

To 160
1992 / 130

THESE

présentée par

Philippe GANDIT

**POUR OBTENIR LE TITRE DE DOCTEUR D'ETAT
DE L'UNIVERSITE JOSEPH FOURIER - GRENOBLE I
SPECIALITE PHYSIQUE**

ACCES EXPERIMENTAL A LA DERIVEE DE L'AIMANTATION PAR RAPPORT A LA TEMPERATURE.

**APPLICATIONS A: UN COMPOSE VERRE DE SPIN (CUMN)
UN RESEAU SUPRACONDUCTEUR D' INDIUM.**

DATE DE SOUTENANCE : le 10 Janvier 1992

**COMPOSITION DU JURY : G. TOULOUSE (Président)
J. CHAUSSY
G. KRILL
L. P. LEVY
P. MARTINOLI
B. PANNETIER**

**THESE PREPAREE AU SEIN DU CENTRE DE RECHERCHES SUR LES TRES BASSES TEMPERATURES
- CENTRE NATIONAL DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE -**



Pour Aude...

Remerciements

Le travail présenté dans ce mémoire a été effectué au Centre de Recherches sur les Très Basses Températures. Je remercie D. Thoulouze, J. Flouquet et P. Monceau, directeurs successifs du laboratoire, de m'y avoir accueilli.

J'exprime mes remerciements à G. Toulouse pour l'honneur qu'il me fait en présidant ce jury, ainsi qu'à Messieurs G. Krill, L.P. Lévy et P. Martinoli qui ont accepté de faire partie de la commission d'examen.

Cette thèse, proposée et suivie par J. Chaussy, n'aurait pu se réaliser sans l'aide précieuse de tous les chercheurs du laboratoire et notamment de B. Pannetier, A. Sulpice et J. Odin. Je les en remercie vivement.

Durant toutes ces années, R. Rammal a assuré le lien entre l'expérience et la théorie, motivant ainsi ma démarche scientifique. Qu'il trouve ici l'expression de ma plus grande considération.

J'ai profité du formidable potentiel technique du laboratoire. J'exprime ma reconnaissance à tout le personnel technique et en particulier à J.L. Bret pour l'électronique, P. Brosse-Maron et B. Picot pour la cryogénie.

Enfin la frappe de ce mémoire a été assurée, avec efficacité, par D. Devillers pour qui le Macintosh n'a plus de secrets.

SOMMAIRE

	<i>Pages</i>
INTRODUCTION	1
CHAPITRE I : Technique expérimentale (dM/dT, dM/dH)	5
I.1 - Principe de la technique expérimentale	7
I.2 - Le porte-échantillon	9
I.2.1 - <i>Chauffage alternatif</i>	9
I.2.2 - <i>Le porte-échantillon</i>	21
I.2.3 - <i>Vérification des oscillations de température</i>	28
I.3 - Thermométrie	35
I.4 - Stabilisation du champ magnétique	38
I.4.1 - <i>Blindage du champ magnétique terrestre</i>	38
I.4.2 - <i>Ecran maillé supraconducteur</i>	38
I.5 - Appareillage	39
I.5.1 - <i>Le cryostat</i>	39
I.5.2 - <i>Electronique</i>	41
I.5.3 - <i>Performances</i>	50
CHAPITRE II : Etude du composé verre de spin $CuMn$ 0,25 % At	55
II.1 - Introduction	57
II.2 - Echantillon	58
II.3 - Résultats expérimentaux	60
II.3.1 - <i>dM/dT à champ variable</i>	60
II.3.2 - <i>dM/dH à champ variable</i>	62
II.3.3 - <i>Vérification de la loi de Maxwell</i>	63
II.4 - Analyse des résultats	67
II.4.1 - <i>Transition du second ordre</i>	67
II.4.2 - <i>Exposants critiques et lois d'échelle</i>	68
II.4.3 - <i>Modèle utilisé</i>	71
II.4.4 - <i>Détermination des exposants critiques</i>	73
II.4.5 - <i>Ligne de transition de phase</i>	81
II.5 - Conclusion	84

CHAPITRE III : Propriétés magnétiques d'un réseau supraconducteur ...	85
III.1 - Introduction	87
III.2 - Echantillon	88
III.3 - dM/dH	89
III.4 - Ligne de transition de phase supraconductrice	91
III.4.1 - <i>Résultats</i>	91
III.4.2 - <i>Formalisme</i>	93
III.4.3 - <i>Comparaison avec l'expérience</i>	100
III.5 - dM/dT	102
III.5.1 - <i>Résultats expérimentaux</i>	102
III.5.2 - <i>Comparaison avec la théorie</i>	104
III.6 - Conclusion	109
 ANNEXE : Mesure de dR/dT	 111
A.1 - Principe de la mesure	113
A.2 - Procédure expérimentale	116
A.2.1 - <i>Mesure de la résistance de l'échantillon</i>	116
A.2.2 - <i>Mesure de dR/dT</i>	116
A.3 - Le porte-échantillon	117
A.4 - Appareillage	117
A.4.1 - <i>Mise en équation du système</i>	118
A.4.2 - <i>Mesure du gain</i>	121
A.4.3 - <i>Performances</i>	122
A.5 - Application du CuMn	124
A.5.1 - <i>Echantillon</i>	124
A.5.2 - <i>Mesure de la résistance</i>	125
A.5.3 - <i>Mesure de dR/dT</i>	125
A.6 - Conclusion	127
 CONCLUSION	 129
 BIBLIOGRAPHIE	 133

INTRODUCTION

Au début des années 80, l'effet magnétocalorique (réponse thermique d'un système à une sollicitation de champ magnétique) a été utilisé pour étudier au laboratoire un composé verre de spin [1]. Cette technique permet au travers d'une relation de Maxwell d'avoir accès à la dérivée de l'aimantation par rapport à la température. Cependant, la faible aimantation du composé n'a pas permis une investigation vers les faibles champs magnétiques. C'est pourquoi il est apparu intéressant d'accéder différemment à cette quantité. La première façon de procéder serait de mesurer l'aimantation en fonction de la température et d'effectuer une dérivée numérique de la courbe ainsi obtenue. Cependant, pour avoir une précision correcte (1 %), il faut que l'aimantation soit connue avec une précision supérieure à 10^{-4} si l'écart entre les points expérimentaux est de l'ordre du pourcent. En effet, établissons la relation entre les incertitudes relatives. Pour ce faire, imaginons que la température soit parfaitement connue (figure 1).

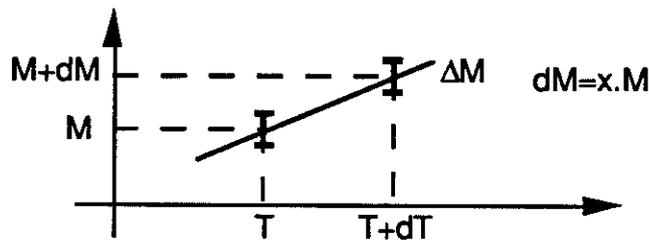


Figure 1

Nous pouvons alors écrire que :

$$\frac{\Delta(dM/dT)}{dM/dT} = \frac{\Delta(dM)}{dM} = \frac{\Delta(M+dM)}{dM} + \frac{\Delta M}{dM} \approx \frac{2}{x} \frac{\Delta M}{M} \approx 0,01$$

si $x \approx 10^{-2}$, alors $\frac{\Delta M}{M}$ doit être de l'ordre de 10^{-4} . Cette relation nous montre que, si l'aimantation varie peu avec la température, la précision sur la dérivée diminue. Il est alors nécessaire d'accéder directement à la dérivée si nous désirons une précision convenable.

L'idée maîtresse de notre technique expérimentale est la suivante. L'échantillon dont la température oscille sinusoïdalement autour d'une valeur moyenne est placé au centre d'une bobine de détection. Si son aimantation varie avec la température, il apparaît une tension aux bornes de la bobine,

proportionnelle à sa variation d'aimantation. Connaissant par ailleurs sa variation de température, nous pouvons en déduire la dérivée de l'aimantation par rapport à la température.

Cette technique sera performante si, d'une part, il y a une grande sensibilité au niveau de la détection et si, d'autre part, la température de l'échantillon est parfaitement contrôlée. Nous nous efforçons dans le premier chapitre d'exposer tous les problèmes que nous avons rencontrés et la façon dont ils ont été résolus lors de la mise au point de cette technique.

Dans le deuxième chapitre, nous étudions le composé verre de spin CuMn 0,25 \% At . Nous nous sommes en particulier attachés à déterminer les exposants critiques qui régissent la transition. De plus, nous avons pu vérifier la relation de Maxwell utilisée lors de précédentes études par effet magnéto-calorique.

Ces dernières années, l'étude des réseaux supraconducteurs ou normaux, de jonctions ou de fils, s'est considérablement développée car elle permet une approche des phénomènes physiques fondamentaux comme la commensurabilité ou la frustration. Si l'aimantation de ces systèmes peut être grande, l'effet de réseau induit par le champ magnétique n'est pas détectable par une mesure classique de l'aimantation, aussi notre appareillage s'est révélé tout à fait adapté à l'étude de ces structures, que nous avons développée dans le troisième chapitre.

Enfin, l'expérience que nous avons acquise lors de la mise au point de cette technique nous permet d'envisager de l'étendre à d'autres grandeurs physiques comme la chaleur spécifique ou la résistivité. En annexe, nous exposons une première approche de la mesure directe de la résistivité par rapport à la température.

CHAPITRE I

TECHNIQUE EXPERIMENTALE (dM/dT, dM/dH)

1.1 - PRINCIPE DE LA TECHNIQUE EXPERIMENTALE

L'échantillon dont on veut mesurer la dérivée de l'aimantation par rapport à la température $(\frac{dM}{dT})_H$ est placé dans un champ magnétique H stable et à la température T régulée au centre d'une bobine de détection (fig. 2).

Supposons que l'aimantation de l'échantillon varie avec la température. Si nous faisons osciller la température sinusoïdalement d'une amplitude ΔT autour de la valeur moyenne T, il apparaîtra aux bornes de la bobine de détection une tension sinusoïdale ΔV proportionnelle à la variation d'aimantation ΔM . Connaissant ΔV et ΔT , nous en déduisons la dérivée $\frac{dM}{dT}\Big|_H \sim \frac{\Delta V}{\Delta T}\Big|_H$ avec ΔT suffisamment petit.

Le chauffage oscillant est produit par un courant alternatif, à la fréquence $f/2$, délivré par un convertisseur tension/courant piloté par un générateur basse fréquence. Le ΔT alternatif et la tension ΔV qui en résultent sont alors mesurés par deux détections synchrones calées à la fréquence double (f) par le même générateur basse fréquence.

Si maintenant, nous maintenons la température de l'échantillon constante et que nous superposons au champ statique H un champ alternatif ΔH de fréquence f , nous avons accès avec le même dispositif expérimental à $\frac{dM}{dH}\Big|_T$

Cette technique, qui semble simple, nécessite cependant quelques précautions que nous allons développer dans les paragraphes suivants. Il faut assurer un découplage correct entre les circuits thermiques (chauffages et thermomètres) et les circuits magnétiques (bobine de détection, bobine de champ). Cela se traduit par un éloignement maximum des thermomètres et chauffages de l'échantillon, ce qui impose certaines contraintes au porte-échantillon. D'autre part, les signaux mesurés pourront être très faibles (systèmes faiblement magnétiques, excitations petites). Il faudra donc disposer d'une électronique très sensible.

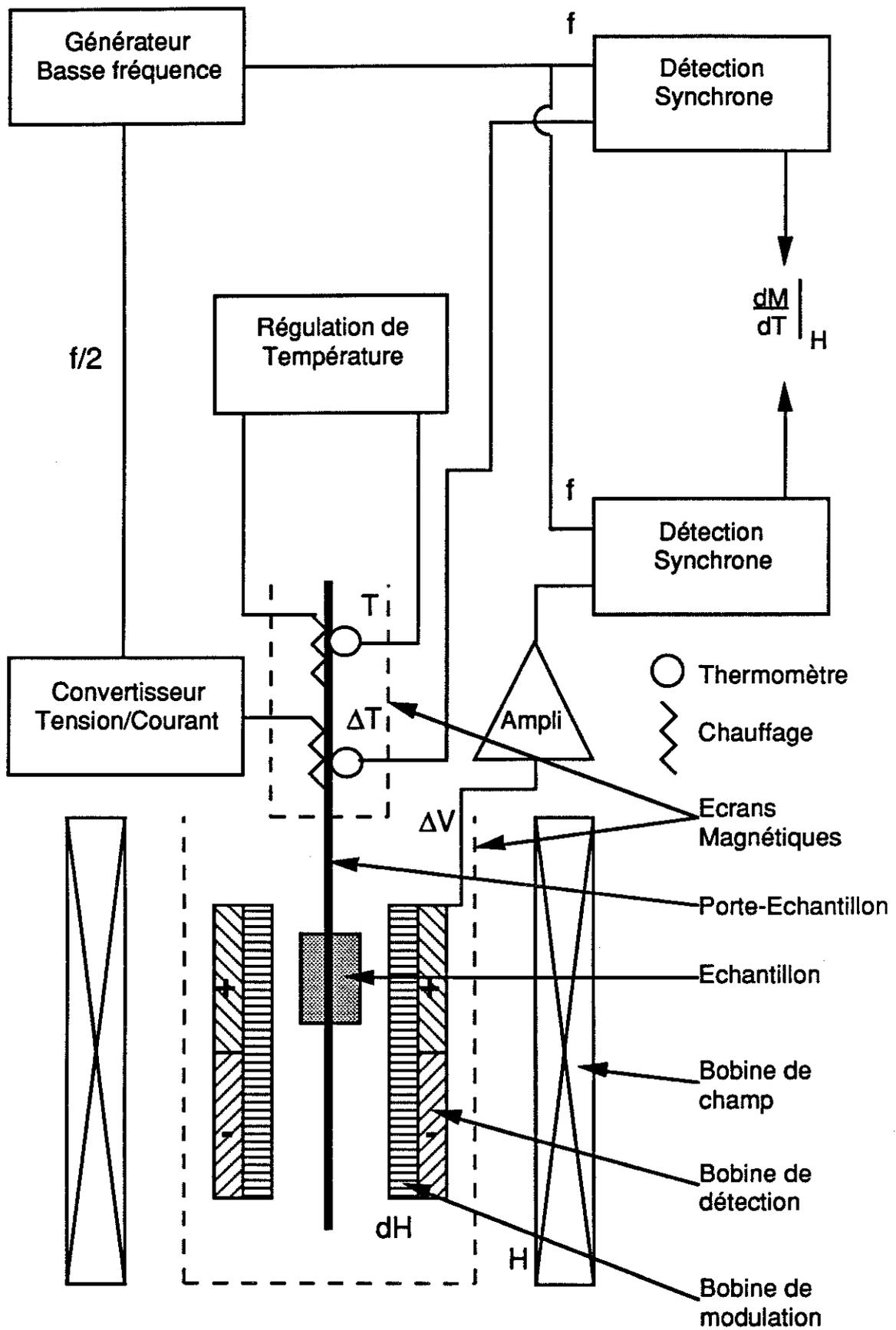


Figure 2: Schéma de principe du dispositif expérimental

I.2 - LE PORTE ECHANTILLON

Comme nous venons de le dire, afin de ne pas perturber la détection magnétique, la thermométrie et les chauffages seront disposés le plus loin possible de la bobine de détection. Cela impose une bonne conduction thermique du porte-échantillon.

I.2.1 - Chauffage alternatif [2,3]

Imaginons le cas idéal suivant (fig.3). Un échantillon de capacité calorifique C constante est relié à un bain thermique (T_b) par une fuite thermique de conduction K .

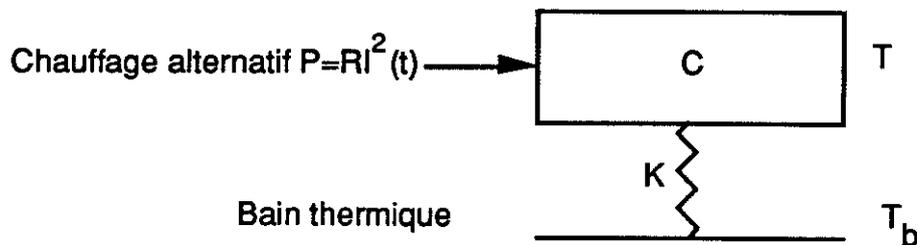


Figure 3

Chauffons l'échantillon à l'aide d'un courant alternatif $I(t) = I_0 \cos(\frac{\omega}{2} t)$ traversant la résistance de chauffage R . Il s'ensuit une dissipation thermique $P = R I^2(t) = R [I_0 \cos(\frac{\omega}{2} t)]^2$. Si nous posons $P_0 = R I_0^2 / 2$, cette puissance s'écrit :

$$P = P_0 (1 + \cos \omega t)$$

La température T de l'échantillon est solution à chaque instant de l'équation :

$$C \frac{dT}{dt} = P_0 (1 + \cos \omega t) - K(T - T_b)$$

Cherchons une solution de la forme :

$$T = T_b + \Delta T_{\text{c}} + \Delta T_{\text{a}} \cos(\omega t - \varphi)$$

composante continue
composante alternative

En remplaçant T par son expression dans l'équation, nous obtenons le système suivant :

$$\begin{cases} P_0 - K(\Delta T_{\sim}) = 0 \Leftrightarrow \Delta T_{\sim} = \frac{P_0}{K} \\ -C \Delta T_{\sim} \omega \sin(\omega t - \varphi) = P_0 \cos(\omega t) - K \Delta T_{\sim} \cos(\omega t - \varphi) \end{cases}$$

En identifiant les coefficients de $\cos \omega t$ et $\sin \omega t$ nous pouvons écrire :

$$\begin{cases} P_0 = K \Delta T_{\sim} \cos \varphi + C \omega \Delta T_{\sim} \sin \varphi \\ 0 = -C \omega \Delta T_{\sim} \cos \varphi + K \Delta T_{\sim} \sin \varphi \end{cases}$$

nous en déduisons que :

$$\text{tg} \varphi = \frac{C}{K} \omega = \omega \tau$$

$\tau = \frac{C}{K}$ étant la constante de temps thermique du système, ΔT_{\sim} s'écrit donc :

$$\Delta T_{\sim} = \frac{P_0}{C \omega} \frac{1}{\frac{K}{C \omega} \cos \varphi + \sin \varphi} = \frac{P_0}{C \omega} \sin \varphi$$

ou encore :

$$\Delta T_{\sim} = \frac{P_0}{C \omega} \frac{1}{\sqrt{1 + \frac{1}{\omega^2 \tau^2}}}$$

Si maintenant nous choisissons une fuite thermique K de telle façon que $\omega \tau$ soit grand devant 1, φ vaut $\frac{\pi}{2}$ et la température de l'échantillon s'écrit :

$$T = T_b + \frac{P_0}{K} + \frac{P_0}{C \omega} \cos(\omega t - \frac{\pi}{2}) \quad (1)$$

La température est donc décalée de la ligne de base T_b d'une composante continue $\frac{P_o}{K}$ sur laquelle se superpose une oscillation en quadrature retard $\frac{P_o}{C\omega} \cos(\omega t - \frac{\pi}{2})$.

En fait, notre échantillon est fixé sur le porte-échantillon. Il faut donc examiner le cas suivant (fig. 4) :

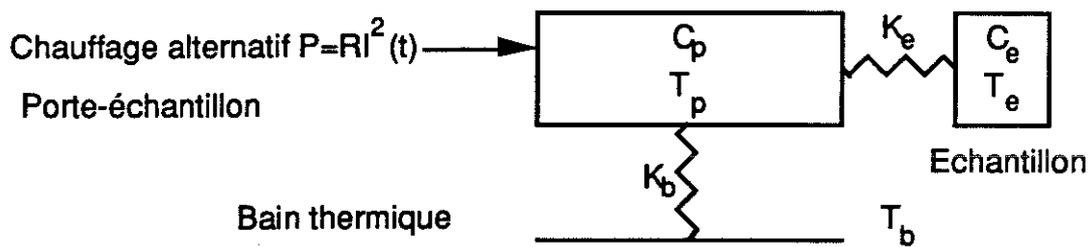


Figure 4

Pour faciliter la résolution du système, nous emploierons la notation exponentielle et nous prendrons la partie réelle en fin de calcul.

Ecrivons les équations qui régissent la température du porte-échantillon et de l'échantillon :

$$\begin{cases} C_p \frac{dT_p}{dt} = P_o(1+e^{i\omega t}) - K_b(T_p - T_b) - K_e(T_p - T_e) \\ C_e \frac{dT_e}{dt} = -K_e(T_e - T_p) \end{cases}$$

et essayons une solution de la forme :

$$\begin{cases} T_p = T_b + T_{po} + \Delta T_p e^{i(\omega t - \varphi + \Delta\varphi)} \\ T_e = T_b + T_{eo} + \Delta T_e e^{i(\omega t - \varphi)} \end{cases}$$

La résolution de la deuxième équation nous conduit en posant $\tau_e = \frac{C_e}{K_e}$ à :

$$T_{po} = T_{eo}, \quad \Delta T_e(1+i\omega\tau_e) = \Delta T_p e^{i\Delta\varphi}$$

$$\boxed{\begin{aligned} \cos\Delta\varphi &= \frac{\Delta T_e}{\Delta T_p} \\ \operatorname{tg}\Delta\varphi &= \omega\tau_e \end{aligned}} \quad (2)$$

En faisant la somme des deux équations et en éliminant ΔT_p , on obtient une nouvelle équation qui nous donne :

$$T_{po} = T_{eo} = \frac{P_o}{K_b},$$

$$C_p\Delta T_p i\omega e^{i\Delta\varphi} + C_e\Delta T_e i\omega = P_o e^{i\varphi} - K_b\Delta T_p e^{i\Delta\varphi}$$

ou
$$i\omega(C_p+C_e)\Delta T_e - \omega^2 C_p\Delta T_e\tau_e = P_o e^{i\varphi} - K_b\Delta T_e - i\omega K_p\Delta T_e\tau_e$$

En posant $C = C_p + C_e$, $\tau = \frac{C}{K_b}$, $\tau_p = \frac{C_p}{K_b}$ et $\tau_e = \frac{C_e}{K_e}$ et en égalant parties réelles et imaginaires, nous obtenons :

$$\left. \begin{aligned} \omega(\tau+\tau_e) &= \frac{P_o}{K_b\Delta T_e} \sin\varphi \\ 1 - \omega^2\tau_e\tau_p &= \frac{P_o}{K_b\Delta T_e} \cos\varphi \end{aligned} \right\} \Rightarrow \operatorname{tg}\varphi = \frac{\omega\tau + \omega\tau_e}{1 - \omega^2\tau_e\tau_p}$$

En éliminant φ , nous trouvons :

$$\Delta T_e = \frac{P_o}{C\omega} \left(1 + \frac{1}{\omega^2\tau^2} + \omega^2\tau_e^2 \left(\frac{C_p}{C}\right)^2 + \frac{\tau_e^2}{\tau^2} \left(1 + \frac{2K_e}{K_b}\right) \right)^{-1/2}$$

Si la capacité calorifique de l'échantillon est petite devant celle du porte-échantillon et qu'il est en bon contact thermique avec son support ($C_e \ll C_p$ et $C_e/K_e \ll 1$, alors l'expression de la température devient :

$$\boxed{T_e = T_b + \frac{P_o}{K_b} + \frac{P_o}{C\omega} \left(1 + \frac{1}{\omega^2\tau^2} + \omega^2\tau_e^2 \right)^{-1/2} \cos(\omega t - \varphi)} \quad (3)$$

avec $\tau = \frac{C_p+C_e}{K_b} \approx \frac{C_p}{K_b} \approx \tau_p$, $\tau_e = \frac{C_e}{K_e}$ et $\varphi = \varphi_e + \varphi_p$ $\begin{cases} \operatorname{tg}\varphi_e = \omega\tau_e \\ \operatorname{tg}\varphi_p = \omega\tau_p \end{cases}$

Jusqu'à présent, nous avons considéré que la conductivité du porte-échantillon était infinie, c'est-à-dire que la température à chaque instant est homogène dans tout le porte-échantillon.

Considérons un milieu homogène et isotrope de conductivité thermique k , de chaleur spécifique à volume constant par unité de masse c (ne dépendant pas de la température) et de masse volumique ρ . Regardons comment se propage la chaleur perpendiculairement à sa section S (fig. 5).

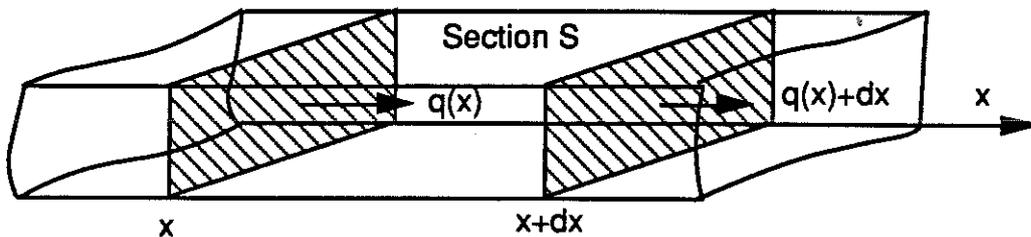


Figure 5

Soit un élément de volume $v = Sdx$. La quantité de chaleur qui entre en x par unité de temps est égale à $q(x) = -K \frac{\partial T(x,t)}{\partial x}$ (loi de Fourier) où K est la conduction thermique le long de l'axe x . Donc, si k est la conductivité thermique de l'échantillon $K = Sk$.

