'intérieur du four à 7.5 cm de la base. La variation de température est en fonction de la hauteur intérieure du four dans les cinq premières minutes après avoir atteint la température désirée. Par la suite, les variations diminuent d'environ 50 p. 100. L'élévation de la température à l'intérieur du four débute à 2° C/min. et baisse graduellement à 0.75° C/min. lorsque la température atteint 700°C. Ainsi, une température de 600°C peut étre atteinte en 5 1/2 heures.

Rendement

Après plus de deux années d'usage, nombre de courbes ont été obtenues et plusieurs ont déjà parues dans différentes publications (Park, 1970; Brooke et coll., 1970; Park et Irving, 1970). Le décroissement régulier d'intensité jusqu'à zéro, que l'on remarque dans plusieurs de ces courbes, témoigne de l'efficacité de la désaimantation thermique en champ quasi nul. A la figure 7 sont données les courbes de désaimantation d'une aimantation rémanente naturelle (ARN) (A) et d'une ATR (B) obtenue en laissant

l'échantillon refroidir de 700°C à 20°C dans un champ mangétique vertical de 0.57 oe. Entre l'aimantation et la désaimantation, l'échantillon a été soumis à une désaimantation par champ alternatif de 2,900 oe. La courbe B provient d'une étude de Park (1970) et la courbe A, d'une étude d'Irving et Park (non publiée) effectuée sur une roche sédimentaire du Grand lac de l'Ours. Étant donné que l'aimantation de B est unique. puisqu'elle est provoquée et qu'elle est plus forte que celle de A (ce fait diminue les erreurs des mesures), la courbe B doit être plus représentative du rendement du four.

Remerciements

Les auteurs tiennent à remercier E. Irving pour ses nombreux conseils. Ils sont reconnaissants à R. Harvey pour son dessin schématique du four (fig. 2) et à E. Gélinas pour les photos (fig. 1 et 3).

Information

Adresses des manufacturiers des divers matériaux et accessoires employés à la construction du four. Plusieurs publient des catalogues sur la construction de fours.

Alumine - Norton Company of Canada Ltd., Box 3008, Station B, Hamilton, Ontario.

Bobines - Permali (Canada) Ltd., 2870 Slough St., Malton, Ontario.

Briques réfractaires-Standard Refractories Ltd., 1185 Walkers Line N., Burlington, Ontario.

Nichrome - Canadian Wilbur B Driver Co. Ltd., 85 King St. E., Toronto 1, Ontario. Régulateur de chauffage - Harrel Incorporated, 16 Fitch St., East Norwalk, Connecticut, U.S.A.



Figure 7. Courbes de désaimantation d'après les résultats d'une étude de Park (1970) et d'une étude d'Irving et Park (non publiée).

Bibliographie

- Brooke, J., Irving, E. et Park, J.K., 1970. The Mid-Atlantic Ridge near 45°N XI magnetic properties of basalt basecore. Can. J. Earth Sci., vol. 7, pp. 1515-1527.
- Chapman, S. et Bartels, J., 1951. Geomagnetism, p. 83.
- Irving, E., Robertson, W.A., Stott, P.M., Tarling, D.H. et Ward, M.A., 1961. Treatment of partially stable sedimentary rocks showing distribution of direction of magnetization. J. Geophys. Res., vol. 66, pp. 1927-1933.
- Néel, L., 1955. Some theorical aspects of rock magnetism. *Phil. Mag. Supp. Adv. Phys.*, vol. 4, pp. 191-243.

- Park, J.K., 1970. Acid leaching of red beds and the relative stability of the red and black magnetic components. *Can. J. Earth Sci.*, vol. 7, pp. 1086-1092.
- Park J.K. et Irving, E., 1970. The Mid-Atlantic Ridge near 45°N XII coercivity, secondary magnetization, polarity and thermal stability of dredge samples. *Can. J. Earth Sci.*, vol. 7, pp. 1499-1514.
- Parry, J.H., 1967. Helmholtz coils and coil desing. Dans Methods in palaeomagnetism, Elsevier, Amsterdam, pp. 551-567.

- Patton, B.J., 1967. Magnetic shielding. Dans Methods in palaeomagnetism, Elsevier, Amsterdam, pp. 568-588.
- Roy, J.-L., Robertson, W.A. et Keeping, C., 1969. Magnetic "field free" spaces for paleomagnetism, rock magnetism and other studies. *Can. J. Earth Sci.*, vol. 6, pp. 1312-1316.
- Thellier, E., 1938. Sur l'aimantation des terres cuites et ses applications géophysiques. Ann. de l'Institut de Phys. du Globe, Univ. Paris., vol. 16, pp. 157-302.
- Thellier, E. et Thellier, O., 1959. Sur l'intensité du champ magnétique terrestre dans le passé historique et géographique. Ann. géophys., vol. 15, pp. 285-376.