De même, nous pouvons écrire en $x+dx$ la quantité de chaleur qui sort par unité de temps :

$$q(x+dx) = -K \frac{\partial(T(x+dx),t)}{\partial x}$$

La différence entre ces deux quantités augmente la température de l'élément de volume v :

$$q(x) - q(x+dx) = -K \frac{\partial T(x,t)}{\partial x} + K \frac{\partial(T(x+dx),t)}{\partial x} = \rho cv \frac{\partial T(x,t)}{\partial t}$$

or :

$$T(x+dx,t) = T(x,t) + dx \frac{\partial(T(x,t))}{\partial x}$$

donc :

$$Kdx \frac{\partial^2 T(x,t)}{\partial x^2} = \rho cv \frac{\partial T(x,t)}{\partial t}$$

ou $\boxed{D \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} = \frac{\partial T}{\partial t}}$ en posant $D = \frac{k}{\rho c}$: diffusivité thermique.

Considérons maintenant un milieu semi-infini avec une variation périodique de la température à la surface, soit pour $x = 0$, $T = T_0 e^{i\omega t}$ et résolvons l'équation de diffusion précédemment établie.

Une solution de cette équation s'écrit :

$$T(x,t) = A e^{i\omega t} e^{a(x-\varphi)}$$

$$\text{pour } x = 0 \text{ et } \begin{cases} t = 0 \\ t \end{cases} \quad \begin{cases} T = T_0 \\ T = T_0 e^{i\omega t} \end{cases}$$

Cela implique $A = T_0$ et $\varphi = 0$.

Maintenant, pour $x \neq 0$, nous avons :

$$D \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} = \frac{\partial T}{\partial t} = Da^2 T_0 e^{i\omega t} e^{ax} = i\omega T_0 e^{i\omega t} e^{ax}$$

Nous en déduisons que $a = \pm \sqrt{\frac{i\omega}{D}}$. En fait, seule la solution $a = -\sqrt{\frac{i\omega}{D}}$ convient pour $T = 0$ et $x = \infty$. Si on remplace \sqrt{i} par $\frac{1+i}{\sqrt{2}}$, la solution de l'équation s'écrit $T(x,t) = T_0 e^{i\omega t} e^{-ax}$ avec $a = \sqrt{\frac{\omega}{2D}} (1+i)$, qui peut également se mettre sous la forme :

$$\boxed{T(x,t) = T_0 e^{-x/\lambda} e^{i(\omega t - x/\lambda)}} \quad \text{avec } \lambda = \sqrt{\frac{2D}{\omega}}$$

qui est une longueur caractéristique du milieu considéré. Revenons maintenant à notre porte-échantillon et regardons l'influence d'une conductivité thermique k finie. Le cas qui nous intéresse est le suivant (figure 6). Nous chauffons à l'aide d'une puissance alternative $P(t) = P_0(1+e^{i\omega t})$ un solide de section S de longueur L uniformément sur une face ($x = 0$) qui est elle-même reliée à un bain thermique à température constante T_b à travers une fuite thermique de conduction K_b .

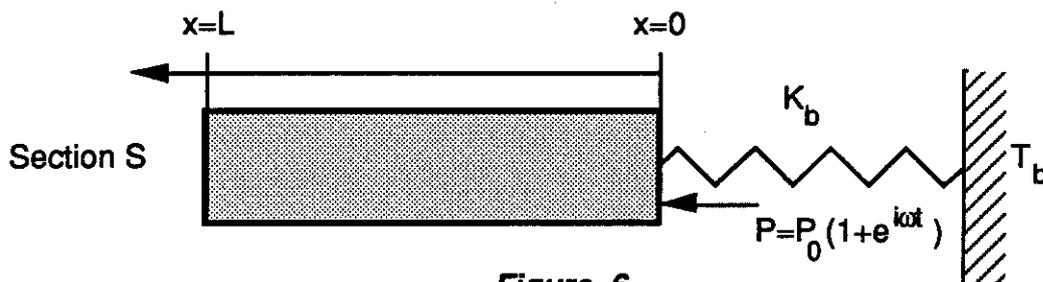


Figure 6

Soient c la chaleur spécifique du milieu, ρ sa densité et k sa conduction thermique. La diffusivité du milieu est donc égale à $D = \frac{k}{\rho c}$ et la longueur caractéristique $\lambda = \sqrt{2D/\omega}$.

Comme dans les deux cas précédents, la composante continue de la puissance dissipée va donner une composante continue dans la température $T_c(x) = T_b + \frac{P_0}{K_b}$. Il ne nous reste donc à étudier que le terme oscillant de la température.

Nous allons encore chercher une solution qui se met sous la forme d'un produit d'une fonction qui dépend du temps ($e^{i\omega t}$) et d'une fonction qui dépend de la position x sur le porte-échantillon. Cependant, pour simplifier le calcul, nous omettrons le terme $e^{i\omega t}$. Il sera réintroduit en fin de calcul. Une solution générale de l'équation de diffusion peut s'écrire :

$$T(x) = P \operatorname{sh} ax + Q \operatorname{ch} ax$$

avec, comme précédemment, $a = \sqrt{\frac{\omega}{2D}} (1+i)$, P et Q étant deux constantes complexes.

De plus, en tout point, nous pouvons écrire la loi de Fourier le long de l'axe x , $Q(x) = -K \frac{dT}{dx}$ où K est la conduction thermique d'une tranche de longueur dx du porte-échantillon $K = S.k$.

Pour résoudre le système d'équation

$$\begin{cases} T(x) = P \operatorname{sh} ax + Q \operatorname{ch} ax \\ Q(x) = -KPa \operatorname{ch} ax - KQa \operatorname{sh} ax \end{cases}$$

nous allons utiliser la méthode des matrices [4]. Soient T_0 et Q_0 la température et le flux thermique en $x = 0$ et T_L et Q_L leurs valeurs à l'extrémité du porte-échantillon en $x = L$. Exprimons maintenant T_L et Q_L en fonction de T_0 et Q_0 .

$$\begin{cases} T_L = AT_0 + BQ_0 \\ Q_L = CT_0 + AQ_0 \end{cases}$$

$$\text{avec } \begin{cases} A = \text{ch}\theta & B = -\frac{L \text{sh}\theta}{K\theta} \\ C = -\frac{K\theta}{L} \text{sh}\theta & A = \text{ch}\theta \end{cases} \quad \text{en posant } \theta = aL$$

et en remarquant que $A^2 - BC = 1$.

Nous pouvons exprimer ce résultat sous une forme matricielle :

$$\begin{pmatrix} T_L \\ Q_L \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} A & B \\ C & A \end{pmatrix} \begin{pmatrix} T_0 \\ Q_0 \end{pmatrix}$$

Dans le cas qui nous intéresse, nous pouvons noter que $Q_L = 0$ (pas d'échange avec le milieu extérieur hormis le rayonnement que nous négligeons dans ce problème) et $Q_0 = P_0 - K_b T_0$ où P_0 représente la puissance alternative que nous dissipons et $K_b T_0$, la puissance alternative qui traverse la fuite thermique qui relie le porte-échantillon au bain qui, lui, n'oscille pas. Exprimons maintenant T_L en fonction de P_0 .

$$0 = CT_0 + AQ_0 = CT_0 + A(P_0 - K_b T_0)$$

$$T_0 = \frac{AP_0}{AK_b - C}$$

$$T_L = \frac{A^2 P_0}{AK_b - C} + BP_0 - \frac{ABK_b P_0}{AK_b - C}$$

$$T_L = \frac{A^2 + ABK_b - BC - ABK_b}{AK_b - C} P_0 \quad \text{or} \quad A^2 - BC = 1$$

$$T_L = \frac{P_o}{AK_b - C}$$

en remplaçant A et C par leur valeur

$$T_L = \frac{P_o}{K_b ch\theta + \frac{K\theta}{L} sh\theta}$$

ou

$$T_L = \frac{P_o}{\frac{K\theta^2}{L} \left[\frac{LK_b}{K\theta^2} ch\theta + \frac{sh\theta}{\theta} \right]^{-1}}$$

Faisons maintenant un développement limité des quantités $ch\theta$ et $sh\theta$, mais auparavant nous pouvons remarquer que :

$$1^\circ) \quad \frac{K\theta^2}{L} = \frac{kS}{L} \frac{\omega L^2 2i}{2D} = \frac{kSL^2 \omega pc 2i}{L2k} = \omega C_{pi}$$

où C_p est la capacité calorifique totale, donc : $\rho L S c$.

$$2^\circ) \quad \frac{LK_b}{K\theta^2} = \frac{K_b}{\omega C_{pi}} = \frac{1}{\omega \tau_{pi}} \text{ avec } \tau_p = \frac{C_p}{K_b}$$

Or, nous avons vu que nous choisissons $\omega \tau_p \gg 1$, donc $\frac{LK_b}{K\theta^2} \ll 1$.

3°) $\frac{1}{\theta} \sim \sqrt{\frac{2D}{\omega}} \frac{1}{L}$. Or, a basse température, la diffusivité des matériaux est grande. Nous pouvons donc dire que, si la fréquence est suffisamment basse $\frac{1}{\theta}$ sera $\gg 1$.

Dans ces conditions, $\frac{LK_b}{K\theta^2} \ll \frac{1}{\theta}$. En conséquence, nous limiterons donc le développement de $ch\theta$ à un ordre inférieur à celui de $sh\theta$.

$$T_L = \frac{P_o}{\omega C_{pi}} \left[\frac{LK_b}{K\theta^2} \left(1 + \frac{\theta^2}{2!} \right) + \frac{1}{\theta} \left(\theta + \frac{\theta^3}{3!} + \frac{\theta^5}{5!} \right) \right]^{-1}$$

Remplaçons maintenant θ par sa valeur :

$$\theta = \sqrt{\frac{\omega}{2D}} (1+i)L$$

$$\theta^2 = \frac{\omega L^2 i}{D}$$

$$\theta^4 = -\frac{\omega^2 L^4}{D^2}$$

$$T_L \approx \frac{P_0}{\omega C_p i} \left[\frac{1}{\omega \tau_p i} (1 + \frac{\omega L^2}{2D} i) + (1 + \frac{\omega L^2 i}{6D} - \frac{\omega^2 L^4}{120D^2}) \right]^{-1}$$

$$T_L \approx \frac{P_0}{\omega C_p} \left[\left(\frac{1}{\omega \tau_p} - \frac{\omega L^2}{6D} \right) + i \left(1 + \frac{L^2}{2\tau_p D} - \frac{\omega^2 L^4}{120D^2} \right) \right]^{-1} \quad (4)$$

A ce niveau de calcul, nous remarquons que, si $D = \infty$, nous retrouvons bien le premier résultat établi (1) en réintroduisant le terme oscillant $e^{i\omega t}$

$$T_L = \frac{P_0}{\omega C_p} \left[\frac{1}{\omega \tau_p} + i \right]^{-1} e^{i\omega t}$$

et en prenant la partie réelle

$$T_L = \frac{P_0}{\omega C_p} \left[1 + \frac{1}{\omega^2 \tau_p^2} \right]^{-\frac{1}{2}} \cos(\omega t - \varphi) \quad \text{avec } \text{tg} \varphi = \omega \tau_p$$

Mais continuons le calcul précédent en calculant le module de T_L :

$$|T_L| \approx \frac{P_0}{\omega C_p} \left[\left(\frac{1}{\omega \tau_p} - \frac{\omega L^2}{6D} \right)^2 + \left(1 + \frac{L^2}{2\tau_p D} - \frac{\omega^2 L^4}{120D^2} \right)^2 \right]^{-\frac{1}{2}}$$

et limitons le développement aux termes en ω^2

$$|T_L| = \frac{P}{\omega C_p} \left[1 + \frac{1}{\omega^2 \tau_p^2} + \omega^2 \left(\frac{L^4}{36D^2} - \frac{2L^4}{120D^2} \right) - \frac{2L^2}{6D\tau_p} + \frac{2L^2}{2D\tau_p} \right]^{-\frac{1}{2}}$$

$$\approx \frac{P}{\omega C_p} \left[1 + \frac{1}{\omega^2 \tau_p^2} + \omega^2 \left(\frac{L^4}{90D^2} \right) + \frac{2L^2}{3D\tau_p} \right]^{-\frac{1}{2}}$$

Si nous posons τ_i , temps de relaxation interne du porte-échantillon :

$$\tau_i = \frac{1}{\sqrt{90}} \frac{L^2}{D}$$

et si nous remarquons que

$$\frac{L^2}{D\tau_p} = \frac{L^2}{\frac{k}{\rho c} \cdot \frac{\rho c S L}{K_b}} = \frac{K_b}{K_p}$$

avec K_p : conduction thermique du porte-échantillon : $k \frac{S}{L}$,

finalement

$$|T_L| \approx \frac{P_0}{\omega C_p} \left[1 + \frac{1}{\omega^2 \tau_p^2} + \omega^2 \tau_i^2 + \frac{2}{3} \frac{K_b}{K_p} \right]^{-\frac{1}{2}}$$

Nous pouvons également évaluer l'angle de déphasage φ . Logiquement, cet angle est défini, d'après (4), par :

$$\operatorname{tg} \varphi = \frac{1 + \frac{L^2}{2\tau_p D} - \frac{\omega^2 L^4}{120D^2}}{\frac{1}{\omega \tau_p} - \frac{\omega L^2}{6D}}$$

Cependant, cette définition est très lourde ; l'angle φ est en fait un angle qui a peu d'importance et on peut simplifier son expression en remarquant que d'une part $\frac{L^2}{2\tau_p D} \gg \frac{\omega^2 L^4}{120D^2}$ car D est très grand à basse température (typiquement $10^4 \text{ cm}^2/\text{s}$) et nous travaillerons à basse fréquence ($\omega \approx 30$, $\tau_p \approx 1 \text{ s}$), et d'autre part $\frac{L^2}{D} \ll \frac{1}{\omega \tau_p} \ll 1$. On peut donc réécrire une expression approchée de $\operatorname{tg} \varphi$:

$$\operatorname{tg} \varphi = \frac{1 + \frac{\tau_i}{\tau_p}}{\frac{1}{\omega \tau_p} - \omega \tau_i} \approx \frac{\omega \tau_p + \omega \tau_i}{1 - \omega^2 \tau_i \tau_p} = \operatorname{tg}(\varphi_p + \varphi_i)$$

avec $\operatorname{tg} \varphi_p = \omega \tau_p$ et $\operatorname{tg} \varphi_i = \omega \tau_i$

Maintenant, réintroduisons le terme temporel et la composante continue, et prenons la partie réelle de l'expression.

La température du bout du porte-échantillon s'écrit donc finalement :

$$T = T_b + \frac{P_0}{K_b} + \frac{P_0}{\omega C_p} \left(1 + \frac{1}{\omega^2 \tau_p^2} + \omega^2 \tau_i^2 + \frac{2}{3} \frac{K_b}{K_p} \right)^{\frac{1}{2}} \cos(\omega t - \varphi) \quad (5)$$

$$\varphi = \varphi_p + \varphi_i \quad \operatorname{tg} \varphi_p = \omega \tau_p = \omega \frac{C_p}{K_b} \quad \operatorname{tg} \varphi_i = \omega \tau_i = \omega \frac{L^2}{\sqrt{90D}}$$

Cette relation est très similaire à celle que nous avons établie quelques lignes plus haut (3) et nous pouvons donc exprimer par analogie la température d'un échantillon fixé à un porte-échantillon de conductivité thermique finie, relié à un réservoir thermique, chauffé par une puissance alternative (figure 7).

$$T(t) = T_b + \frac{P_0}{K_b} + \frac{P_0}{\omega C} \left[1 + \frac{1}{\omega^2 \tau^2} + \omega^2 \tau_i^2 + \frac{2}{3} \frac{K_b}{K_p} \right]^{\frac{1}{2}} \cos(\omega t - \varphi) \quad (6)$$

avec $C = C_e + C_p$ capacité calorifique totale

$\tau = \frac{C}{K_b}$ constante de temps thermique du système

$\tau_t^2 = \tau_e^2 + \tau_i^2$

$\varphi = \varphi_p + \varphi_e + \varphi_i \quad \operatorname{tg} \varphi_p = \omega \tau \quad \operatorname{tg} \varphi_e = \omega \tau_e \quad \operatorname{tg} \varphi_i = \omega \tau_i$

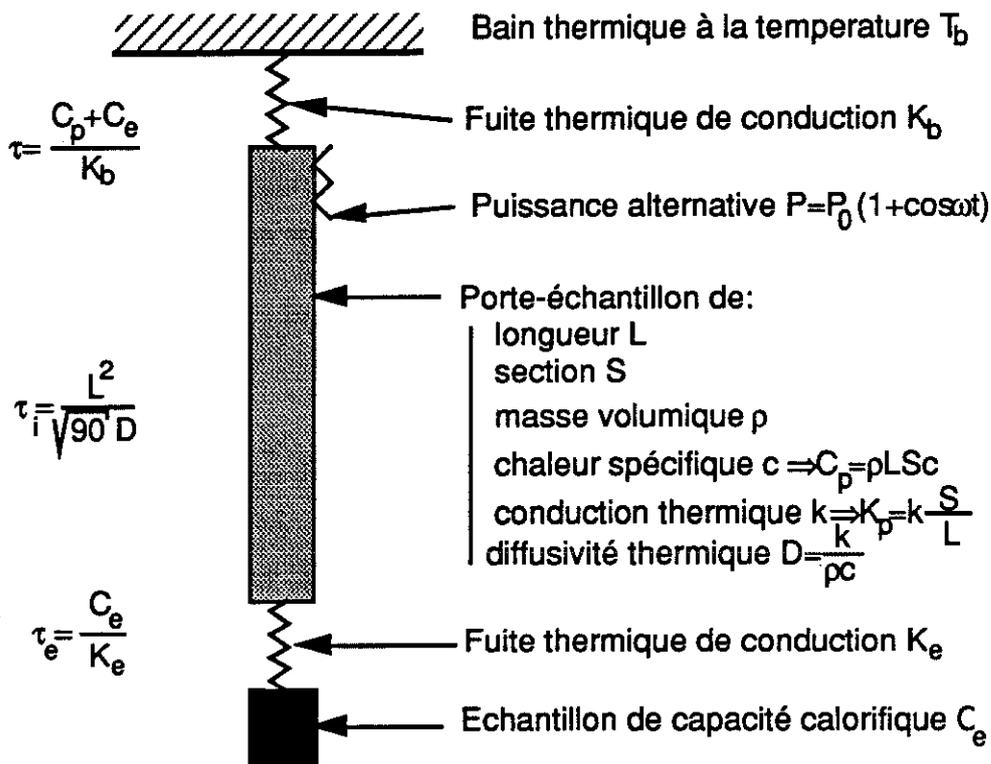


Figure 7

Dans notre technique expérimentale, nous avons vu que nous mesurons l'amplitude de l'oscillation thermique. Nous devons donc nous assurer que le ΔT mesuré correspond bien au ΔT réel de l'échantillon en évaluant les différents termes qui entrent dans l'expression (6).

1.2.2 - Le porte-échantillon

Le premier des matériaux qui vient à l'esprit pour réaliser le porte-échantillon est le cuivre qui présente une très bonne conduction thermique à basse température et qui n'est pas magnétique.

Initialement, cette technique expérimentale a été développée pour étudier les verres de spin et notre service métallurgie nous fournit des échantillons cylindriques (ϕ 7, longueur 20). Pour réaliser le porte-échantillon, nous avons donc pensé à utiliser une lame de cuivre ($7 \times 1 \text{ mm}^2$ de section et environ 16 cm de longueur). L'échantillon, découpé en deux suivant une génératrice du cylindre, est placé de part et

d'autre de la lame de cuivre. L'ensemble est maintenu par deux boulons en bronze-beryllium (alliage qui possède une excellente limite élastique aux plus basses températures). Pour des raisons de symétrie, deux trous supplémentaires sont réalisés sur le porte-échantillon au centre de la deuxième demi-bobine de détection. Dans la partie supérieure du porte-échantillon se trouvent les thermomètres (résistance de carbone 68 Ω 1/10 W Speer) et les chauffages réalisés en collant des jauges de contraintes (350 Ω en constantan).

Ce porte-échantillon nous a permis de montrer que les mesures étaient possibles (moyennant quelques modifications au niveau des chauffages et de la thermométrie), mais un problème important est apparu : en absence d'échantillon, un signal à la fréquence double de celle de l'excitation (donc il ne pouvait s'agir d'un couplage) apparaissait aux bornes de la bobine de détection. Bien que faible, il perturbait de façon sensible les mesures en faible champ. Il variait peu avec la température et était indépendant du champ magnétique. L'origine de ce signal n'est sans doute pas un phénomène magnétique car :

- 1) il aurait été fonction du champ magnétique,
- 2) s'il s'agissait de particules magnétiques saturées, la quantité dM/dT aurait été nulle.

Nous avons pensé qu'il était provoqué par le fait que la température du porte-échantillon n'était pas homogène et qu'il était le siège de courants d'origine thermoélectrique (effet Seebeck [5]). Nous nous sommes donc efforcés dans un premier temps d'homogénéiser la température du porte-échantillon en répartissant le chauffage sur toute la surface du porte-échantillon. Pour cela, nous avons collé un fil résistif de façon aselfique sur la tranche de la lame de cuivre. Mais le signal était beaucoup plus important et ce, quelle que soit la nature du fil (constantan ou alliage de platine et de tungstène). Nous mesurons en fait les propriétés magnétiques du chauffage. Dans un second temps, après nous être assurés que le signal disparaissait en coupant le bas du porte-échantillon, nous pensions que si nous améliorions la conductivité thermique de la lame le signal parasite devait diminuer. Pour cela, nous avons recuit le bas du porte-échantillon, soit sous vide (60 h à 900°C) pour diminuer la densité des dislocations, soit sous air (40 h à 970°C sous

10^{-4} torr d'air) [6] pour oxyder les impuretés et diminuer ainsi l'importance des centres de diffusion des électrons de conduction. Mais là encore, le signal parasite était plus important et toujours indépendant du champ magnétique. A posteriori, cela semble normal car, si la conduction thermique a augmenté, la résistivité électrique a diminué (loi de Lorentz) ; donc les courants qui prennent naissance dans le porte-échantillon à cause du gradient thermique sont plus importants. Il semble ainsi que, quelle que soit la nature du métal employé, il y aura un signal parasite d'autant plus important que sa résistivité est faible (les résultats étaient identiques avec une lame d'or). Nous avons donc décidé d'utiliser un matériau isolant. Cependant, il faut que la conduction thermique soit aussi grande que possible ; aussi avons-nous pensé au saphir monocristallin et, dans un premier temps, nous avons remplacé le bas du porte-échantillon par une lame de saphir.

Effectivement, le signal parasite a disparu. Nous avons donc décidé de réaliser le porte-échantillon en saphir monocristallin. Cependant, plusieurs problèmes vont alors se poser. En effet, alors qu'il était facile sur le cuivre d'assurer un bon contact thermique avec l'échantillon (par serrage) avec les thermomètres (par soudure) et avec les chauffages (par collage), il n'en a pas été de même avec le saphir. D'autre part, la conduction thermique est reliée à la chaleur spécifique par la relation suivante [7]

$$k = \frac{1}{3} C v \ell$$

où C est la chaleur spécifique par unité de volume, v est la vitesse moyenne des particules et ℓ est le libre parcours moyen des particules entre deux collisions. Si l'on exprime la capacité calorifique avec une loi de Debye $Cv \approx \left(\frac{T}{\theta}\right)^3$ où θ est la température de Debye, on peut exprimer k de la façon suivante :

$$k(\text{W/cmK}) = 4,134 \cdot 10^{10} \frac{\ell(\text{cm})T^3(\text{K})}{v^2(\text{cm/s})} \quad [\text{ref. 8}]$$

Ceci sera le cas du saphir où il n'y a pas d'électrons de conduction. Par contre, dans le cas des métaux purs qui possèdent une grande température de Debye θ (par exemple $\theta = 343$ K pour le cuivre), la conduction sera à basse température due en grande partie aux électrons de conduction qui

peuvent être assimilés à un gaz de Fermi. Dans ces conditions, la conductivité thermique est directement proportionnelle à la température

$$k(\text{W/cm}) = \frac{\pi^2 k_B^2}{3m} n T \tau = 6,97 \cdot 10^{-12} n(\text{at/cm}^3) T(\text{K}) \tau(\text{s})$$

où n est la concentration en électron et τ le temps qui sépare deux collisions pour un électron. Si v_F est la vitesse des électrons à la surface de Fermi, le libre parcours moyen est défini par :

$$\ell = v_F \tau .$$

Nous pouvons donc réécrire une expression de la conductivité thermique

$$k(\text{W}) = 6,97 \cdot 10^{-12} n(\text{at/cm}^3) \frac{\ell(\text{cm}) T(\text{K})}{v_F (\text{cm/s})} .$$

Nous voyons alors que, si la conductivité thermique d'un porte-échantillon métallique varie comme la température, elle va évoluer comme le cube de celle-ci, soit dans la gamme qui nous intéresse, c'est-à-dire entre 1 et 10 K, de trois ordres de grandeur. Il nous est donc apparu nécessaire de mesurer la conduction thermique des porte-échantillons afin de déterminer la masse d'échantillon que nous pouvions mesurer en étant sûr qu'il "suivait" correctement l'oscillation de température du porte-échantillon. A cette occasion, nous en avons profité pour mesurer également la conduction thermique de la jonction échantillon-porte-échantillon.

Pour ce faire, nous avons utilisé le dispositif expérimental suivant (Fig. 8) :

Le porte-échantillon est relié au bain d'hélium par une fuite thermique. Il est muni à son extrémité d'un thermomètre étalonné (θ_1) et d'un chauffage (Ch_1). A la place de l'échantillon, un morceau de cuivre muni d'un thermomètre (θ_2) et d'un chauffage (Ch_2) est fixé sur le porte-échantillon. En regard de celui-ci, un troisième thermomètre (θ_3) est mis en place.

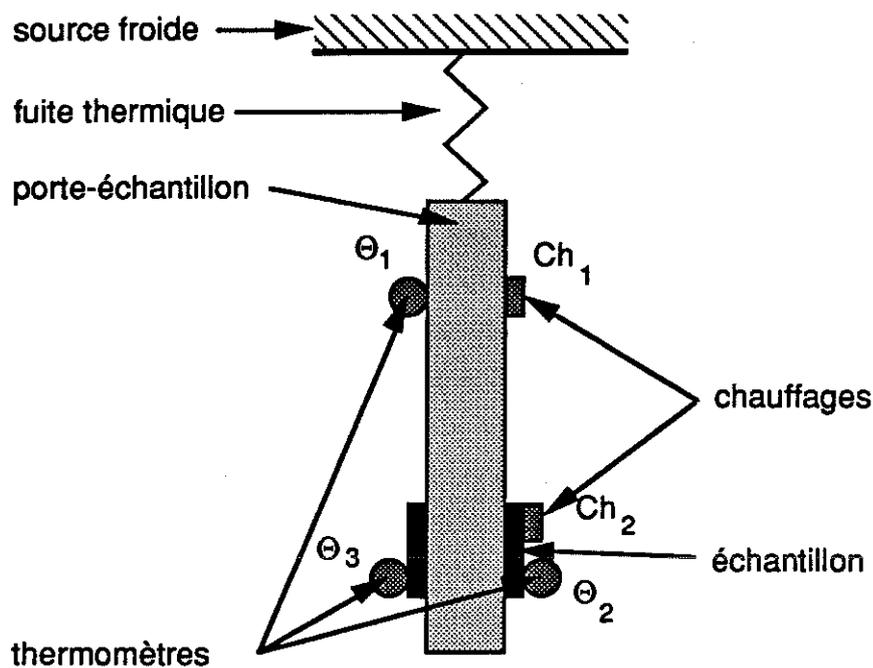


Figure 8

La procédure expérimentale est la suivante :

on dissipe une puissance continue Q_2 dans le chauffage Ch_2 . On relève alors la valeur des trois résistances (R_1 , R_2 , R_3) des thermomètres. Puis, on coupe le chauffage Ch_2 . Le thermomètre θ_1 étant étalonné, la température T_1 correspondant à la résistance R_1 est connue. Nous chauffons maintenant de façon homogène l'ensemble à l'aide du chauffage Ch_1 . Pour une certaine puissance, le thermomètre θ_2 retrouve sa valeur R_2 . A l'aide du thermomètre θ_1 , la valeur T_2 est déduite. Nous procédons de la même façon pour déterminer T_3 . Ainsi, nous déterminons :

$$K_e = \frac{Q_2}{(T_2 - T_3)} \quad \text{et} \quad K_p = \frac{Q_2}{(T_3 - T_1)}$$

a) Conduction du saphir

Nous avons utilisé deux types de lame de saphir [9] : une de section rectangulaire ($7 \times 1 \text{ mm}^2$) et une de section circulaire sur laquelle deux plats diamétralement opposés ont été usinés ($s = 88 \text{ mm}^2$). Les résultats de

nos mesures sont portés sur la figure (9). Nous avons également porté la conduction thermique du cuivre. Il est intéressant de noter que la conductivité en W/K.cm, indépendamment donc du facteur géométrique, varie suivant la section des échantillons. Cela est dû au fait que le libre parcours moyen des phonons est limité par les dimensions des lames [8,10]. La conduction thermique suit bien une loi en T^3 . Pour avoir une valeur équivalente à celle d'une lame de cuivre, aux plus basses températures, nous voyons qu'il faudra utiliser le barreau de plus grosse section compte tenu du fait que le facteur géométrique $(\frac{S}{l})$ sera 12 fois plus important.

b) Conduction de la jonction Echantillon-Porte-échantillon

Nous avons évoqué la difficulté de thermaliser un échantillon sur le saphir. Pour faciliter cette opération, nous avons évaporé, à l'emplacement des contacts et par symétrie au centre de la deuxième demi-bobine de détection, des plots de platine d'une épaisseur de 3000 Å. De même, une couche de platine au niveau des thermomètres permet une soudure. En ce qui concerne les chauffages, nous avons évaporé directement sur le saphir l'élément de chauffage, en l'occurrence 1000 Å d' "Inox", ce qui correspond à une résistance électrique d'environ 500 Ω ($10 \times 1 \times 0,0001 \text{ mm}^2$).

Sur la figure 10, nous avons représenté la conduction thermique des différents moyens de fixation de l'échantillon en fonction de la température. Il apparaît que le collage (avec une colle à jauge de contrainte [11]) présente la meilleure conduction thermique, c'est donc la technique que nous avons retenue pour le Cu-Mn. Cette méthode présente en outre l'avantage de supprimer les vis de serrage qui ont une capacité calorifique non négligeable, ce qui nous permet de mettre une masse plus importante d'échantillon. En effet, à 10 K la capacité calorifique de nos boulons [12] qui pèsent environ 0,9 g est à peu près égale à la capacité calorifique du cuivre [13] et du CuMn que nous désirons étudier [14].

Notons au passage qu'on améliore sensiblement le contact thermique par serrage en intercalant une feuille d'or de 0,02 mm d'épaisseur. Nous avons également fait des essais avec de la graisse à vide. La conduction thermique est améliorée (de 1 à 5 fois) par rapport au serrage à sec mais les.

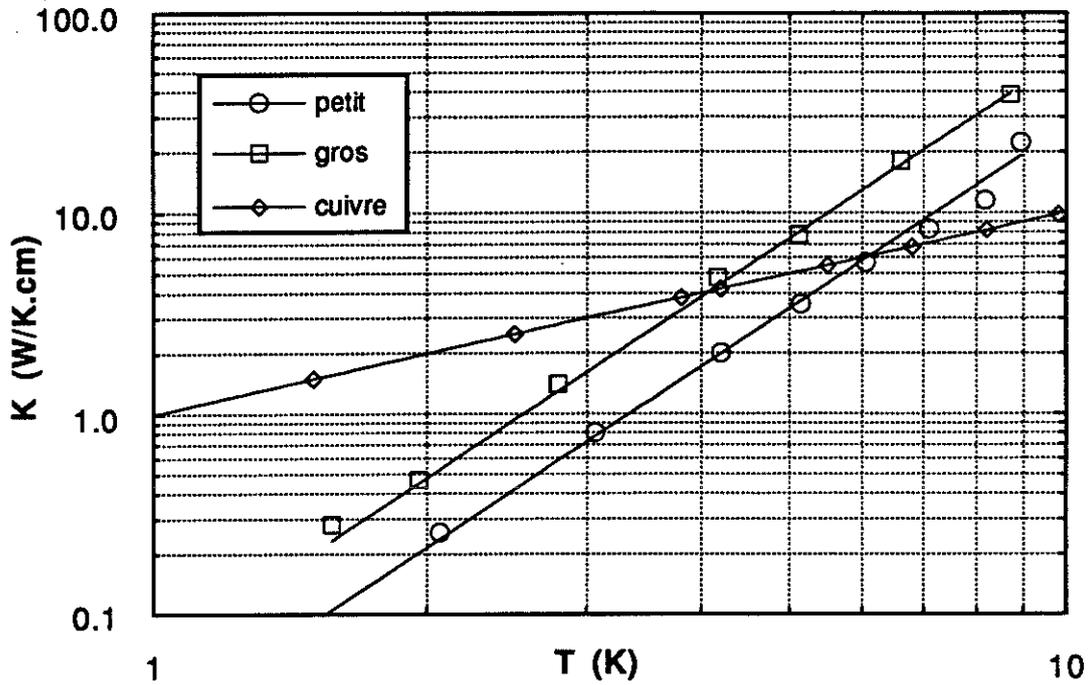


Figure 9: conduction thermique du saphir

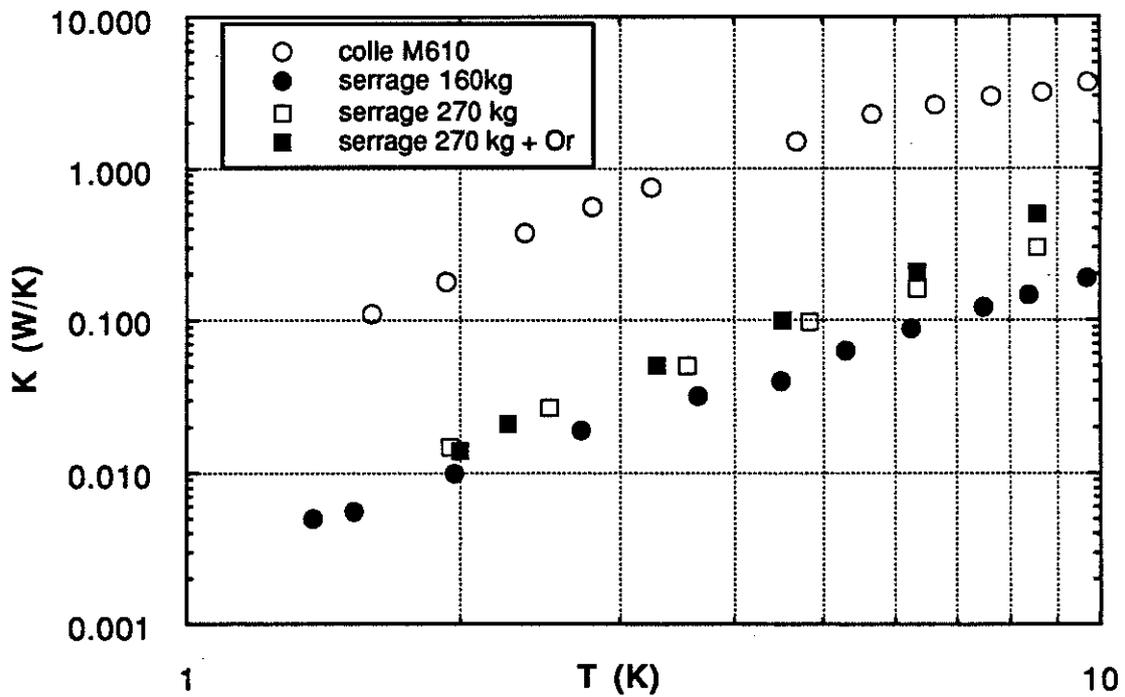


Figure 10: conduction thermique des moyens de liaison

résultats ne sont pas reproductibles. Cela est sans doute dû à l'épaisseur de graisse que nous mettons (paramètre difficilement contrôlable).

Pour étudier les réseaux supraconducteurs qui sont fabriqués sur des substrats de saphir (7x7 mm²), nous sommes obligés d'utiliser la lame de saphir de 7 mm² pour des raisons d'encombrement. En effet, le réseau est étudié perpendiculairement au champ magnétique, donc il doit être horizontal. Pour cela, nous avons réalisé une petite équerre en cuivre qui est fixée par serrage sur la lame. Nous considérerons donc dans ce cas que l'échantillon est constitué de cette équerre, des boulons et du réseau qui, lui, a une chaleur spécifique négligeable.

Finalement, les portes-échantillons que nous avons employés sont schématisés sur la figure 11. Ils sont fixés au cryostat par un tube en Cupro-Nickel soudé d'un côté à une vis en cuivre, elle-même vissée au point froid du cryostat, et de l'autre côté à une chappe également en cuivre, serrée par deux boulons en laiton sur le saphir. Comme nous l'avons dit précédemment, le saphir est métallisé (3000 Å de platine) au niveau des serrages et des thermomètres, et de plus les chauffages sont également directement évaporés sur le saphir (1000 Å d'Inox).

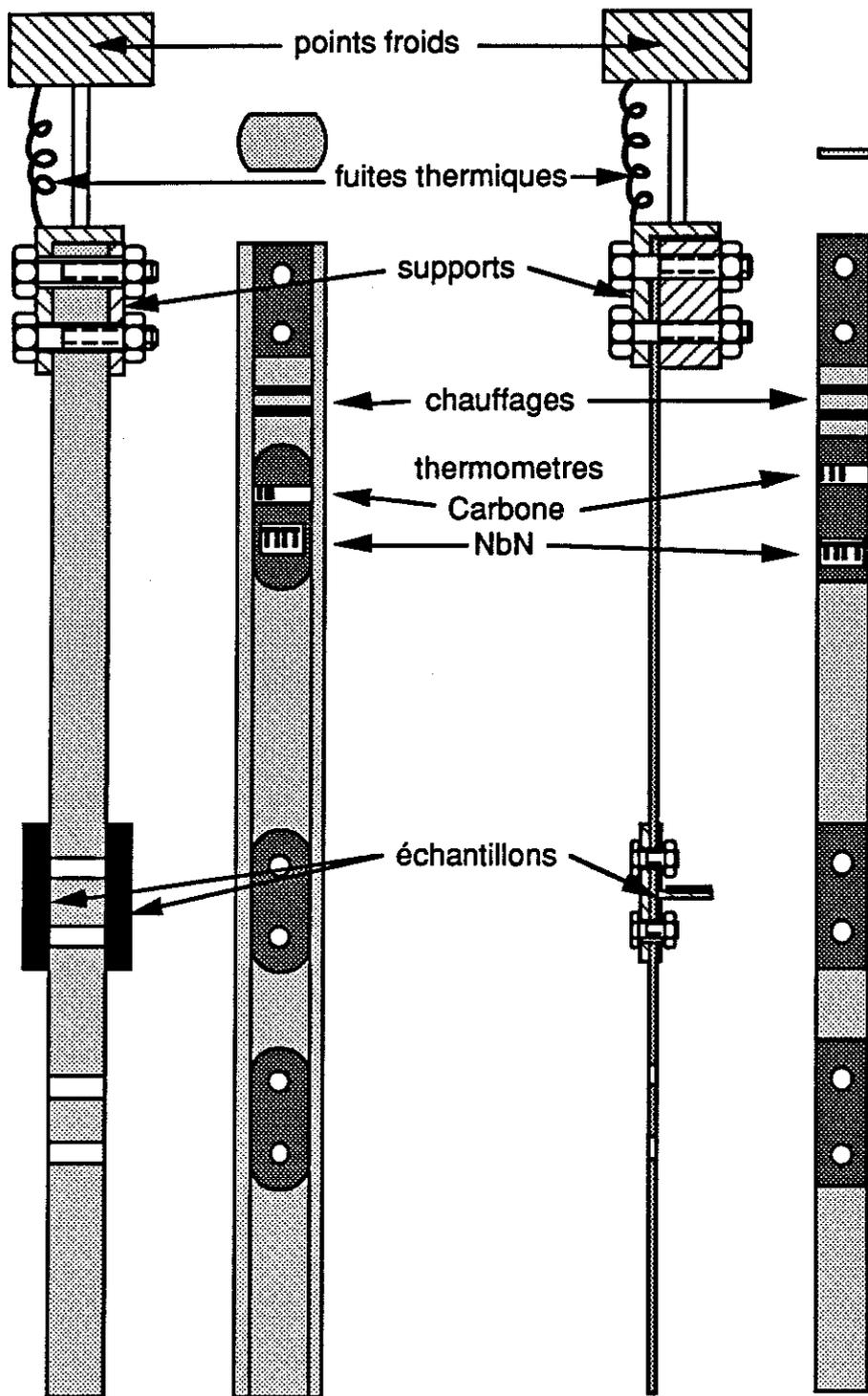
1.2.3 - Vérification des oscillations de température

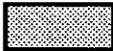
Nous devons maintenant déterminer la masse d'échantillon de CuMn que nous pouvons utiliser et nous assurer que le support du réseau est bien thermalisé. Pour cela, nous allons reprendre les résultats que nous avons établis dans les paragraphes précédents. Ce qui va déterminer la masse d'échantillon, c'est la constante de temps définie par :

$$\omega^2 \tau_1^2 = \omega^2 (\tau_i^2 + \tau_e^2) \quad \text{avec} \quad \tau_i = \frac{L^2}{\sqrt{90D}} \quad \text{et} \quad \tau_e = \frac{C_e}{K_e}$$

a) Intéressons-nous tout d'abord à τ_i .

Calculons à cet effet la diffusivité du saphir.



-  saphir
-  platine
-  cuivre

Echelle ≈ 1

Figure 11 : porte-échantillons

$$D = \frac{k}{\rho c}$$

Nous connaissons k puisque nous l'avons déterminé :

$$k = aT^3 \quad \text{avec} \quad \begin{cases} a = 0,03 \text{ W/K}^4 \cdot \text{cm} & \text{pour } S = 7 \text{ mm}^2 \\ a = 0,06 \text{ W/K}^4 \cdot \text{cm} & \text{pour } S = 88 \text{ mm}^2 \end{cases}$$

la masse volumique de l'alumine vaut $\rho = 3,7 \text{ g/cm}^3$ [15]. La chaleur spécifique suit une loi en T^3 et vaut

$$c = \beta T^3 \quad \text{avec} \quad \beta = 67 \cdot 10^{-9} \text{ J/K}^4 \cdot \text{g} \quad [16]$$

donc
$$D = \frac{a}{\rho \beta}.$$

Nous prendrons $\frac{L^2}{\sqrt{90}} \approx 1$ car L, distance entre le thermomètre et l'échantillon, vaut quelques centimètres (4 cm). Nous avons choisi de travailler à environ 4 Hz car c'est une fréquence suffisamment basse pour les oscillations thermiques et suffisamment élevée pour que les détections synchrones fonctionnent correctement, donc :

$$\omega = 2\pi f \approx 25$$

Cela nous conduit à :

$$\omega^2 \tau_i^2 \approx \left(\frac{\omega}{D} \right)^2 \approx \left(\frac{25 \times 3.7 \times 67 \cdot 10^{-9}}{(3 \text{ ou } 6) \cdot 10^{-2}} \right)^2$$

soit
$$\omega^2 \tau_i^2 < 4 \cdot 10^{-8}.$$

Ce terme sera donc négligeable dans l'expression (6).

b) Evaluons maintenant τ_e

Pour cela, nous connaissons la chaleur spécifique du CuMn [14] et la conductivité thermique de la colle. La relation (2) nous donne le rapport des amplitudes de l'oscillation de température de l'échantillon et du porte-échantillon.

$$\frac{\Delta T_e}{\Delta T_p} = \cos \Delta \varphi \text{ avec } \operatorname{tg} \Delta \varphi = \omega \tau_e$$

donc :

$$\frac{\Delta T_e}{\Delta T_p} = \frac{1}{\sqrt{1 + \omega^2 \tau_e^2}}$$

Si nous désirons un écart inférieur à 0,1 %, il faut que $\omega^2 \tau_e^2 \leq 2 \cdot 10^{-3}$ (de ce fait, $\omega^2 \tau_e^2$ sera négligeable), donc :

$$\tau_e \leq 1,8 \cdot 10^{-3} \text{ s}$$

Nous pouvons ainsi déterminer la masse d'échantillon

$$m = \frac{\tau_e K_e}{C_e},$$

C_e étant la chaleur spécifique par gramme.

Nous avons résumé dans la Table 1 les valeurs pour quelques températures. Nous voyons donc que nous pouvons mettre 5 g d'échantillon sans avoir de problème d'oscillation thermique.

De même, vérifions que le petit support en cuivre (~ 3,5 g) a une constante de temps τ_e suffisamment faible sachant que le serrage est assuré par deux boulons avec une force totale de 160 kg. Les résultats sont rassemblés dans la Table 2. τ_e est de l'ordre de $5 \cdot 10^{-3}$ s. Cela signifie que l'amplitude de l'oscillation de l'échantillon sera environ 1 % plus faible que celle du porte-échantillon qui est mesuré. Cela reste convenable.

T(K)	K_e (W/K)	C_e (J/g.K)	m (g)
2	0,4	$0,15 \cdot 10^{-3}$	4,8
4	2,2	$0,28 \cdot 10^{-3}$	14,1
6	5	$0,45 \cdot 10^{-3}$	20,0
8	6,3	$0,71 \cdot 10^{-3}$	16,0
10	7,5	$1,14 \cdot 10^{-3}$	11,8

Table 1 : Masse d'échantillon possible

T(K)	K_e (mW/K)	C_e (mJ/K)	τ_e (s)
2	20	0,10	$5 \cdot 10^{-3}$
4	70	0,32	$4,6 \cdot 10^{-3}$
6	160	0,80	$5 \cdot 10^{-3}$
8	300	1,65	$5,5 \cdot 10^{-3}$
10	400	3,00	$7,5 \cdot 10^{-3}$

Table 2 : Constante de temps du support

T(K)	$C_{(88 \text{ mm}^2)}$ (mJ/K)	$C_{(7 \text{ mm}^2)}$ (mJ/K)
2	1,1	0,3
4	2,6	1,1
6	5,7	2,9
8	11	6,3
10	20	11,6

Table 3 : Chaleur spécifique des porte-échantillons

c) Il faut maintenant déterminer la fuite thermique qui relie l'ensemble au bain thermique.

Cette valeur est fixée par le fait que nous désirons avoir $\frac{1}{\omega^2 \tau^2} \ll 1$ (cf. formule 6). Choisissons $\omega \tau \approx 30$. Or $\tau = \frac{C}{K_b}$. Il faut donc déterminer la capacité calorifique de l'ensemble :

$$C = C_{\text{saphir}} + C_{\text{cuivre}} + C_{\text{laiton}} + C_{\text{échantillon}}$$

$$\text{avec } C_{\text{saphir}} = \begin{cases} 55 \\ 5 \end{cases} \times 67 \cdot 10^{-9} T^3 \quad (\text{J/K}) \quad [16]$$

$$C_{\text{cuivre}} = \begin{cases} 7 \\ 5 \end{cases} \times 11 T + 0,75 T^3 \quad (\mu\text{J/K}) \quad [13]$$

$$C_{\text{laiton}} = \begin{cases} 2,5 \\ 2,3 \end{cases} \times 6,3 T + 1,67 T^3 \quad (\mu\text{J/K}) \quad [16]$$

$$C_{\text{échantillon}} = \begin{cases} \text{capacité calorifique de 5 g de CuMn} \\ \text{capacité calorifique de 3,5 g de Cu} \end{cases}$$

Les résultats sont rassemblés dans la Table 3. Pour réaliser la fuite thermique, nous utilisons du cuivre. D'une part, la conduction thermique varie comme la température entre 1 et 10 K ($k(T) \approx T \text{ W/K.cm}$) tandis que la chaleur spécifique croît en $\gamma T + \beta T^3$; nous devons donc calculer le s/ℓ de la fuite aux plus basses températures. D'autre part, la conduction thermique apparente qui intervient dans le calcul de τ est en fait une intégrale :

$$Q = \int_{T_b}^T \frac{s}{\ell} k(T) dT = \frac{s}{\ell} \frac{T+T_b}{2} (T - T_b)$$

$$K_{\text{apparent}} \Delta T$$

$$\frac{\omega C}{K_{\text{app}}} = 30 \Rightarrow \frac{s}{\ell} = \frac{\omega C \times 2}{30(T+T_b)}$$

soit, à $T_b = 1,4 \text{ K}$, $\left(\frac{S}{\rho}\right)_{88 \text{ mm}^2} \cong 0,7 \cdot 10^{-3} \text{ cm} \Rightarrow \text{fil } 0,3 \text{ mm} \times 1 \text{ cm}$

$$\left(\frac{S}{\rho}\right)_{7 \text{ mm}^2} \cong 6,2 \cdot 10^{-3} \text{ cm} \Rightarrow \text{fil } 0,2 \text{ mm} \times 1,5 \text{ cm}$$

Nous avons pu vérifier que les fuites thermiques étaient bien adaptées. En effet, il suffit de créer une oscillation de température et de mesurer, d'une part l'amplitude de l'oscillation thermique et, d'autre part la température moyenne de l'échantillon car, d'après la formule (1), nous avons :

$$T = T_b + \frac{P_0}{K_b} + \frac{P_0}{C\omega} \cos(\omega t - \frac{\pi}{2})$$

$$\Delta T_{\sim} = \Delta T_{\sim}$$

donc :

$$\frac{\Delta T_{\sim}}{\Delta T_{\sim}} = \omega \frac{C}{K_b} = \omega \tau.$$

Le rapport que nous avons mesuré est bien supérieur à 30 et ce quelle que soit la température.

d) Nous pouvons maintenant vérifier que le terme $\frac{2}{3} \frac{K_b}{K_p}$ qui intervient dans l'expression (6) est négligeable devant 1.

Comme nous venons de le voir :

et

$$\left. \begin{aligned} K_b &= \frac{S}{\rho} \frac{(T+T_b)}{2} \\ K_p &= \frac{S}{L} a T^3 \end{aligned} \right\} \text{ (W/K)}$$

Compte tenu des valeurs précédemment établies, nous obtenons :

$$\left(\frac{2}{3} \frac{K_b}{K_p}\right)_{88 \text{ mm}^2} = 3,5 \cdot 10^{-2} \frac{(T+T_b)}{T^3}$$

$$\left(\frac{2}{3} \frac{K_b}{K_p}\right)_{7 \text{ mm}^2} = 2,5 \cdot 10^{-1} \frac{(T+T_b)}{T^3}$$

Ici, ces rapports seront maximum pour la température minimale, soit pour $T_b = 1,4$ K et $T = 2$ K :

$$\left(\frac{2 K_b}{3 K_p}\right)_{88 \text{ mm}^2} \leq 1,5 \cdot 10^{-2}$$

$$\left(\frac{2 K_b}{3 K_p}\right)_7 \text{ mm}^2 \leq 10^{-1}$$

Cela signifie qu'aux plus basses températures, l'amplitude de l'oscillation thermique de l'ensemble sera légèrement atténuée (surtout dans le cas de la petite lame ≈ 5 %).

e) Pour finir, nous avons vérifié, en mettant un thermomètre sur l'échantillon, que l'oscillation de température de celui-ci était bien la même que celle du porte-échantillon.

Entre 2 et 10 K, la différence est inférieure à 2 %, ce qui, compte tenu de la précision des appareils de mesure, est acceptable.

I.3 - THERMOMETRIE

Le porte-échantillon est équipé dans sa partie supérieure de deux couples thermomètre-chauffage. L'un sert à réguler la température moyenne de l'échantillon, l'autre à générer et mesurer l'amplitude de l'oscillation thermique. En effet, nous avons vu que le fait de chauffer à l'aide d'un courant sinusoïdal définissait une température moyenne T_+ de l'échantillon sur laquelle se superpose une oscillation T_- .

Pour une certaine géométrie, ces deux paramètres (T_+, T_-) sont uniquement fonction de la puissance dissipée et de la fréquence. En d'autres termes, si on désire travailler à une certaine température, l'amplitude de l'oscillation thermique sera fixée. Il nous est apparu nécessaire (à fréquence fixe) de pouvoir faire varier indépendamment ces deux paramètres afin, d'une part, de s'affranchir d'éventuelles variations de la température de référence T_b et d'autre part, de pouvoir faire varier l'amplitude de l'oscillation thermique pour une température donnée.

Pour cela, nous utilisons un couple thermomètre-chauffage relié à un étage de régulation PID [17]. Cependant, afin que le régulateur "n'écrase pas" l'oscillation de température, le signal électrique issu du thermomètre traverse un filtre réjecteur callé à la fréquence de travail. Ce thermomètre n'ayant pas besoin de répondre rapidement, nous utilisons une résistance de carbone (Allen-Bradley) 1/10 W) comme détecteur. Elle est simplement thermalisée à l'aide de graisse à vide dans un tube de cuivre soudé sur le porte-échantillon.

Par contre, le deuxième thermomètre doit être en bon contact thermique avec le porte-échantillon et de plus, il doit pouvoir "suivre" l'oscillation de température. Cela signifie qu'il doit avoir une faible constante de temps de couplage, donc avoir une capacité calorifique aussi faible que possible. A cet effet, nous utilisons une couche de nitrure de niobium (NbN) évaporée sur un petit substrat d'alumine [18] réalisé au laboratoire. L'autre face du saphir est métallisée (platine), ce qui permet une soudure sur le porte-échantillon.

Le thermomètre est polarisé par un courant continu. Si la température varie sinusoïdalement, une petite tension alternative se superposera à la tension continue de polarisation.

$$V = RI + dR I$$

$$V_{\sim} \quad V_{\sim}$$

La tension continue est mesurée à l'aide d'un voltmètre moyennneur. Quant à la tension alternative, après avoir été amplifiée, elle est mesurée par une détection synchrone.

Nous avons étalonné les sondes thermométriques par comparaison avec un thermomètre au germanium dont la loi de variation a été préalablement établie dans un autre cryostat muni d'un thermomètre à gaz.

Pour mesurer une température et l'oscillation de température correspondante, nous procédons de la façon suivante :

1.4.2 - Ecran maillé supraconducteur

Pour obtenir un champ magnétique stable, il suffit d'utiliser une bobine supraconductrice fonctionnant en mode "court-circuité". Cependant, elle ne va pas protéger l'échantillon des brusques variations de champ. Aussi, avons-nous décidé d'intercaler entre la bobine de détection et la bobine de champ, dans le vide du calorimètre, un écran supraconducteur. Pour appliquer un champ magnétique à l'échantillon, il faut tout d'abord chauffer l'écran afin de le faire transiter, ensuite le champ est établi, puis on refroidit l'écran. Lorsqu'il est redevenu supraconducteur, le champ magnétique est supprimé. Des courants prennent alors naissance dans l'écran de façon à ce que le flux à l'intérieur de celui-ci soit conservé. Le champ est alors piégé, toute variation de champ magnétique extérieur qui ne dépasse pas le champ critique de l'écran ne perturbe plus l'échantillon. Lors du refroidissement de l'écran, il se peut qu'il y ait des zones où du flux magnétique pénètre (apparition de vortex de courant). Ces zones peuvent alors se déplacer librement tout en conservant le flux total, ce qui peut créer du bruit au niveau de la bobine de détection. Pour éviter cela, l'écran est réalisé sous la forme d'un grillage, les mailles facilitant l'ancrage des vortex.

1.5 - APPAREILLAGE

1.5.1 - Le cryostat

L'ensemble du dispositif expérimental est plongé dans un cryostat à hélium liquide dont la partie inférieure a un diamètre utile de 60 mm. Il est constitué de deux enceintes munies de leur propre vide d'isolement (figure 12). L'une, super-isolée, contient 23 litres d'azote liquide (soit une semaine d'autonomie), l'autre contient 15 litres d'hélium liquide. L'autonomie du vase d'hélium varie suivant l'utilisation. Elle peut varier de 15 jours à vide à 5 jours avec un calorimètre, ou 2 jours si nous pompons sur le bain d'hélium pour atteindre 1,5 K.

Afin d'isoler le cryostat des vibrations mécaniques extérieures, il est posé sur un bloc en béton pesant environ 200 kg, lui-même reposant sur des amortisseurs pneumatiques. Toutes les liaisons mécaniques sont souples.

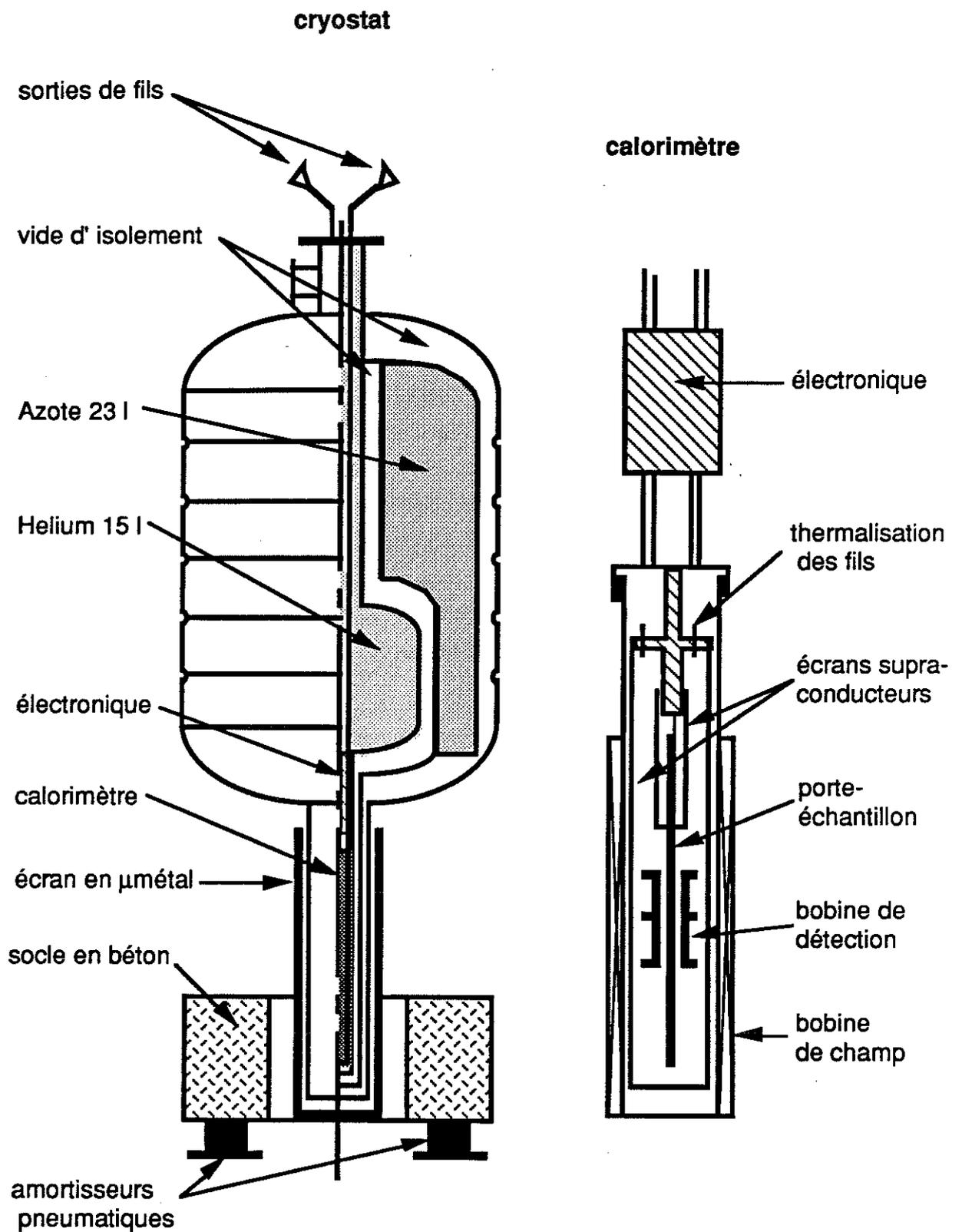


Figure 12 : cryostat

1.5.2 - Electronique [19]

Les signaux alternatifs issus du thermomètre et de la bobine de détection sont mesurés après amplification par deux détections synchrones (ITHACO 393). La référence de fréquence est fournie par un générateur synthétiseur (Wavetek 171). Ce générateur pilote également un convertisseur tension/courant qui alimente en courant alternatif l'élément de chauffage.

Les amplificateurs que nous utilisons ont été fabriqués au laboratoire. Ils fonctionnent sur batterie afin d'éviter toute perturbation provenant du secteur. L'étage d'entrée est constitué d'un transistor à effet de champ FET CM860 ou 2N6550 à grande impédance d'entrée ($10^9 \Omega$). Le bruit du FET peut être diminué considérablement si celui-ci fonctionne à une température inférieure à la température ambiante. La température optimale de fonctionnement se situe aux alentours de 150 K. Pour refroidir le FET, nous l'avons encapsulé dans un boîtier en cuivre, lui-même plongé dans le bain d'hélium pompé. Sachant que la puissance dissipée est d'environ 20 mW, on peut calculer la section des 4 fils qui serviront, d'une part de support, et d'autre part de conducteur électrique :

$$Q = 4 \frac{S}{l} \int_{1,5}^{150} k(T) dT \text{ avec } \int_{1,5}^{150} k(T) dT = 20 \text{ W pour le constantan}$$

soit $\frac{S}{l} = 0,25 \cdot 10^{-3}$, ce qui correspond à un fil de constantan de 1 cm de longueur et 0,17 mm de diamètre. Pour immobiliser le FET, nous remplissons le container avec des billes de verre (utilisées normalement pour le sablage) d'un diamètre de 30 μm . Dans ces conditions, nous nous sommes aperçus que le FET était trop froid. Nous avons donc diminué la section des fils "support" (1 cm x 0,07 mm). Toutefois, si le FET est refroidi sans alimentation, il atteint une température où il n'est plus conducteur et ne peut plus s'amorcer. Nous sommes donc obligés de le chauffer au démarrage, ensuite la puissance de polarisation est suffisante pour le chauffer et l'auto-réguler en température.

Le thermomètre qui mesure l'oscillation de température est relié à un amplificateur dont le FET est à l'ambiante. Par contre, la bobine de détection est reliée par l'intermédiaire d'un transformateur dans l'hélium pompé ($T =$

1,5 K) à un amplificateur dont le FET fonctionne à froid. Pour avoir un rapport signal sur bruit optimal, nous allons travailler à la résonance du système avec un facteur de surtension Q aussi grand que possible.

a) Mise en équation du système

Comme nous l'avons déjà dit, nous désirons travailler à une fréquence d'environ 4 Hz ; une capacité est donc placée en parallèle sur le secondaire du transformateur afin d'ajuster la fréquence de résonance à 4 Hz (figure 13).

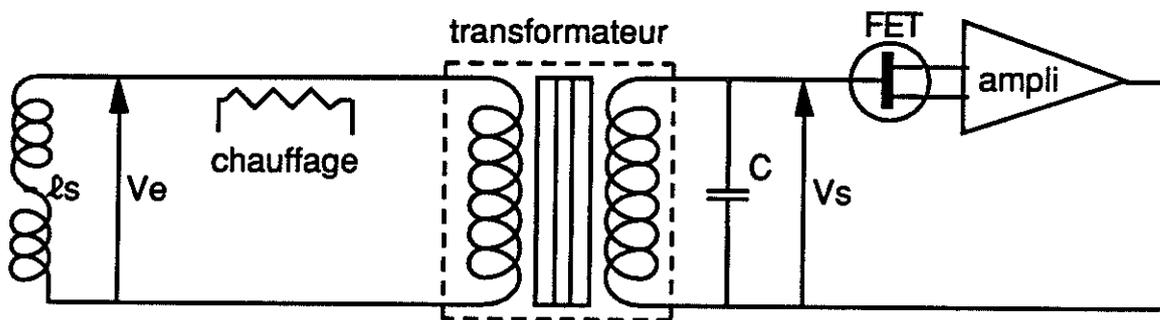


Figure 13

Le circuit primaire du transformateur est réalisé avec du fil supraconducteur. La résistance étant nulle, il peut donc être le siège de courants continus qui, s'ils ne perturbent pas la détection synchrone, peuvent en créant un champ magnétique saturer le noyau du transformateur. Pour éliminer ces courants, nous pouvons rendre une partie du circuit résistif à l'aide d'un chauffage. Ils décroissent alors avec une constante de temps $\frac{L}{r}$ (L self-inductance du circuit, r résistance du circuit à l'état normal). Il nous faut maintenant calculer le rapport de transformation optimal ainsi que la valeur de la capacité que nous devons utiliser. Pour cela, nous allons utiliser un schéma électrique équivalent (figure 14).

Le transformateur n'est pas parfait, aussi nous le remplaçons par un transformateur parfait de rapport n (nombre de spires du secondaire sur le nombre de spires du primaire) avec :

- une self L_T : inductance de l'enroulement secondaire,
- une capacité C_T : capacité des enroulements,

- une résistance R_T : pertes du transformateur (hystérésis, courants de Foucault),
- une self ℓ_f : inductance de fuite ramenée au primaire,
- une résistance r_T : résistance ohmique du secondaire.

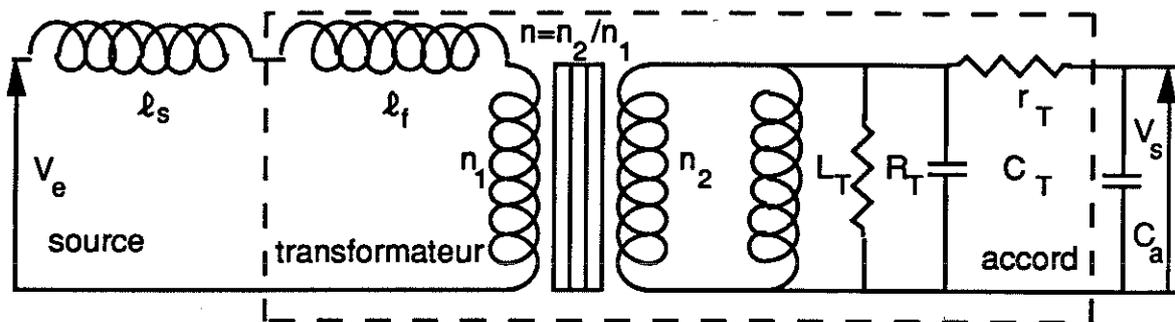


Figure 14

Dans ce schéma, nous avons omis une résistance en série avec la capacité d'accord qui représenterait les pertes de la capacité. Le transformateur que nous utilisons comporte au secondaire 25 000 spires de cuivre bobinées sur un tore en alliage, ayant une haute perméabilité à 4,2 K, le cryoperm 10 [20]. Les différents paramètres du transformateur ont été mesurés. La self-inductance du secondaire vaut environ 10 000 H et l'impédance du transformateur à la résonance est très grande $R_T \approx 100 \text{ M}\Omega$. La résistance du secondaire vaut 4 600 Ω à l'ambiante et environ 50 Ω à 4,2 K.

Nous pouvons maintenant simplifier notre schéma équivalent (figure 15) en ramenant tout au secondaire et en remarquant que :

- 1) Notre source étant inductive, ℓ_f peut être négligée.
- 2) A 4 Hz, l'impédance représentée par la self du secondaire L_T d'une part et la résistance R_T est très grande devant $n^2\ell_s$. Nous pouvons donc l'omettre. L'amortissement dû à r_t est prépondérant aux basses fréquences.
- 3) La capacité C_T du transformateur est négligeable devant la capacité d'accord C_a .

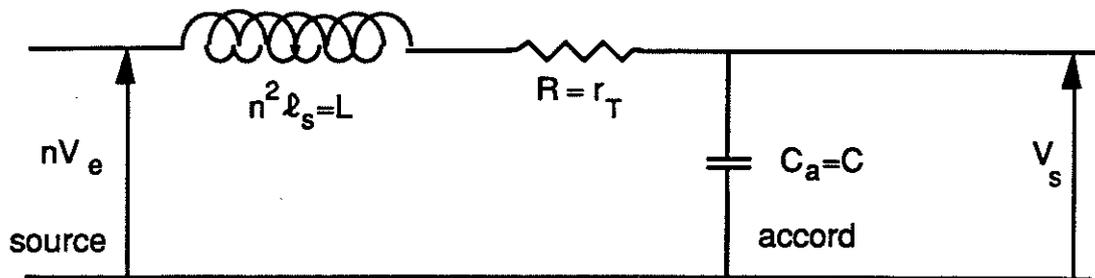


Figure 15

Calculons maintenant la fonction de transfert $T = \frac{V_s}{V_e}$ de notre système. La tension de sortie V_s s'exprime en fonction de la tension d'entrée V_e :

$$V_s = \frac{1}{jC\omega} \frac{1}{jL\omega + R + \frac{1}{jC\omega}} nV_e$$

Nous en déduisons T :

$$T = \frac{V_s}{V_e} = \frac{n}{(1 - LC\omega^2) + RC\omega j}$$

Si nous posons : $\omega_0^2 = \frac{1}{LC}$ et $Q = \frac{1}{RC\omega_0} = \frac{L\omega_0}{R}$, la fonction de transfert devient :

$$T = \frac{n}{\left(1 - \frac{\omega^2}{\omega_0^2}\right) + \frac{1}{Q} \frac{\omega}{\omega_0} j} \quad (10)$$

Nous désirons travailler à la résonance avec un grand facteur de surtension, donc un faible facteur d'amortissement. Il faut donc chercher pour quelle fréquence le module de la fonction de transfert est maximum.

$$|T| = \frac{n}{\sqrt{\left(1 - \frac{\omega^2}{\omega_0^2}\right)^2 + \frac{1}{Q^2} \frac{\omega^2}{\omega_0^2}}} \quad (11)$$

Cette fonction sera maximale si le dénominateur est minimal, c'est-à-dire si :

$$-4\left(1 - \frac{\omega^2}{\omega_0^2}\right) \frac{\omega}{\omega_0^2} + \frac{2\omega}{Q^2 \omega_0^2} = 0 \quad \Rightarrow \quad \begin{cases} \omega = 0 \\ \omega = \omega_0 \sqrt{1 - \frac{1}{2Q^2}} \end{cases}$$

Rejetons $\omega=0$ (continu). La deuxième solution est possible si $1 - \frac{1}{2Q^2} > 0$, c'est-à-dire si $Q > 1/\sqrt{2}$. La fonction de transfert s'écrit alors :

$$\boxed{|T| = \frac{nQ}{\sqrt{1 - \frac{1}{4Q^2}}} \text{ avec } Q > 1/\sqrt{2}} \quad (12)$$

En résumé, si notre système possède un grand facteur de surtension Q :

$$\boxed{\begin{aligned} |T| &\equiv \left| \frac{V_s}{V_e} \right| \approx nQ && \text{à la fréquence de} \\ \text{résonance} & \quad \omega_R = \omega_0 \sqrt{1 - \frac{1}{2Q^2}} \approx \omega_0 \\ \text{avec} & \quad Q = \frac{L\omega_0}{R} = \frac{1}{RC\omega_0} \quad \text{où} \quad \omega_0^2 = \frac{1}{LC} \end{aligned}} \quad (13)$$

b) Conditions d'adaptation optimale

Il nous faut maintenant déterminer les conditions optimales de fonctionnement, c'est-à-dire choisir C et n pour que, connaissant L , le rapport signal sur bruit soit maximum. Reprenons notre schéma équivalent et introduisons les différentes sources de bruit (figure 16).

Les sources de bruit proviennent d'éléments différents du circuit et ne sont pas corrélées. Donc les valeurs quadratiques moyennes de tension s'ajoutent. L'expression du bruit à l'entrée du préamplificateur est donnée par :

$$B^2 = n^2 \overline{e_s^2} + \overline{e_t^2} + \overline{e_a^2} + |Z_s|^2 (\overline{i_t^2} + \overline{i_a^2})$$

- avec $\overline{e_s}$: bruit thermique de la source
 $\overline{i_t}, \overline{e_t}$: générateur de bruit du transformateur
 $\overline{i_a}, \overline{e_a}$: générateur de bruit de l'amplificateur dont l'impédance d'entrée est infinie
 Z_s : impédance de sortie du système.

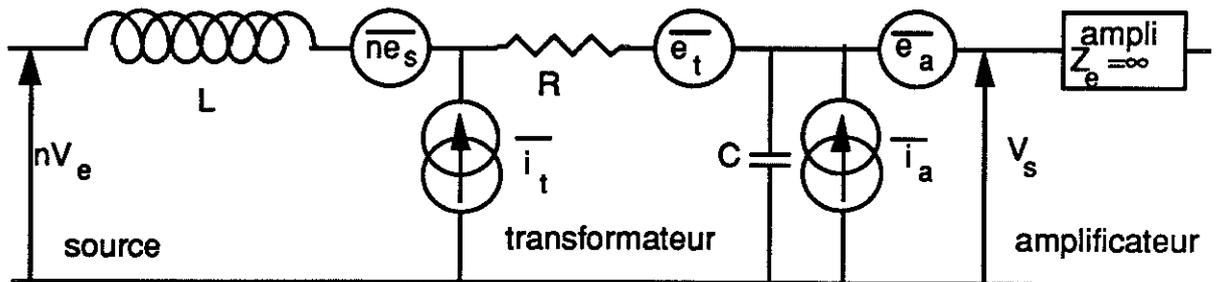


Figure 16

Le bruit de Nyquist pour la source s'écrit :

$$\overline{e_s^2} = 4kTr_s\Delta f \quad \left\{ \begin{array}{l} T : \text{Température de la source} \\ k : \text{constante de Boltzmann } (1,38 \cdot 10^{-23} \text{ J/K}) \\ r_s : \text{résistance de la source} \\ \Delta f : \text{bande de fréquence} \end{array} \right.$$

Or, la bobine de détection est supraconductrice, donc $r_s = 0$. De ce fait, $\overline{e_s} = 0$.

Le bruit thermique du transformateur s'écrit :

$$\overline{e_t^2} = 4kTR\Delta f \quad \text{avec} \quad \left\{ \begin{array}{l} T = 1,5 \text{ K} \\ R = 50 \Omega \\ \Delta f = 1 \text{ Hz} \end{array} \right.$$

$$\overline{e_t} \cong 5 \cdot 10^{-11} \text{ V}/\sqrt{\text{Hz}}$$

A la résonance, le transformateur est équivalent à une résistance R_T élevée (100 M Ω). On peut considérer que le courant de bruit du transformateur (bruit Barkhausen) est dû au bruit thermique de cette résistance, donc :

$$\overline{i_t}^2 = \frac{4 k T}{R_T} \Delta f \quad \text{avec} \quad \begin{cases} T = 1,5 \text{ K} \\ R_T = 100 \text{ M}\Omega \\ \Delta f = 1 \text{ Hz} \end{cases}$$

$$\overline{i_t} \approx 9 \cdot 10^{-16} \text{ A}/\sqrt{\text{Hz}}$$

A basse fréquence, le bruit du FET vaut :

$$\overline{e_a} = 6 \cdot 10^{-9} \text{ V}/\sqrt{\text{Hz}}$$

$$\overline{i_a} = 5 \cdot 10^{-15} \text{ A}/\sqrt{\text{Hz}}$$

Si le FET est refroidi, sa tension de bruit est divisée par 2 et son courant de bruit par au moins un facteur 10 [21].

$$\overline{e_a} = 3 \cdot 10^{-9} \text{ V}/\sqrt{\text{Hz}}$$

$$\overline{i_a} = 5 \cdot 10^{-16} \text{ A}/\sqrt{\text{Hz}}$$

Nous pouvons maintenant réécrire la valeur du bruit en notant que $\overline{e_t} \ll \overline{e_a}$ et que $\overline{e_s} = 0$.

$$B^2 = \overline{e_a}^2 + Z_s^2 (\overline{i_t}^2 + \overline{i_a}^2) \quad (14)$$

Ramenons cette expression à l'entrée du système. Nous connaissons la fonction de transfert du système à la résonance $|T| = nQ$ (d'après 13). Calculons l'impédance de sortie du système. Celui-ci vu de l'entrée de l'amplificateur est équivalent à une capacité en parallèle sur une self avec en série une résistance.

$$Z_s = \frac{1}{jC\omega + \frac{1}{R+jL\omega}} = \frac{R+jL\omega}{1-LC\omega^2+jRC\omega}$$

A la résonance $\omega = \omega_0$, nous avons :

$$|Z_s| = \frac{Q}{C\omega_0} = QL\omega_0 = Qn^2\ell_s\omega_0 \quad \text{avec} \quad Q = \frac{1}{RC\omega_0}$$

L'expression du bruit à l'entrée devient donc :

$$B_e^2 = \frac{\bar{e}_a^2}{n^2Q^2} + \frac{Q^2n^4\ell_s^2\omega_0^2}{n^2Q^2} (\bar{i}_t^2 + \bar{i}_a^2) = \frac{\bar{e}_a^2}{n^2Q^2} + n^2\ell_s^2\omega_0^2(\bar{i}_t^2 + \bar{i}_a^2)$$

Pour que le bruit soit minimal, il faut que :

$$\frac{\partial B_e^2}{\partial n} = 0 \quad \Rightarrow \quad Qn^2\ell_s\omega_0 = \sqrt{\frac{\bar{e}_a^2}{\bar{i}_t^2 + \bar{i}_a^2}} \equiv Z_a \quad (15)$$

Notre rapport signal sur bruit sera donc maximum si :

$$\boxed{Z_s = \frac{Q}{C\omega_0} = Qn^2\ell_s\omega_0 = Z_a} \quad (16)$$

Nous pouvons maintenant calculer la capacité d'accord et le rapport optimum de transformation.

c) Réalisation

La bobine de détection est réalisée sur un mandrin en araldite chargée de 15 mm de diamètre. Les deux demi-bobines ont une longueur de 3 cm. L'enroulement est réalisé avec du fil supraconducteur cuivré de 0,085 mm de diamètre et comporte 2x700 spires. Un deuxième enroulement de 700 spires est bobiné sur toute la longueur ; il servira à créer un petit champ alternatif (8,6 mA/Oe). Une dizaine de spires sont également bobinées au centre d'une demi-bobine afin de pouvoir exciter le circuit de mesure pour, par exemple, déterminer la fréquence de résonance et compenser la mutuelle à vide du système dans le cas des mesures de susceptibilité alternative. Nous avons mesuré l'inductance de notre système à froid :

$$\ell_s = 6.10^{-3} \text{ H}$$

L'impédance d'adaptation vaut, d'après (15) :

$$Z_a = \sqrt{\frac{\bar{e}_a^2}{\bar{i}_1^2 + \bar{i}_a^2}} \approx 3.10^6 \Omega$$

A 4 Hz, le rapport de transformation optimum est défini par (16) :

$$\begin{cases} Q n^2 \ell_s \omega_0 = Z_a \\ Q = \frac{n^2 \ell_s \omega_0}{R} \end{cases} \Rightarrow n = \left(\frac{R Z_a}{\ell_s^2 \omega_0^2} \right)^{1/4} = 285 ,$$

ce qui nous conduit à mettre au primaire du transformateur, compte tenu du fait que le secondaire comporte 25 000 spires, 85 spires. Nous pouvons donc espérer un facteur de surtension :

$$Q = \frac{n^2 \ell_s \omega_0}{R} = 245$$

Déterminons maintenant la capacité d'accord :

$$C = \frac{1}{n^2 \ell_s \omega_0^2} = 3,25 \mu\text{F}$$

Le transformateur, la capacité et le FET sont placés dans une boîte en plomb remplie de billes de verre pour immobiliser les fils. Les capacités que nous utilisons varient un peu avec la température, aussi avons-nous mis une capacité légèrement plus grande $C = 3,49 \mu\text{F}$.

Avec ces valeurs, nous vérifions bien les hypothèses du départ, c'est-à-dire que l'impédance de source $n^2 \ell_s$ est négligeable devant la self du secondaire du transformateur et que le facteur de surtension est grand.

Le champ magnétique d'étude est créé par une bobine, qui est réalisée directement sur le calorimètre à l'aide de fils supraconducteurs monobrins

Thomson de 0,37 mm de diamètre. Elle comporte une encoche afin d'homogénéiser le champ au niveau de l'échantillon. La caractéristique a été déterminée par calcul et vaut :

$$H/l = 159,2 \text{ Oe/A}$$

I.5.3 - Performances

a) Mesure du facteur de surtension

A l'aide des 10 spires bobinées sur la bobine de détection, nous pouvons tracer la caractéristique $V_s(\omega)$ et déterminer ainsi la fréquence de résonance et le facteur de surtension. En effet, reprenons l'expression (11) du module de la fonction de transfert.

$$|T| = \frac{n}{\sqrt{\left(1 - \frac{\omega^2}{\omega_0^2}\right)^2 + \frac{1}{Q^2} \frac{\omega^2}{\omega_0^2}}}$$

si $\omega = \omega_0$

$$|T| = nQ$$

Cherchons maintenant la fréquence pour laquelle le signal de sortie est divisé par $\sqrt{2}$, c'est-à-dire :

$$\left(1 - \frac{\omega^2}{\omega_0^2}\right)^2 + \frac{1}{Q^2} \frac{\omega^2}{\omega_0^2} = \frac{2}{Q^2}$$

Posons $\omega = \omega_0 - \Delta\omega$ avec $\Delta\omega \ll \omega_0$.

$$\left(1 - \frac{\omega^2}{\omega_0^2}\right)^2 = \frac{1}{Q^2} \Rightarrow Q = \frac{\omega_0^2}{\omega_0^2 - \omega^2} = \frac{\omega_0^2}{2\omega_0\Delta\omega}$$

Ne connaissant pas la tension d'entrée V_e puisque celle-ci est induite, nous avons ainsi accès au facteur de surtension en cherchant la bande de fréquence autour de la fréquence de résonance, où la tension de sortie est au moins égale au maximum divisé par $\sqrt{2}$:

$$Q = \frac{\omega_0}{2\Delta\omega} \quad (17)$$

Nous avons donc tracé les caractéristiques de notre système de détection (figure 17). Si la fréquence de résonance est bien celle que nous attendions ($f = 4,361$ Hz), le facteur de surtension est bien plus faible ($Q \approx 100$ au lieu de 250). Cela signifie que le système a des pertes par courant de Foucault. Dans un premier temps, nous avons donc interrompu tous les circuits électriques pouvant être le siège de courants de Foucault (support de bobine, centreur, ...). Le facteur de surtension est alors remonté à 150. Ne pouvant enlever le calorimètre en cuivre qui devait également être une source de perte, nous avons mis en place l'écran supraconducteur décrit précédemment. Nous obtenons alors un facteur de surtension Q de 214, proche de la valeur théorique 245. Cette différence peut s'expliquer par le fait que la capacité d'accord n'est pas parfaite et qu'elle présente des pertes. Il suffit en effet d'une résistance série de quelques ohms pour expliquer une telle diminution. Nous voyons là un deuxième avantage de posséder un écran supraconducteur autour de la bobine de détection.

b) Mesure du bruit

A partir des expressions (14,15,16), le bruit théorique du système s'écrit à la résonance :

$$B = \sqrt{2\bar{e}_a^2} \approx 4 \text{ nV}/\sqrt{\text{Hz}}$$

A l'aide d'un voltmètre efficace vrai, branché à la sortie de la détection synchrone, nous avons mesuré un bruit de $5 \text{ nV}/\sqrt{\text{Hz}}$, ce qui est en bon accord avec ce que nous attendions. Compte tenu du rapport de transformation et du facteur de surtension, cela signifie que le bruit ramené à l'entrée du système est de l'ordre de :

$$B_e \approx 8 \cdot 10^{-14} \text{ V}/\sqrt{\text{Hz}}$$

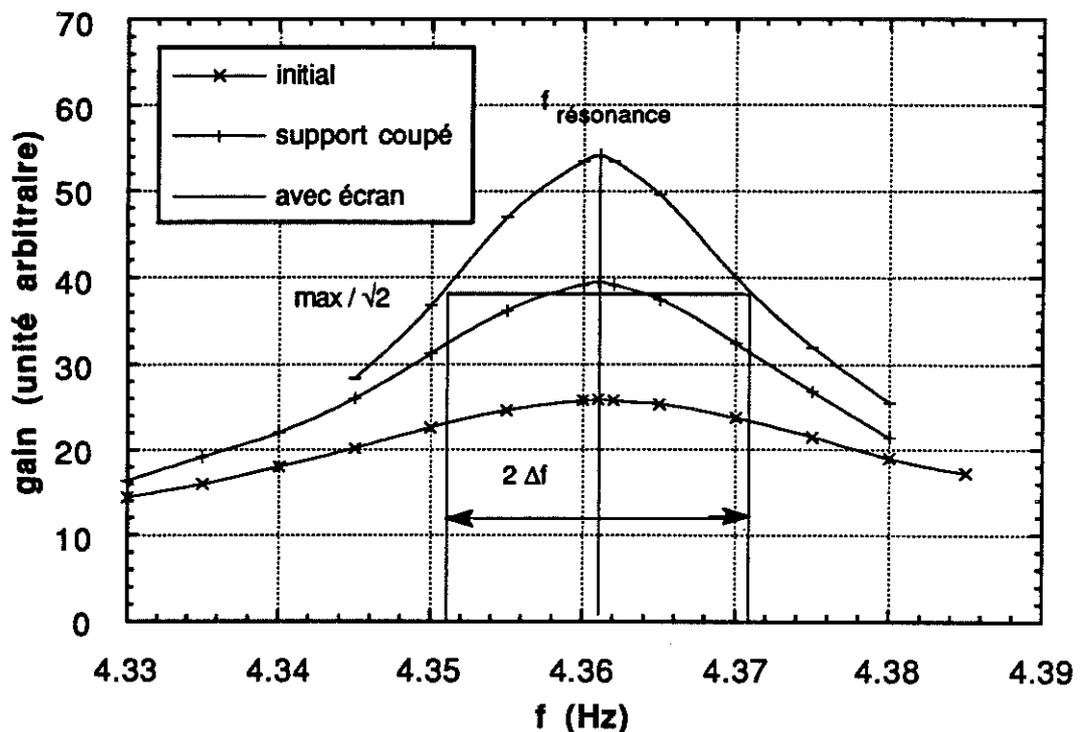


Figure 17: mesure du facteur de surtension.

c) Sensibilité

Nous pouvons relier ce bruit au plus petit moment magnétique que nous pouvons détecter. A cet effet, imaginons un échantillon de moment magnétique M représenté par une boucle circulaire plane de surface s parcouru par un courant i telle que $M = s.i$. Cette boucle est placée au centre d'une des deux demi-bobines de détection. Cette bobine crée une induction B lorsqu'elle est parcourue par un courant I . Le flux créé à travers la boucle par la bobine est :

$$\phi_1 = B.s = mI$$

où m est la mutuelle inductance existant entre la bobine et la spire.

D'autre part, le flux créé par la spire à travers la bobine est :

$$\phi_2 = mi$$

En éliminant m entre ces deux relations, il vient :

$$\phi_2 = \frac{B}{l} s.i = \frac{B}{l} M$$

La tension qui apparaît aux bornes de la bobine vaut alors :

$$e = - \frac{d\phi_2}{dt} = - \frac{B}{l} \frac{dM}{dt} \quad \text{ou} \quad e = -\mu_0 \frac{H}{l} \frac{dM}{dt}$$

$\frac{H}{l}$ est une caractéristique de la bobine de détection. Dans notre cas, $\frac{H}{l} = 240 \text{ Oe/A}$. Si M varie sinusoidalement (réponse à une modulation de température ou de champ magnétique), nous obtenons :

$$M = \sqrt{2} M_{\text{eff}} \cos \omega t \Rightarrow \frac{dM}{dt} = -\sqrt{2} M_{\text{eff}} \sin \omega t \Rightarrow e = \mu_0 \frac{H}{l} \omega \sqrt{2} M_{\text{eff}} \sin \omega t$$

Nous en déduisons que la valeur efficace de la tension vaut :

$$e_{\text{eff}} = \mu_0 \frac{H}{l} \omega M_{\text{eff}} \quad (18)$$

Nous connaissons la tension efficace de bruit. Nous pouvons donc ainsi calculer le plus petit moment magnétique efficace que nous pouvons mesurer en faisant attention au système d'unité employé :

$$M_{\text{eff}} = \frac{8 \cdot 10^{-14} \times 4\pi}{4\pi \cdot 10^{-7} \times 240 \cdot 10^3 \times 26.4} = 1,2 \cdot 10^{-13} \text{ A.m}^2/\sqrt{\text{Hz}}$$

ou

$$M_{\text{eff}} = 1,2 \cdot 10^{-10} \text{ u.e.m.}/\sqrt{\text{Hz}}$$

De la même façon, nous pouvons déterminer une calibration de l'appareil en ramenant la tension mesurée à l'entrée du système, donc en la divisant par n.Q (13) :

$$S = 2,7 \cdot 10^{-2} \text{ u.e.m./V} \quad (\text{à l'entrée du préamplificateur})$$

En fait, cette sensibilité sera à modifier en fonction des pertes engendrées par l'échantillon lui-même. Mais, connaissant la réponse à vide et en présence de l'échantillon, il sera aisé de la modifier. Nous verrons par ailleurs comment il nous a été possible de la vérifier.

CHAPITRE II

ETUDE DU COMPOSE VERRE DE SPIN
CuMn 0,25 % At

II.1 - INTRODUCTION

Tout d'abord essayons de définir ce qu'est un verre de spin. Les systèmes magnétiques montrent différents types d'ordre dépendant de la température, du champ magnétique externe, etc ... Les expérimentateurs identifient usuellement un matériau magnétique comme étant un verre de spin s'il présente les propriétés caractéristiques suivantes :

- La susceptibilité alternative à basse fréquence et faible champ magnétique $\chi_{ac}(T)$ présente un pic à la température critique T_c .
- La chaleur spécifique ne présente pas d'anomalie très marquée.
- En dessous de T_c , la réponse magnétique dépend de l'histoire thermique de l'échantillon : la susceptibilité d'un échantillon refroidi sous champ est plus grande que celle mesurée après un refroidissement en champ nul.
- L'aimantation rémanente décroît en dessous de T_c très lentement avec le temps.
- Des écarts à la loi de Curie sont observés pour des températures T supérieures à la température critique T_c .

D'un point de vue théorique, les verres de spin sont caractérisés par le désordre et la frustration. En dessous de la température critique, les degrés de liberté des moments magnétiques sont gelés. Le champ magnétique et l'agitation thermique ne sont plus capables d'orienter les moments magnétiques. Le désordre est figé et les interactions entre les spins sont en conflit les unes avec les autres, le système est frustré.

Durant les vingt dernières années, de nombreuses équipes expérimentales ou théoriques se sont intéressées aux verres de spin et de nombreux articles de synthèse sont parus ([22] par exemple).

Nous nous sommes intéressés à ce système CuMn 0,25 % At pour continuer un travail commencé il y a quelques années [1]. Or, la faible aimantation de ces alliages dilués a jusqu'à présent limité l'investigation aux champs magnétiques élevés. La grande sensibilité de notre appareillage nous a donc permis d'étudier ce composé présentant une transition verre de spin, dans la zone que nous pouvons exploiter, en faible champ magnétique et près de la température critique.

II.2 - ECHANTILLON

L'échantillon a été élaboré par le service métallurgique du laboratoire à partir de cuivre Asarco 5N contenant moins de 0,5 ppm de fer, et de manganèse Johnson-Matthey 4.5N contenant moins de 5 ppm de fer. L'alliage est fondu au four HF en semi-lévitiation dans un creuset refroidi à l'eau et est obtenu après trois fusions :

- Le cuivre est tout d'abord fondu seul sous vide secondaire pour réaliser un bon dégazage.
- Ensuite, cuivre et manganèse sont fondus sous une pression de 100 Torr d'argon U.
- Enfin, après retournement, l'échantillon est fondu une nouvelle fois et coulé dans un moule centrifugé à 2000 tr/mn. Cette technique permet d'obtenir une grande vitesse de refroidissement, mais elle introduit des dislocations dans l'échantillon, ce qui a pour effet d'élargir la transition (cf. § II.3.1).

A partir du lingot initial de diamètre 7 mm et de longueur 20 mm, l'échantillon est usiné sous la forme de deux parallélépipèdes ($20 \times 5,5 \times 2,5$ mm³), soit au total une masse de 4,920 g, ce qui correspond à $7,7 \cdot 10^{-2}$ mole. La masse molaire est de 63,52 g compte tenu de la concentration en manganèse (0,25 % At). La concentration finale des échantillons est légèrement inférieure à la concentration initiale (quelques %) [23], car il y a une perte lors de la fabrication. Cependant, il est possible de connaître la qualité de l'échantillon en regardant la position et la forme du pic de susceptibilité alternative. D'une part des hétérogénéités trop importantes se traduisent par un pic très arrondi, et d'autre part la position du pic en température permet de déterminer à l'aide de lois d'échelle précédemment établies [24] la concentration en manganèse. Comme nous le verrons un peu plus loin nos résultats sont tout à fait conformes aux études précédentes.

Pour diminuer la concentration des dislocations contenues dans l'échantillon, nous avons fait subir à celui-ci un traitement thermique. Il est remis pendant une heure à 950°C sous une pression de une atmosphère d'un mélange de 2/3 d'argon et de 1/3 d'hydrogène en volume. Il est ensuite refroidi naturellement [25].

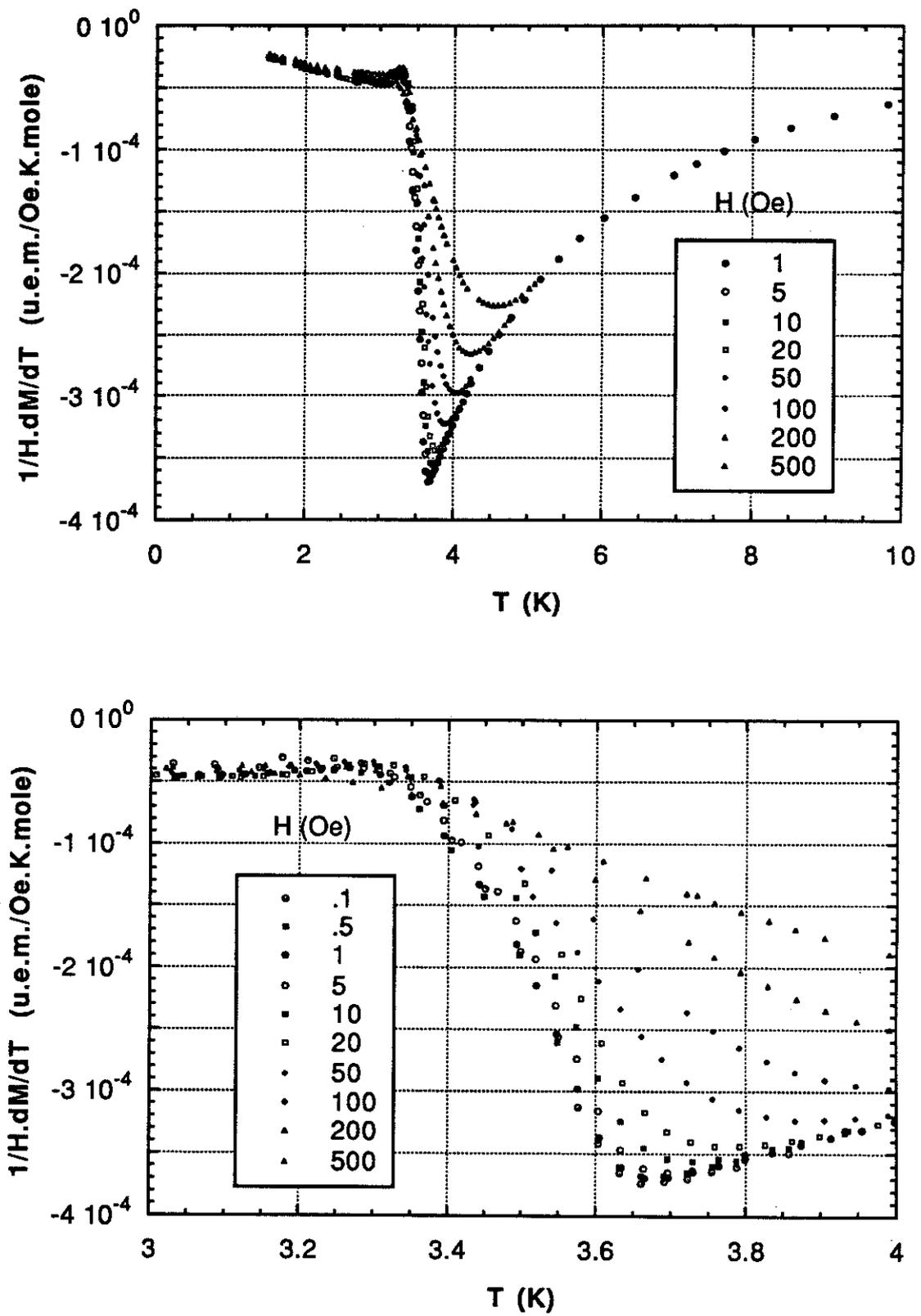


Figure 18: dérivée de l'aimantation en fonction de la température

II.3 - RESULTATS EXPERIMENTAUX

II.3.1 - dM/dT à champ variable

Nous avons reporté sur la figure 18 l'ensemble de nos résultats, soit la variation de dM/dT en fonction de la température pour différents champs magnétiques ($0.1 \text{ Oe} < H < 500 \text{ Oe}$). Afin de pouvoir représenter toutes les courbes, nous les avons normalisées par rapport au champ magnétique appliqué. Dans la phase verre de spin, l'aimantation est fonction de l'histoire magnétique de celui-ci. Par exemple, un échantillon refroidi en champ nul, puis soumis à un champ magnétique, verra son aimantation relaxer vers un état d'équilibre correspondant à l'aimantation obtenue après un refroidissement sous ce même champ magnétique. Aussi, pour éviter tout problème, nous avons effectué toutes nos mesures à l'équilibre, c'est-à-dire que le champ magnétique a toujours été appliqué à haute température, puis l'échantillon est refroidi. Les courbes sont alors réversibles. Pour les plus hautes températures, toutes les valeurs se superposent et suivent une loi quadratique. C'est le régime paramagnétique de Curie. Puis, lors du refroidissement, on s'écarte de ce régime et ceci d'autant plus rapidement que le champ magnétique est faible, pour atteindre un régime à basse température où dM/dT est faible et varie quasiment linéairement avec la température. Cependant, aux champs les plus faibles, la largeur de transition ne semble plus diminuer ($H < 1 \text{ Oe}$). Ceci est peut-être dû aux défauts que contient l'échantillon, dislocations ou défauts relatifs à la distribution aléatoire des atomes de manganèse sur les sites cristallins du cuivre (ségrégation). Nous nous sommes assurés que si la transition ne se resserrait plus en faible champ, cela n'était pas dû à un problème expérimental, en faisant varier l'amplitude de l'oscillation thermique (typiquement $\Delta T/T = \text{quelques } 10^{-3}$), notamment au voisinage de la transition. De plus, les résultats sont identiques avec une masse cinq fois plus faible d'échantillon (figure 19). Il ne s'agit donc pas d'un effet de taille. Sur cette même figure, nous avons également reporté l'effet du traitement thermique.

La quantité dM/dT reste toujours négative, même dans la phase basse température, ce qui signifie que l'aimantation à l'équilibre est légèrement décroissante. Cependant, vers 3,25 K, un petit pic apparaît, celui-ci

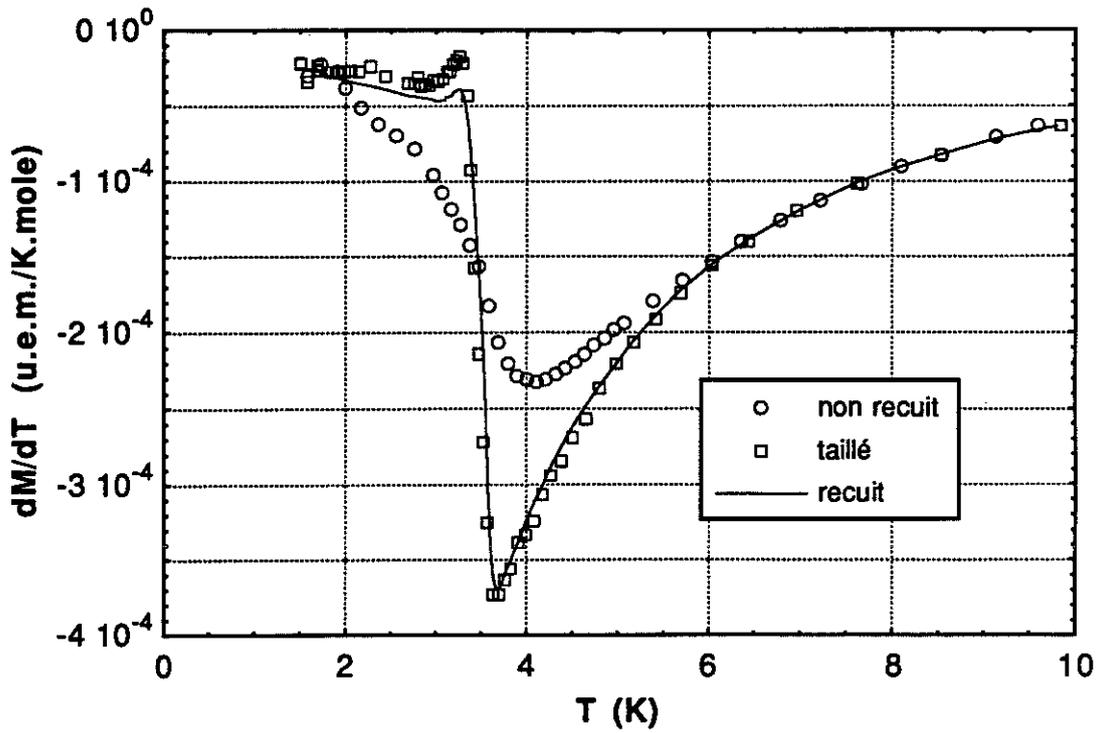


Figure 19: effet de taille et de recuit pour un champ de 10Oe

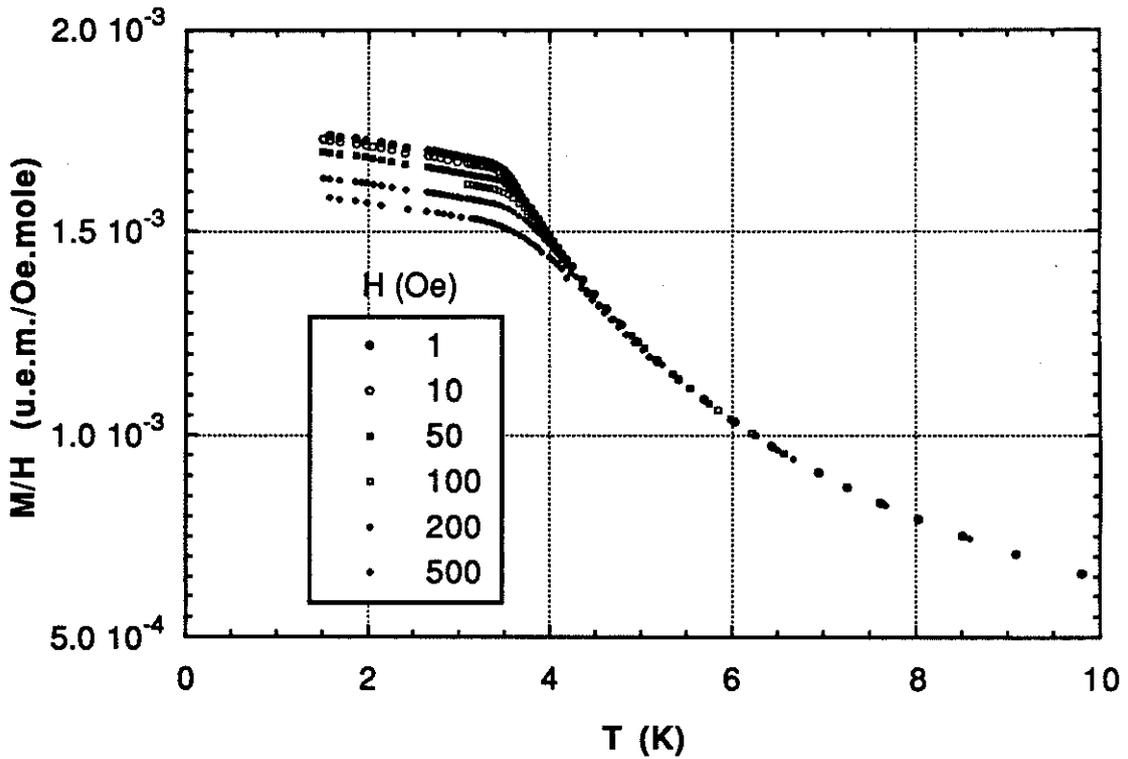


Figure 20: aimantation calculée par intégration

disparaissant lorsque le champ appliqué augmente. A 500 Oe, il a pratiquement disparu.

Si nous intégrons nos résultats en fonction de la température, nous avons accès à l'aimantation statique à l'équilibre de notre échantillon. Nous avons représenté sur la figure 20 la variation de l'aimantation ramenée pour une mole d'échantillon, toujours normalisée par rapport au champ magnétique, en fonction de la température. A haute température, le comportement paramagnétique de Curie-Weiss nous permet de déterminer la constante d'intégration. Dès lors, nous voyons tout l'intérêt de mesurer directement la quantité dM/dT . En effet, si l'aimantation présente une variation très "douce", il n'en est pas de même pour sa dérivée. De plus, pour obtenir la même chose en dérivant mathématiquement l'aimantation mesurée, il faudrait une très grande précision expérimentale, et cela est d'autant plus difficile que le moment magnétique de l'échantillon est faible (environ $1,4 \cdot 10^{-4}$ uem pour un champ de 1 Oe au niveau du plateau).

II.3.2 - dM/dH à champ variable

Comme nous l'avons dit au chapitre I, il nous est possible de mesurer également dM/dH dans notre dispositif expérimental, donc avec la même thermométrie. Pour cela, à température constante nous superposons au champ magnétique statique un petit champ alternatif.

Nous avons représenté sur la figure 21 la variation de la susceptibilité alternative en fonction de la température. Nous observons le pic caractéristique des verres de spin mis en évidence pour la première fois par Cannella [40]. Ici aussi, nous avons vérifié que la position du pic ne bouge pas si nous augmentons l'amplitude des champs statique et alternatif. De la même façon, notre signal est bien proportionnel à l'excitation.

Notre pic de susceptibilité est à $3,53 \pm 0,01$ K, ce qui est en parfait accord avec les études précédentes [1,24] qui ont été faites sur des échantillons de même concentration.

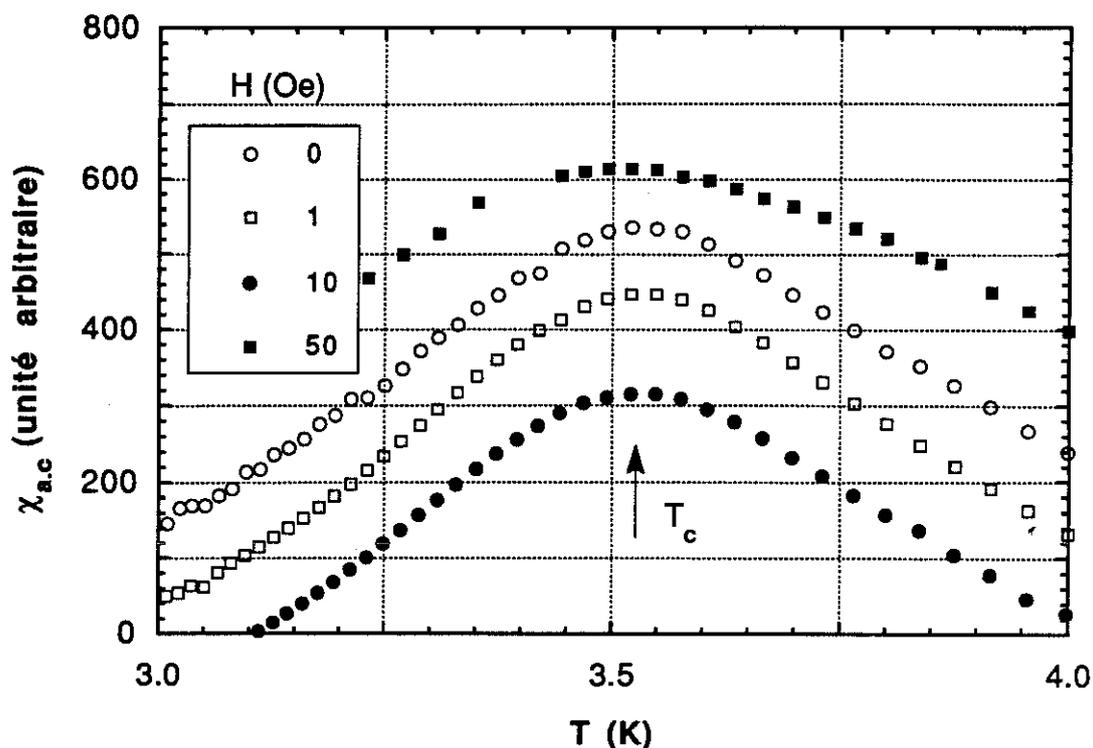


Figure 21: pic de susceptibilité alternative

II.3.3 - Vérification de la loi de Maxwell

Comme nous l'avons déjà dit, ce travail est en fait la continuation d'une étude antérieure du CuMn .25 %At [1] qui a été réalisée en utilisant l'effet magnétocalorique, qui est un procédé efficace pour étudier des transitions magnétiques. Notamment, P. WEISS l'a utilisé en 1917 pour étudier des transitions ferromagnétiques.

Mais qu'est-ce que l'effet magnétocalorique ?

Imaginons un système thermodynamique à l'équilibre, isolé thermiquement, soumis à une variation de champ magnétique ΔH . L'effet magnétocalorique se traduit alors par une variation de température ΔT .

En thermodynamique, un gaz est décrit par des fonctions d'états des variables pression, volume, température (P, V, T) qui sont l'énergie interne U, l'enthalpie E, l'énergie libre ou potentiel d'Helmoltz F, l'enthalpie libre ou

potentiel de Gibbs G. De la même façon, un système magnétique est décrit à l'aide de ces mêmes fonctions, mais cette fois, les variables sont la température, le champ magnétique et l'aimantation (T, H, M). Les fonctions d'états s'écrivent alors en fonction de l'énergie interne U(T,H,M) :

$$E = U - HM$$

$$F = U - TS$$

$$G = U - HM - TS \quad \text{où } S \text{ est l'entropie du système.}$$

Si nous différencions ces expressions, nous obtenons :

$$dU = TdS + HdM$$

$$dE = TdS - MdH$$

$$dF = -SdT + HdM$$

$$dG = -SdT - MdH$$

Considérons maintenant plus particulièrement l'enthalpie libre G. Les fonctions d'états étant des différentielles totales exactes, on peut écrire :

$$\left(\frac{\partial G}{\partial T}\right)_H = -S \quad \text{et} \quad \left(\frac{\partial G}{\partial H}\right)_T = -M$$

De plus,

$$\frac{\partial^2 G}{\partial T \partial H} = \frac{\partial^2 G}{\partial H \partial T} \quad \Rightarrow \quad \boxed{\left(\frac{\partial S}{\partial H}\right)_T = \left(\frac{\partial M}{\partial T}\right)_H} \quad \text{relation de Maxwell}$$

La différentielle totale de l'entropie s'écrit :

$$dS = \left(\frac{\partial S}{\partial H}\right)_T dH + \left(\frac{\partial S}{\partial T}\right)_H dT$$

Or, notre système est isolé thermiquement. Il n'y a pas d'échange de chaleur avec l'extérieur, donc $dS = 0$.

$$\left(\frac{\partial S}{\partial H}\right)_T = -\left(\frac{\partial S}{\partial T}\right)_H \frac{dT}{dH}$$

Comme pour un gaz, on peut définir pour le système magnétique une chaleur spécifique à champ constant :

$$C_H = T \left(\frac{\partial S}{\partial T} \right)_H$$

Nous obtenons ainsi la relation de l'effet magnétocalorique :

$$\boxed{\left(\frac{\partial M}{\partial T} \right)_H = - \frac{C_H}{T} \frac{dT}{dH}} \quad (19)$$

Il apparaît donc que, si la réponse thermique d'un système à une sollicitation de champ magnétique est connue, la quantité $\left(\frac{\partial M}{\partial T} \right)_H$ est accessible via une des relations de Maxwell. Il nous est donc apparu intéressant de vérifier cette relation.

Mais comment procéder ? Car, d'une part notre échantillon n'est pas en situation adiabatique et, d'autre part, nous ne connaissons pas le terme C_H qui représente la chaleur spécifique sous champ de l'ensemble échantillon et porte-échantillon.

A la première remarque, nous pouvons répondre que la constante de temps thermique est suffisamment grande ($\omega\tau > 30$) devant la période de l'oscillation thermique. Notre échantillon est donc en situation quasi-adiabatique. Pour ce qui concerne la deuxième, remarquons que le terme $C_H dT$ est en fait une énergie et qu'il suffit de connaître la puissance nécessaire qu'il faut fournir au système pour produire le même dT pour y avoir accès.

La procédure expérimentale est la suivante :

- Nous appliquons le champ magnétique statique H et le champ magnétique alternatif ΔH , à haute température.
- Pour différentes températures T , nous mesurons l'oscillation de température ΔT due à l'effet magnétocalorique (figure 22).

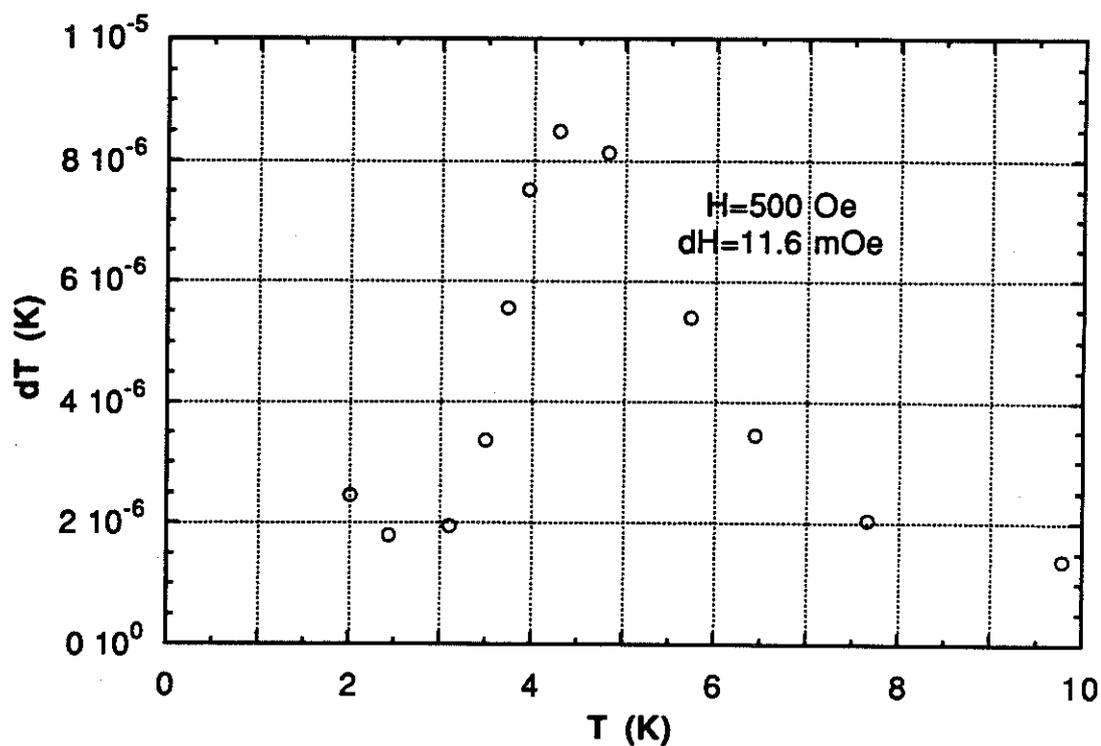


Figure 22: oscillation de température obtenue par effet magnétocalorique

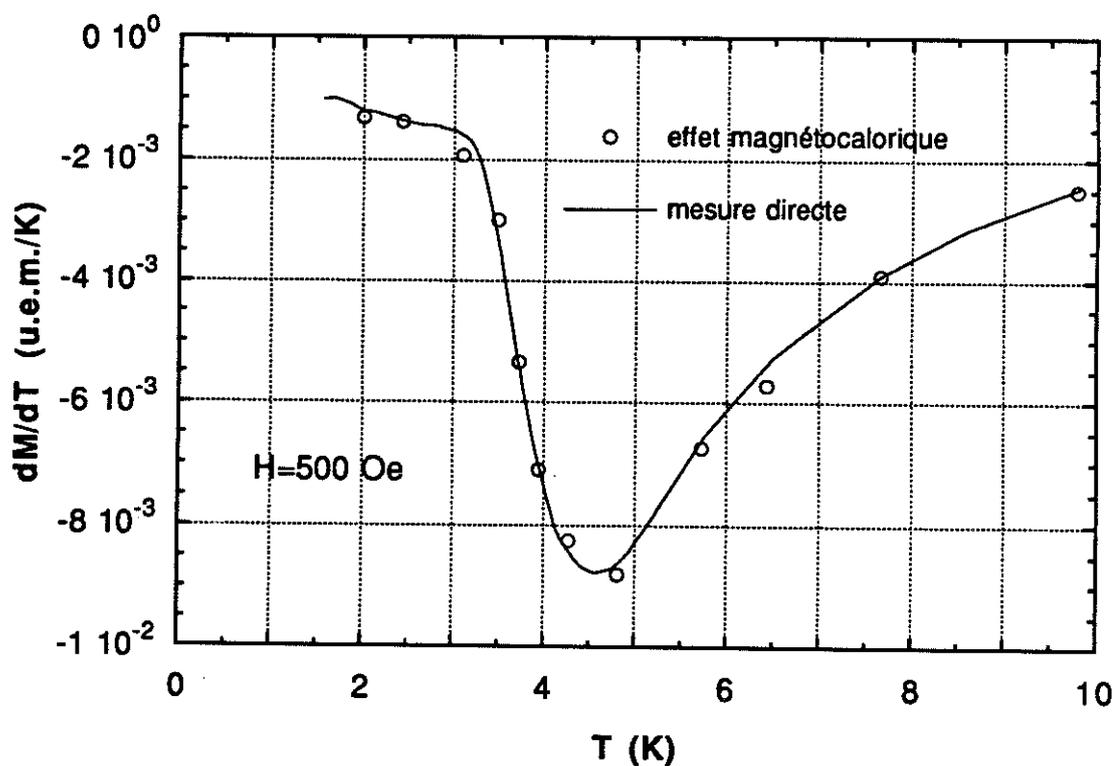


Figure 23: comparaison entre l'effet magnétocalorique et la mesure directe

- Pour chaque ΔT mesuré, nous déterminons la puissance alternative qu'il faut pour créer la même oscillation de température en l'absence de modulation de champ ΔH (accès au terme $C_H \Delta T$).

Ayant auparavant mesuré $\left. \frac{dM}{dT} \right|_H$ directement, nous pouvons maintenant comparer les deux membres de la relation de l'effet magnétocalorique.

$$\left. \frac{dM}{dT} \right|_H = - \frac{C_H}{T} \frac{dT}{dH}$$

Nous n'avons pu faire que des mesures sous un champ de 500 Oe avec une oscillation de 11,6 mOe d'amplitude. En effet, pour des champs plus petits, l'amplitude du ΔT alternatif devient trop faible et difficilement mesurable (Figure 22). Nous voyons là une limitation expérimentale à l'effet magnétocalorique. Nous avons représenté sur la Figure 23 la comparaison des deux membres de l'égalité, mesurés de façon indépendante. Nous constatons l'excellent accord entre les deux déterminations. Nous pouvons dire que la relation de Maxwell est vérifiée non seulement dans la phase paramagnétique, mais également dans la phase verre de spin.

La détermination $-\frac{C_H}{T} \frac{dT}{dH}$ est de plus une mesure absolue de $\frac{dM}{dT}$. Cela nous permet de vérifier la calibration de notre appareillage.

II.4 - ANALYSE DES RESULTATS

II.4.1 - Transition du second ordre [26]

P. Ehrenfest généralisa le premier en 1933 le concept de changement de phase. Considérant le potentiel thermodynamique $G = U - TS + PV$, il proposa d'appeler transitions du premier ordre les transitions s'accompagnant de discontinuité dans les grandeurs physiques, comme l'entropie, qui sont reliées à des dérivées premières du potentiel thermodynamique et transitions du deuxième ordre des transitions s'accompagnant de discontinuités dans les grandeurs physiques, comme la chaleur spécifique, qui sont reliées à des dérivées secondes du potentiel thermodynamique, les dérivées premières étant continues. Cette classification est un premier effort de synthèse. Elle permet de rapprocher des phénomènes aussi différents que le passage du paramagnétisme au ferromagnétisme,

l'apparition de l'ordre dans le laiton, ou la transformation de l'hélium en liquide superfluide. Toutefois, dans le cas des transitions du second ordre, Ehrenfest signale "qu'il semble correct de parler du passage d'une phase à l'autre, mais il n'est pas possible d'observer ces deux phases en présence l'une de l'autre". Cette particularité méritait d'être éclaircie.

En 1937, Landau [27], qui remarqua que le passage d'une phase à l'autre lors d'une transition sans chaleur latente s'accompagnait d'un changement de symétrie, introduit la notion de paramètre d'ordre. Cette grandeur physique de caractère extensif est nulle dans la phase la plus symétrique et non nulle dans l'autre. La symétrie est brisée lors du changement de phase.

Cette notion de paramètre d'ordre permet de classer les transitions de la manière suivante :

- 1°) Les transitions sans paramètre d'ordre pour lesquelles les groupes de symétrie des deux phases sont tels qu'aucun n'est strictement inclus dans l'autre. Ces transitions sont toujours du premier ordre au sens d'Ehrenfest.
- 2°) Les transitions avec paramètre d'ordre pour lesquelles le groupe de symétrie de la phase la moins symétrique est un sous-groupe du groupe de symétrie de la phase la plus symétrique. Si le paramètre d'ordre est discontinu au point de transition, la transition est dite du premier ordre ; si au contraire le paramètre d'ordre est continu, la transition est du second ordre.

II.4.2 - Exposants critiques et lois d'échelle

Afin de décrire le comportement des grandeurs physiques singulières au voisinage de la température de transition, on a pris l'habitude de les représenter par une puissance de $|T-T_c|$. Chaque grandeur est ainsi caractérisée par un exposant critique. Si on choisit comme variable l'écart de température $t = T - T_c$ et le champ h conjugué du paramètre d'ordre q , le point de transition est défini par $t = 0$ et $h = 0$. Etant donnée une grandeur physique g , on lui associe en général trois exposants critiques λ , λ' et λ_0 . Chacun de

ces exposants correspondent à une manière particulière de s'approcher du point de transition.

$$\begin{array}{llll}
 g \sim t^\lambda & \text{si} & t > 0 & \text{et} & h = 0 \\
 g \sim (-t)^{\lambda'} & \text{si} & t < 0 & \text{et} & h = 0 \\
 g \sim h^{\lambda_0} & \text{si} & t = 0 & \text{et} & h > 0
 \end{array}$$

Dans les années 60, Fisher [28] proposa une nomenclature des exposants critiques (Table 4).

Grandeurs physiques	Exposants	Définitions	Conditions
Chaleur spécifique à champ constant	α α' α_0	$C_h \sim t^{-\alpha}$ $C_h \sim (-t)^{-\alpha'}$ $C_h \sim h^{-\alpha_0}$	$t > 0, h = 0$ $t < 0, h = 0$ $t = 0, h > 0$
Paramètre d'ordre	β δ	$q \sim (-t)^\beta$ $q \sim h^{1/\delta}$	$t < 0, h = 0$ $t = 0, h > 0$
Susceptibilité isotherme	γ γ'	$\chi_T \sim t^{-\gamma}$ $\chi_T \sim (-t)^{-\gamma'}$	$t > 0, h = 0$ $t < 0, h = 0$
Longueur de corrélation	ν ν' ν_0	$\xi \sim t^{-\nu}$ $\xi \sim (-t)^{-\nu'}$ $\xi \sim h^{-\nu_0}$	$t > 0, h = 0$ $t < 0, h = 0$ $t = 0, h > 0$
Fonction de corrélation	η	$g(R) \sim R^{-(d-2+\eta)}$	$t = 0, h = 0$ $d = \text{dimensionnalité}$

Table 4 : Exposants critiques

Différents auteurs ont ensuite montré qu'il existait des inégalités entre les exposants critiques. Par exemple :

$$\text{Rushbrooke : } \alpha' + 2\beta + \gamma \geq 2 \quad [29]$$

$$\text{Coopersmith : } \alpha_0 + 2\varepsilon - \frac{1}{\delta} \geq 1 \text{ avec } S \sim h^\varepsilon \quad [30]$$

$$\text{Griffiths : } \alpha' + \beta(1+\delta) \geq 2 \quad [31]$$

$$\text{Fisher : } (2 - \eta)^\nu \geq \gamma \quad [32]$$

Cependant, les résultats tant théoriques qu'expérimentaux montrent que ces inégalités se réduisent fréquemment à des égalités. Il est possible d'interpréter ce fait si on admet qu'au voisinage d'un point de transition du deuxième ordre certaines fonctions thermodynamiques satisfont à des propriétés d'homogénéité. L'ensemble de ces égalités constitue les lois d'échelle.

Une fonction $f(x_1, x_2, \dots, x_n)$ est dite homogène généralisée de degré p si quel que soit λ , on a :

$$f(\lambda^{a_1}x_1, \lambda^{a_2}x_2, \dots, \lambda^{a_n}x_n) = \lambda^p f(x_1, x_2, \dots, x_n).$$

De plus, en dérivant par rapport à λ et en faisant ensuite $\lambda = 1$, on obtient la relation d'Euler :

$$\sum_{i=1}^n a_i x_i \frac{\partial f}{\partial x_i} = p f(x_1, x_2, \dots, x_n)$$

En admettant qu'au voisinage d'un point de transition du second ordre l'énergie libre contient une partie singulière qui est une fonction homogène généralisée de l'écart de température t et du paramètre d'ordre q , Widom [33] propose comme énergie libre :

$$F(\lambda t, \lambda^\beta q) = \lambda^{2-\alpha} F(t, q)$$

En utilisant les propriétés des fonctions homogènes généralisées, il montre que :

$$\begin{cases} \alpha + 2\beta + \gamma = 2 \\ \beta(\delta - 1) = \gamma \end{cases}$$

Il en déduit également au voisinage du point de transition ($t = 0$, $h = 0$) une équation d'état pour le paramètre d'ordre :

$$q = |t|^\beta f\left(\pm \frac{h}{|t|^{\gamma+\beta}}\right) \text{ avec } \begin{cases} - & \text{pour } t < 0 \\ + & \text{pour } t > 0 \end{cases}$$

II.4.3 - Modèle utilisé

Pour analyser nos résultats, nous avons utilisé la théorie phénoménologique proposée par Masuo Suzuki [34]. A partir des papiers originaux de Edwards et Anderson [35] et de Sherrington et Kirkpatrick [36], il a calculé en utilisant la méthode des répliques l'énergie libre d'un système magnétique de n spins d'Ising pouvant prendre les valeurs ± 1 . L'hamiltonien qui décrit le système est le suivant :

$$\mathcal{H} = - \sum_{ij} S_i S_j J_{ij} \text{ avec } S_i = \pm 1$$

où J_{ij} représente l'interaction d'échange sur chaque liaison (ij). Par hypothèse, ces interactions sont des variables aléatoires indépendantes. Cet hamiltonien, proposé par Anderson, contient les deux ingrédients essentiels caractérisant les verres de spin : la frustration et le désordre. Pour accéder à l'énergie libre du système, il faut calculer la fonction de partition du système. Pour cela, on effectue d'abord une moyenne thermodynamique sur les spins (à distribution J_{ij} donnée), puis une moyenne sur le désordre des interactions. Il faut donc calculer $\overline{\text{Log}Z}$ où $Z(ij) = \text{Tr}_{(S_i)} e^{-\beta \mathcal{H}}$ (la barre signifiant une moyenne sur la distribution des J_{ij}). Pour calculer $\overline{\text{Log}Z}$, l'astuce dite des répliques est employée :

$$\overline{\text{Log}Z} = \lim_{n \rightarrow 0} \frac{\overline{Z^n - 1}}{n}$$

Dans la solution originelle de Sherrington et Kirkpatrick, où les répliques étaient indiscernables, la solution du problème conduisait à basse température à une entropie négative. Pour lever ce problème, différents auteurs ont alors introduit des concepts nouveaux comme :

- la brisure de la symétrie des répliques [37]
- violation de la réponse linéaire [38]
- plateau de l'aimantation basse température ou projection de Parisi-Toulouse [39].

Cette théorie de champ moyen des verres de spin (modèle à liaisons aléatoires de portée infinie) propose une transition de phase à la température critique T_c et suggère pour l'aimantation les expressions suivantes :

$$M(H,T) = \underbrace{\chi_0(T)H}_{M_{\text{reg}}} - \underbrace{a(T)H^3}_{M_{\text{sing}}} + O(H^5) \quad \text{pour } T > T_c$$

où la susceptibilité $\chi_0(T)$ varie continûment avec la température et le coefficient $a(T)$ diverge, lorsque T tend vers T_c

$$a(T) \sim (T-T_c)^{-\gamma}$$

$$M(H) \sim \chi_0 H - bH^{1+2/\delta} + \dots \quad \text{pour } T = T_c$$

Ce développement en puissance impaire du champ de l'aimantation implique une singularité analytique pour $H = 0$, $T = T_c$ et une saturation de l'aimantation, ce qui entraîne l'arrondissement rapide avec le champ du pic de susceptibilité alternative découvert par Cannella et Mydosh [40]. Le terme linéaire en champ ne diverge pas à T_c et traduit en fait le comportement paramagnétique pour $T \gg T_c$. La divergence n'apparaît que dans les termes d'ordre plus élevé du développement de l'aimantation. Si la transition existe, cette aimantation singulière (par opposition à l'aimantation régulière paramagnétique) doit obéir à une loi universelle. La loi proposée par Suzuki est la suivante :

$$M_{\text{sing}}(T,H) \approx (T-T_c)^\beta \text{HG}\left(\frac{H^2}{(T-T_c)^{\gamma+\beta}}\right) \quad (20)$$

où G est une fonction homogène généralisée appropriée. Les exposants qui apparaissent étant ceux décrits au paragraphe précédent, il s'ensuit que la chaleur spécifique, l'aimantation singulière et le paramètre d'ordre ont le comportement décrit dans le tableau 4 et que les différents exposants

($\alpha, \beta, \gamma, \delta, \dots$) sont reliés entre eux par la thermodynamique qui nous donne les lois d'échelles :

$$\begin{cases} \alpha + 2\beta + \gamma = 2 \\ \gamma = \beta(\delta - 1) \end{cases}$$

La théorie de champ moyen prévoit :

$$\begin{aligned} \gamma &= 1 & \delta &= 2 \\ \beta &= 1 \text{ et } \alpha &= -1 \end{aligned}$$

II.4.4 - Détermination des exposants critiques

a) $T > T_c$

Comme nous venons de le voir, au voisinage de la température critique, l'aimantation est la somme de deux termes, une partie régulière qui varie continûment avec la température et une partie singulière qui diverge pour $T = T_c$. La partie régulière traduit le comportement paramagnétique du CuMn. Nous pouvons écrire que cette aimantation suit une loi de Curie-Weiss.

$$M(T, H) = \frac{C}{T - \theta} H$$

En fait, nous avons accès à la dérivée de l'aimantation par rapport à la température. Nous mesurons donc la quantité négative :

$$\frac{dM}{dT} (H, T) = \frac{-C}{(T - \theta)^2} H$$

Sur la figure (24), nous avons reporté la quantité $(-1/H \cdot dM/dT)^{-1/2}$. Pour $T \gg T_c$, nous obtenons des droites parfaitement confondues. La pente nous donne la quantité $\frac{1}{\sqrt{C}}$ et l'abscisse à l'origine la température de Curie-Weiss.

$$\begin{cases} C = 6,84 \cdot 10^{-3} \text{ uem.K/mole} \\ \theta = -0,60 \pm 0.01 \text{ K} \end{cases}$$

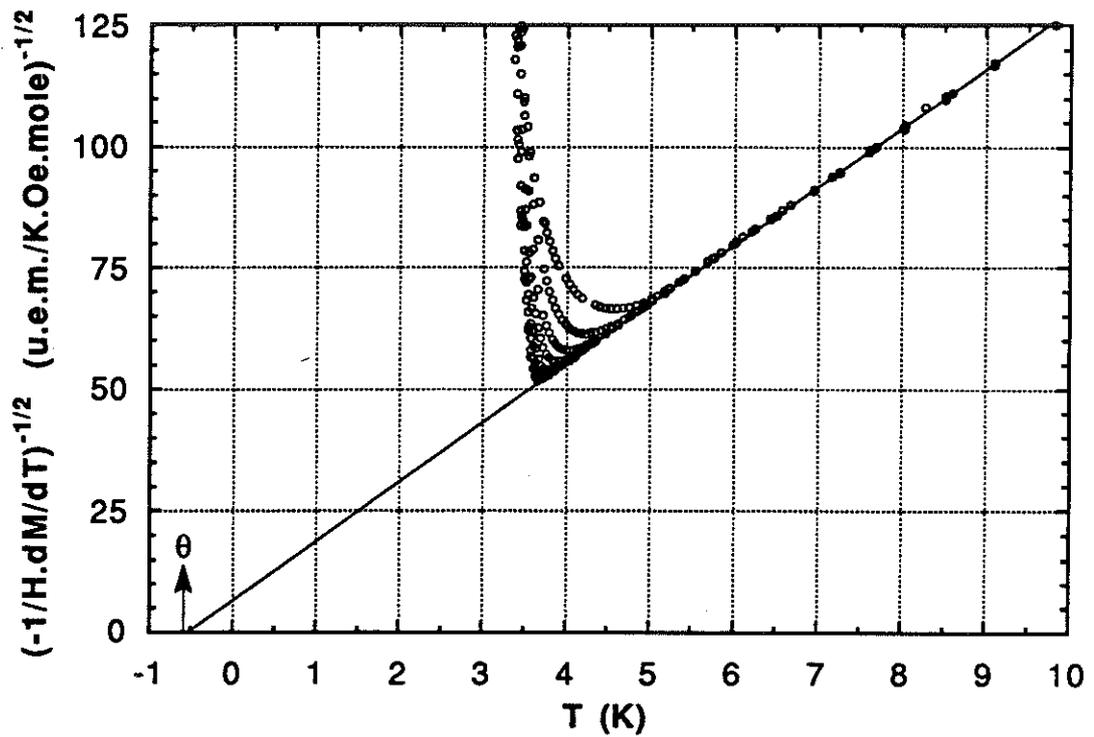


Figure 24: détermination de la loi de Curie-Weiss

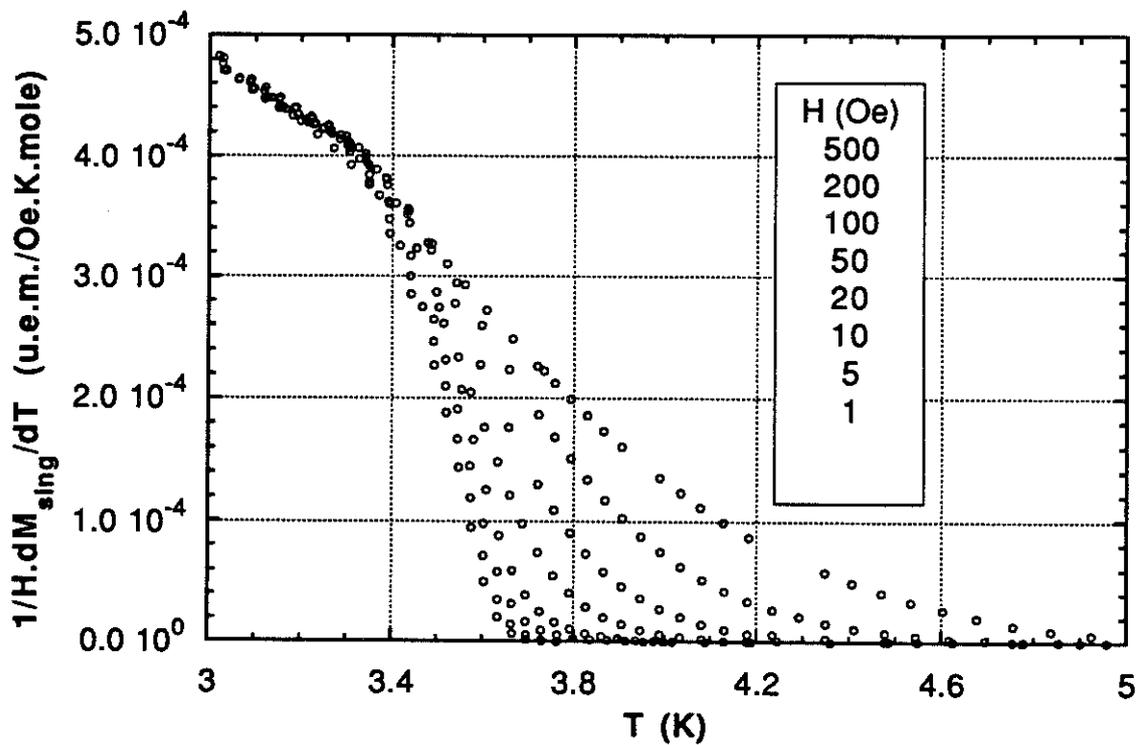


Figure 25: variation de la dérivée de l'aimantation singulière

La température de Curie-Weiss est légèrement négative, traduisant des interactions antiferromagnétiques entre les atomes de manganèse. De la constante de Curie, nous pouvons déduire le moment effectif porté par un atome de manganèse sachant que la concentration est de 0,25 % At.

$$C = \frac{N\mu^2}{3 k_B} \Rightarrow \mu = 4,7 \mu_B$$

Ces résultats sont concordants avec des déterminations antérieures [41]. Connaissant la contribution paramagnétique haute température, nous pouvons accéder à la dérivée par rapport à la température de l'aimantation singulière (Fig. 25).

$$\frac{1}{H} \frac{dM_{\text{sing}}}{dT} = \frac{1}{H} \frac{dM_{\text{mesuré}}}{HdT} + \frac{C}{(T-\theta)^2}$$

Exprimons à l'aide de la relation proposée par Suzuki cette quantité :

$$M_{\text{sing}}(T,H) \sim (T-T_c)^\beta H G(x)$$

$$\text{avec } x = \frac{H^2}{(T-T_c)^{\beta+\gamma}}$$

au voisinage de x petit $G(x) = -ax + bx^2 + 0(x^3)$ en se limitant au terme de premier ordre, l'aimantation singulière s'écrit :

$$M_{\text{sing}}(T,H) = - \frac{aH^3}{(T-T_c)^\gamma}$$

et, par suite

$$\boxed{\frac{1}{H} \frac{dM_{\text{sing}}(T,H)}{dT} = \frac{\gamma a H^2}{(T-T_c)^{\gamma+1}}} \quad (21)$$

Essayons maintenant de déterminer γ et T_c . Pour cela, nous nous plaçons au minimum des courbes $\frac{dM}{dT}$ pour les différents champs magnétiques. En ce point, nous pouvons écrire que $\frac{d^2M}{dT^2} = 0$.

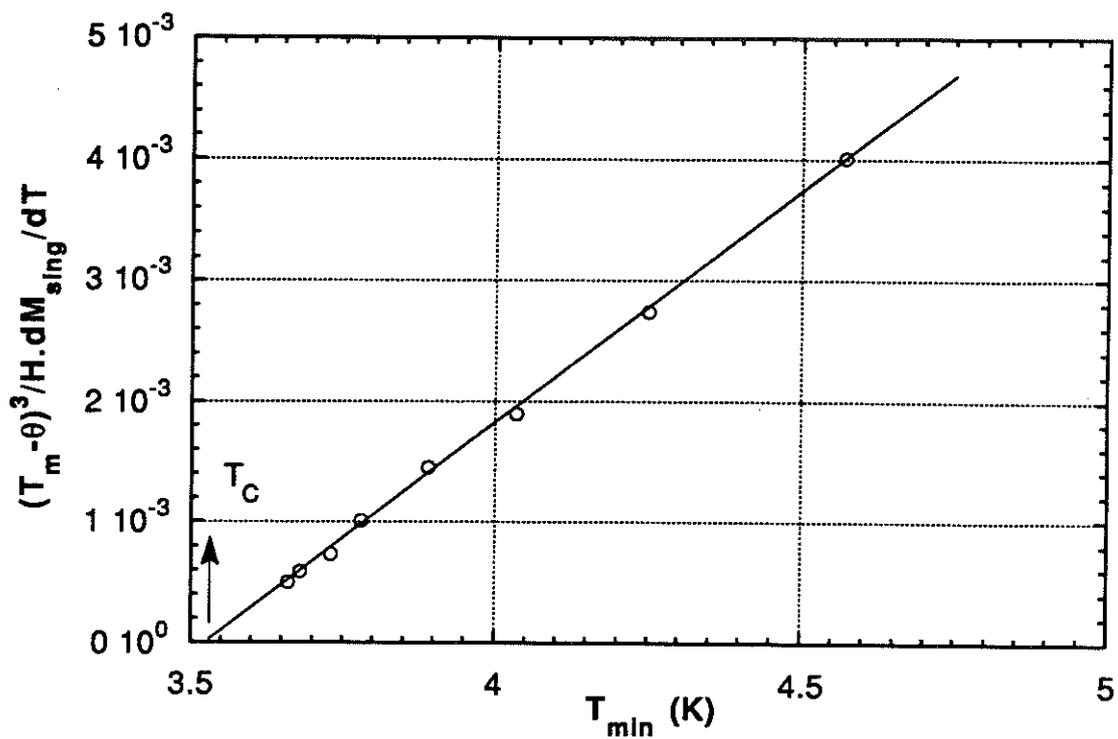


Figure 26: détermination de la température critique

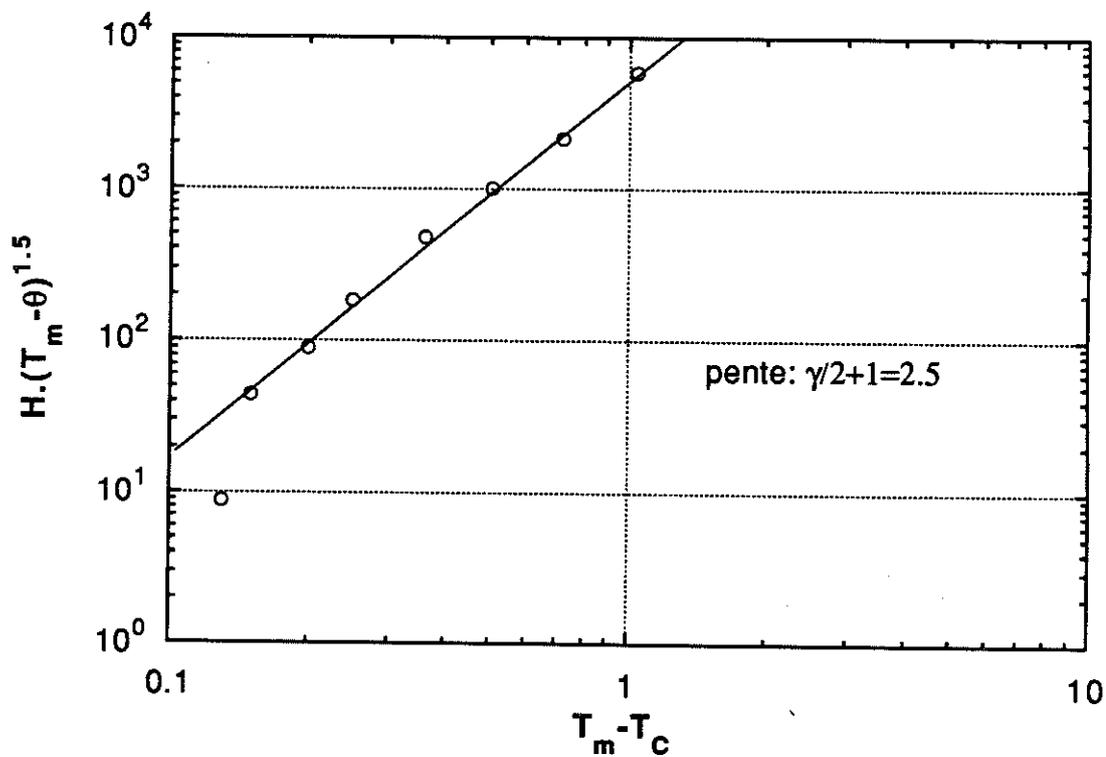


Figure 27: détermination de $\gamma/2 + 1$

$$M = \frac{CH}{T-\theta} - \frac{aH^3}{(T-T_c)^\gamma}$$

$$\frac{dM}{dT} = \frac{-CH}{(T-\theta)^2} + \frac{\gamma aH^3}{(T-T_c)^{\gamma+1}}$$

$$\frac{d^2M}{dT^2} = \frac{2CH}{(T-\theta)^3} - \frac{(\gamma+1)\gamma aH^3}{(T-T_c)^{\gamma+2}}$$

Cette quantité s'annule pour la température du minimum T_m . Nous en déduisons alors que

$$(\gamma+1)\gamma a H^2(T_m-\theta)^3 = 2C(T_m-T_c)^{\gamma+2} \quad (22)$$

A la température T_m , nous avons donc une relation entre H et T_m . En injectant cette relation dans l'équation (21), nous déduisons deux relations :

$$\left. \frac{dM_{\text{sing}}}{dT} \right|_{T_m} \sim \frac{(T_m-T_c)^{\frac{\gamma}{2}+2}}{(T_m-\theta)^{4.5}} \quad (23)$$

$$\left. \frac{1}{H} \frac{dM_{\text{sing}}}{dT} \right|_{T_m} \sim \frac{T_m-T_c}{(T_m-\theta)^3} \quad (24)$$

Cette dernière relation est très intéressante car nous remarquons que l'exposant γ a disparu, cela signifie que nous pouvons déterminer T_c dans un diagramme linéaire (fig. 26). La température $T_c = 3,53 \pm 0,01$ K est en très bon accord avec la température du pic de susceptibilité alternative (§ II.3.2). Ceci est normal car nos mesures sont faites à basse fréquence et en faible champ.

Connaissant T_c , nous pouvons maintenant déterminer l'exposant γ à l'aide des relations (22) et (23). Sur les figures 27 et 28, nous avons reporté les quantités $H(T_m-\theta)^{1.5}$ et $(T_m-\theta)^{4.5} \frac{dM_{\text{sing}}}{dT}$ en fonction de (T_m-T_c) dans un diagramme logarithmique. La pente des droites nous donne respectivement $(\frac{\gamma}{2} + 1) = 2,5$ et $(\frac{\gamma}{2} + 2) = 3,5$. Nous en déduisons que $\gamma = 3 \pm 0,1$.

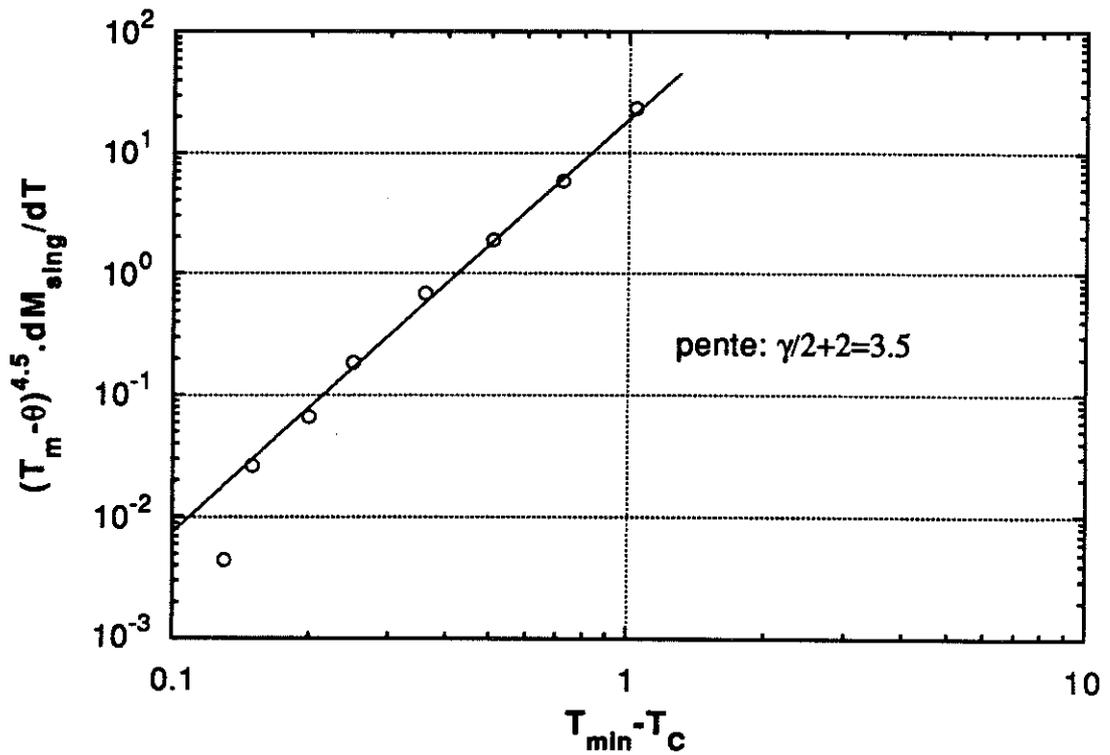
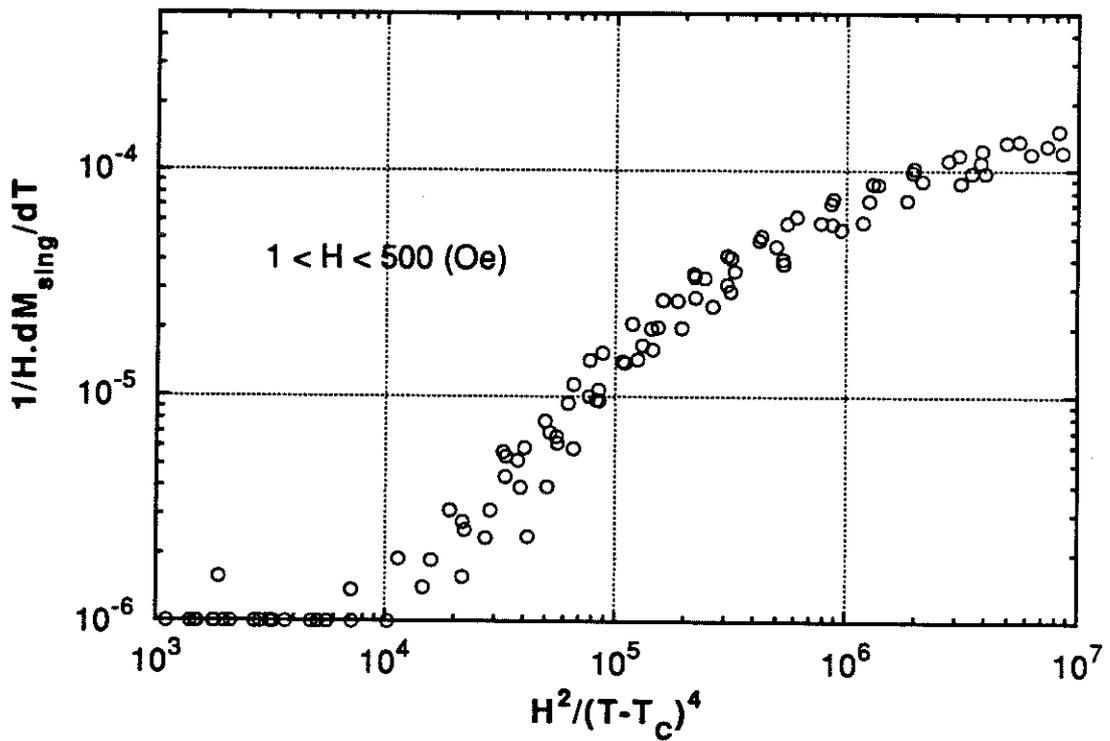
Figure 28: détermination de $\gamma/2+2$ 

Figure 29: loi universelle de scaling

Remarque : Au faible champ, les points s'écartent un peu. Cela est dû au fait qu'en bas champ la transition ne se resserre plus.

Connaissant γ et T_c , nous pouvons maintenant tracer la loi universelle qui régit l'aimantation singulière (figure 29).

$$\frac{1}{H} \frac{dM_{\text{sing}}}{dT} \propto \frac{H^2}{(T-T_c)^{\gamma+1}}$$

Nous notons qu'il existe donc bien une loi de scaling qui décrit l'aimantation de ce composé verre de spin au-dessus de sa température de transition.

b) $T = T_c$

A la transition, l'aimantation s'écrit (§ II.4.3)

$$M(H) \sim \chi_0 H - bH^{1+2/\delta} + \dots$$

A partir des courbes d'aimantation que nous avons obtenues par intégration d'une part, et en soustrayant la contribution paramagnétique, nous avons accès à la variation de l'aimantation singulière à la transition.

$$\frac{1}{H} M_{\text{sing}}(H) \sim H^{2/\delta} \quad \text{pour } T = T_c$$

Nous avons donc reporté cette quantité en fonction du champ magnétique (figure 30) dans un diagramme logarithmique. Nous en déduisons un exposant :

$$\delta = 4 \pm 0,1$$

c) $T < T_c$

En dessous de la transition, l'aimantation de la phase verre de spin est régit par le paramètre d'ordre q . Ce paramètre d'ordre est souvent noté q_{EA} car introduit par Edwards et Anderson [35]

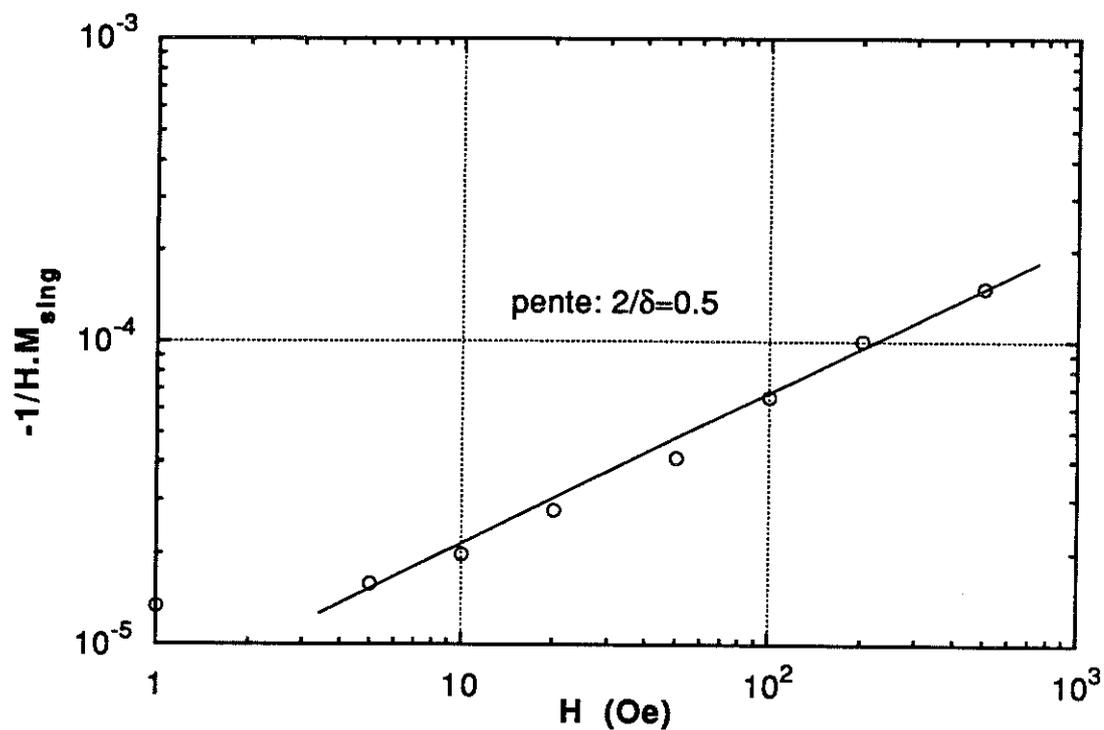


Figure 30: détermination de l'exposant δ

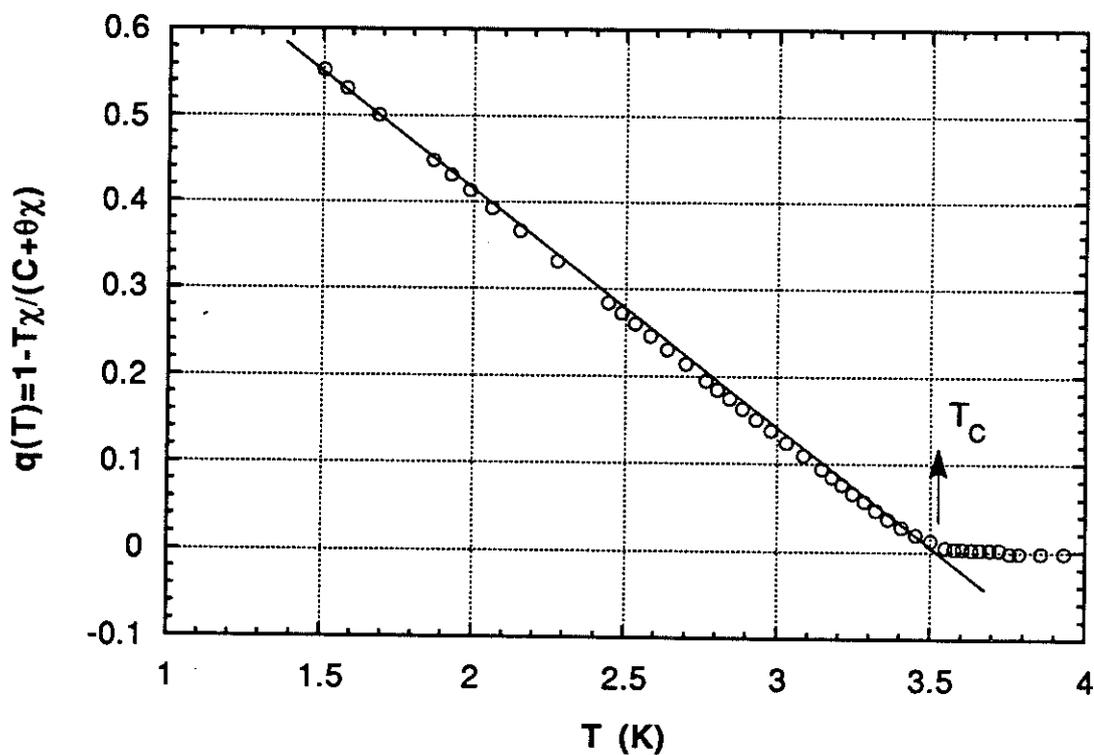


Figure 31: détermination de l'exposant du paramètre d'ordre

$$q_{EA} \overline{\langle S_i S_j \rangle}$$

$\langle \quad \rangle$ moyenne thermodynamique, $\overline{\quad}$ moyenne sur le désordre.
La susceptibilité magnétique en champ nul est alors donnée par [42] :

$$\chi(T) = \frac{C[1-q(T)]}{T-\theta[1-q(T)]}$$

C : constante de Curie ; θ : température de Curie-Weiss.
Le paramètre s'écrit alors :

$$q(T) = 1 - \frac{T\chi(T)}{C+\theta\chi(T)}$$

Sur la figure 31, nous avons représenté la variation de cette quantité en fonction de la température dans un diagramme linéaire pour nos valeurs mesurées en champ faible ($H = 0,1$ Oe), $\chi(T)$ étant déterminé à partir de notre réseau de courbes intégrées. La variation du paramètre d'ordre est linéaire et s'annule pour $T_c = 3.53$ K. Nous confirmons ainsi la température de transition et vérifions que

$$q \sim (T_c - T)^\beta \quad \text{avec} \quad \beta = 1$$

d) Lois d'échelle

Connaissant les trois exposants γ , β , δ , nous voyons que la loi $\gamma = \beta(\delta-1)$ est bien vérifiée. D'autre part, en utilisant la deuxième loi : $\alpha+2\beta+\gamma = 2$, l'exposant α caractérisant le comportement de la chaleur spécifique ($C \sim (T-T_c)^{-\alpha}$ pour $T > T_c$) vaut -3. Cette valeur élevée explique pourquoi on n'observe pas d'accident sur la chaleur spécifique des verres de spin [43].

II.4.5 - Ligne de transition de phase

Dans la littérature, il apparaît deux types de lignes de transition :

- La ligne de Almeida-Thouless (AT) [37], qui caractérise l'arrivée de la brisure de symétrie des répliques. L'équation de cette ligne est :

$$h^{2/3} = \left(\frac{4}{3}\right)^{1/3} \left(1 - \frac{T_c(H)}{T_c(0)}\right) \quad \text{avec } h = \mu_{\text{eff}}H/k_B T_c(0)$$

- La ligne de Gabay-Toulouse (GT) [44], qui correspond au gel des composantes de spins, transverses par rapport au champ magnétique dans le cas de spins d'Heisenberg. Cette ligne apparaît avant la ligne AT lorsque la température décroît. L'expression de cette ligne est la suivante :

$$h^2 \sim \left(1 - \frac{T_c(H)}{T_c(0)}\right)$$

Ces expressions sont valables à faible champ. A fort champ, ces lignes ont un comportement exponentiel

$$T_c(H) \sim \exp\left(-\frac{h^2}{2}\right)$$

Nous avons tracé la ligne de transition de phase à partir de notre réseau de courbes $\frac{M(T)}{H}$ (figure 32). Dans la phase verre de spin, l'aimantation varie de façon quasi linéaire avec la température. Nous choisissons comme température de transition pour un champ magnétique H donné, la température pour laquelle le régime linéaire n'est plus valable. Là encore, nous rencontrons des difficultés pour les faibles champs ($H < 10$ Oe). Si nous reportons ces couples (H,T) dans un diagramme logarithmique $\left(1 - \frac{T_c(H)}{T_c(0)}\right)$ versus H (figure 33), nous obtenons une loi de puissance avec un exposant 0,62 très proche de la valeur théorique 2/3 proposée par AT. Nous avons pris pour $T_c(0)$ 3,53 K, valeur déterminée précédemment, qui correspond en outre à notre pic de susceptibilité alternative et aux points d'inflexion de toutes les courbes $\frac{1}{H} \frac{dM}{dT}$ versus T. Si maintenant nous traçons un diagramme de phase dans le plan (H,T) et que nous comparons notre ligne de transition avec la ligne de AT, nous observons un très bon accord. Par contre, nous ne pouvons mettre en évidence une ligne de transition du type GT, ce qui nous suggère que les spins portés par les atomes de manganèse sont du type Ising. Le moment effectif est alors de $2\mu_B$. Or, dans la phase paramagnétique, ce moment est de

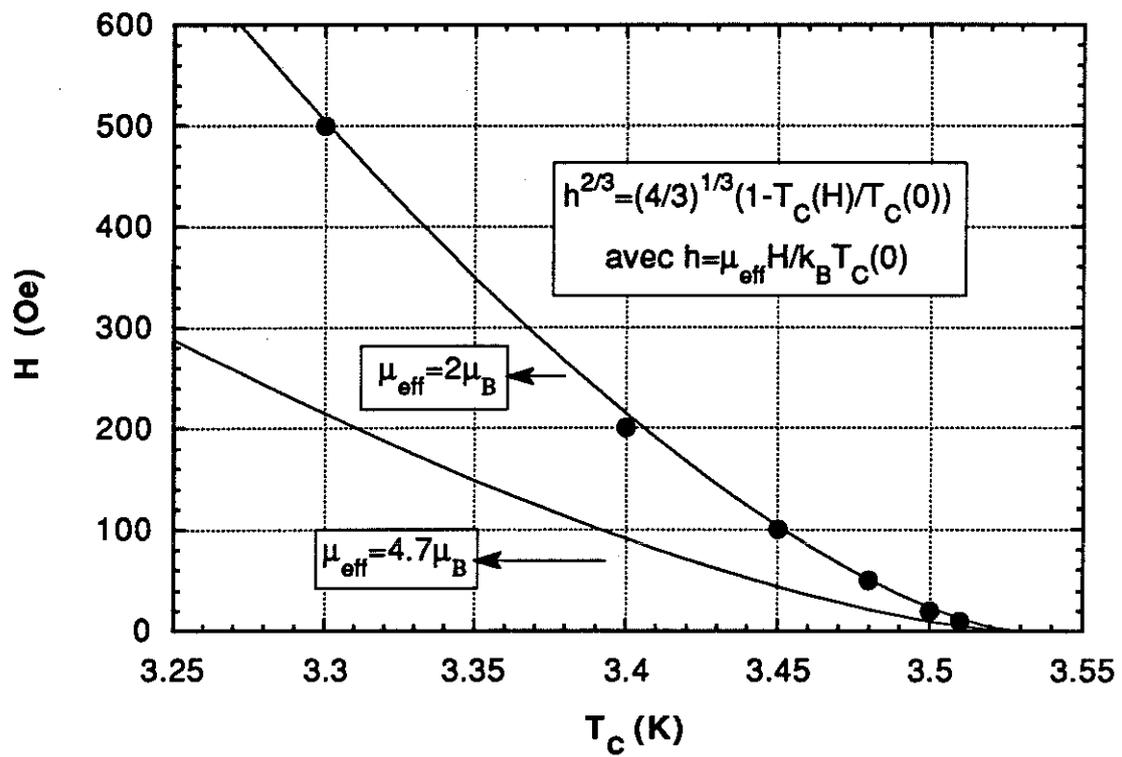


Figure 32: ligne de transition de phase

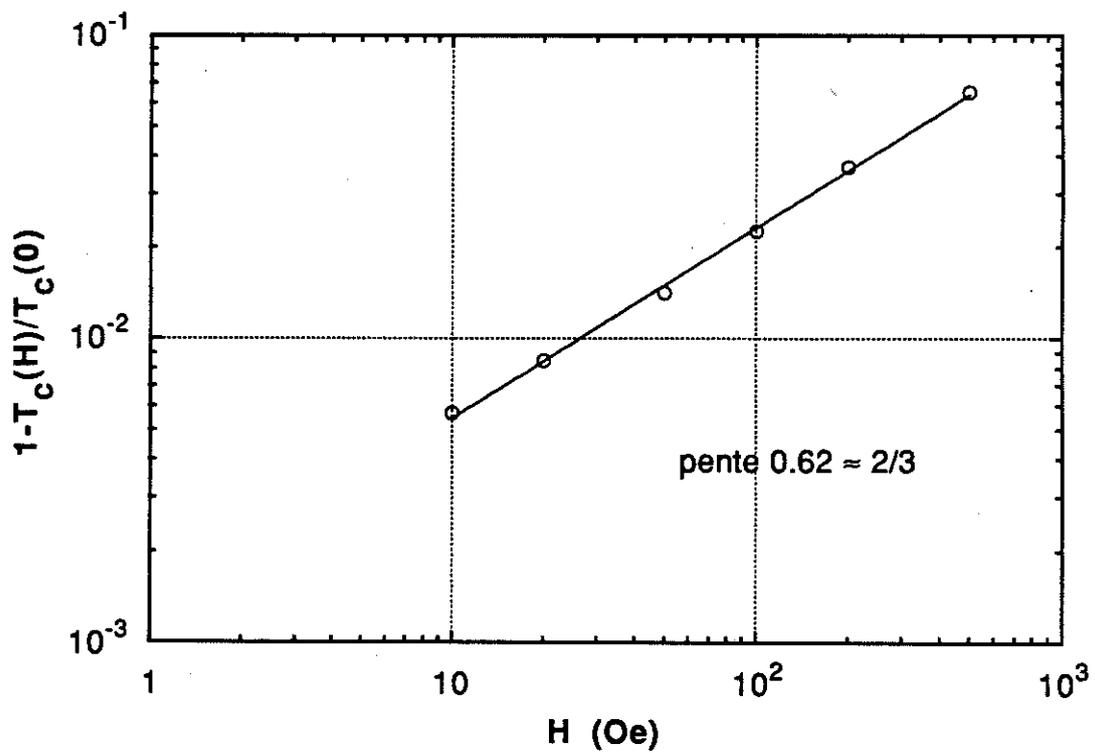


Figure 33: dépendance en champ de la ligne de transition de phase

4,7 μ_B . Il y a dans notre composé CuMn, une anisotropie qui induit un "cross-over" vers un comportement de spin d'Ising. Cette anisotropie, dans les systèmes isolants, qui sont concentrés et où les interactions sont à courte portée, est induite par l'interaction dipolaire. Par contre, dans les systèmes dilués, avec des interactions à longue portée du type RKKY, l'interaction dipolaire est négligeable et l'anisotropie provient du couplage spin-orbite.

II.5 - CONCLUSION

Nous avons pu mettre en évidence un comportement critique de l'aimantation d'un verre de spin (alliage dilué). Ce comportement peut s'analyser par des lois de puissance

$$\begin{array}{ll}
 M \sim (T - T_c)^{-\gamma} & \text{avec } \gamma = 3 \\
 q \sim (T_c - T)^\beta & \beta = 1 \\
 c \sim (T - T_c)^{-\alpha} & \alpha = -3 \\
 M \sim H^{1+2/\delta} & \delta = 4
 \end{array}$$

ce qui prouve que nous avons bien affaire à une transition de phase du second ordre. Les exposants que nous avons pu mesurer sont différents des prévisions théoriques dérivant d'un calcul de champ moyen ($\gamma = 1$, $\beta = 1$, $\alpha = -1$, $\delta = 2$). Cependant, les lois d'échelles définies par la thermodynamique sont vérifiées. Si nous comparons nos résultats avec ceux obtenus par effet magnéto-calorique [1] ($\gamma = 3,5$, $\delta = 4,5$, $\beta = 1$, $\alpha = -3,5$), nous voyons que notre exposant γ est un peu plus faible. Il faut cependant se souvenir que la différence entre les deux types de mesure est l'importance du champ magnétique statique appliqué. Par ailleurs, sur le système AgMn, une diminution de l'exposant γ a été observée en faible champ [45].

L'étude de la ligne de transition de phase traduit le caractère Ising de notre composé. Ce comportement est tout à fait compatible avec des résultats de simulation numérique [46] qui proposent une transition à température non nulle pour un système à 3 dimensions, avec des exposants critiques $\gamma = 2,9 \pm 0,3$, $\beta = 0,5$.

CHAPITRE III

PROPRIETES MAGNETIQUES D'UN RESEAU SUPRACONDUCTEUR

III.1 - INTRODUCTION

Dans le but de modéliser les propriétés des matériaux composites, l'étude expérimentale et théorique des réseaux de fils supraconducteurs s'est très rapidement développée durant les années 80, le point important étant le diamagnétisme associé aux boucles fermées dans les mélanges isolants-supraconducteurs [50].

La physique de ces systèmes est très riche, puisqu'ils permettent l'étude de phénomènes fondamentaux comme la commensurabilité ou la frustration induite par le champ magnétique des niveaux de Landau de structures nouvelles.

Grâce aux technologies modernes de microfabrication, des structures très variées peuvent être réalisées : réseaux périodiques réguliers [51], self similaires [52], aléatoires [53] ou quasi périodiques [54]. Le lecteur pourra par ailleurs obtenir une récente revue en consultant les références [47] et [48].

Le phénomène essentiel est la quantification du flux magnétique dont l'origine est la rigidité de la phase de la fonction d'onde. Cette propriété se traduit par des oscillations de la température critique $T_c(H)$ en fonction du champ magnétique. Cet effet a été observé pour la première fois en 1962 par Little et Parks [55], permettant la mise en évidence du quantum de flux supraconducteur $\phi_0 = \frac{h}{2e}$. Dans un réseau étendu, la quantification du flux se traduit par la naissance d'un réseau de vortex dont la période peut être soit commensurable, soit incommensurable avec la période du réseau selon l'intensité du champ magnétique appliqué. Généralement, ces études se font par l'intermédiaire de mesures de magnéto-résistance. Cependant, la haute sensibilité de notre appareillage nous a permis une étude originale d'un réseau carré supraconducteur qui est un système frustré mais ne présentant pas de désordre. Il est en effet intéressant de mesurer dM/dT sur un réseau car cette quantité est la signature de la répartition complexe des courants dans le système. Enfin cette technique contrairement aux mesures résistives ne perturbe pas l'arrangement des vortex (absence de contacts).

III.2 - ECHANTILLON

Le réseau que nous avons étudié [49] est un réseau carré ($6.4 \times 6.4 \text{ mm}^2$) qui contient $4 \cdot 10^6$ cellules de $3,2 \mu\text{m}$ de large (fig. 34)

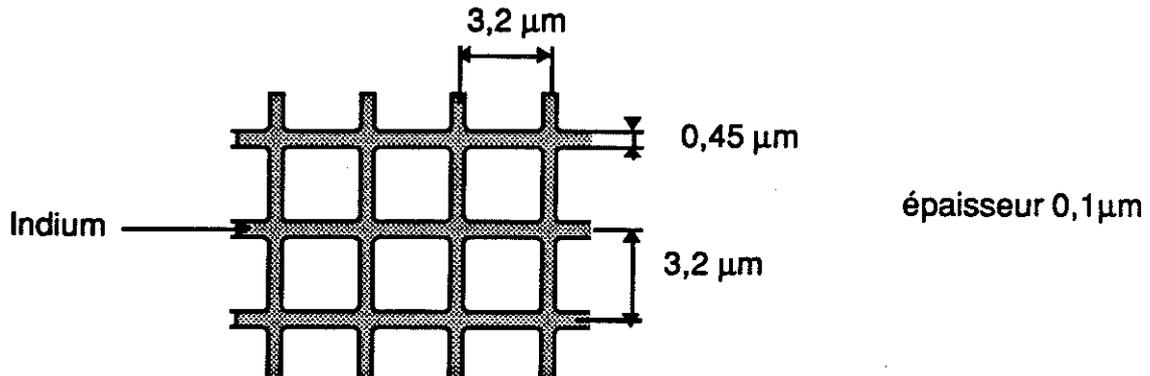


Figure 34

Les filaments ont une épaisseur de $0,1 \mu\text{m}$ et une largeur de $0,45 \mu\text{m}$. Notre appareillage fonctionne entre $1,5 \text{ K}$ et 10 K , aussi nous avons choisi comme matériau de l'indium dont la température de transition est de l'ordre de $3,4 \text{ K}$.

La technique de fabrication de l'échantillon est celle du "lift-off" [56]. Une résine électron-sensible (PMMA) est déposée en couche mince sur un substrat de silicium. Le motif est ensuite directement obtenu par écriture électronique à l'aide d'un masqueur électronique (EBMF 6 system, Cambridge). La résine insolée est ensuite révélée. Il ne reste plus qu'à évaporer le métal désiré et dissoudre la résine. La lithographie électronique a été réalisée au CNET de Meylan, tandis que l'évaporation est faite au laboratoire. Pendant la phase d'évaporation, le substrat est maintenu à la température de l'azote liquide. L'indium adhérant mal sur le silicium, une mince couche de titane (50 \AA) est préalablement évaporée. L'échantillon est thermalisé à l'aide de graisse Apiezon N sur le dispositif expérimental décrit au chapitre I. Compte tenu de la géométrie du réseau, le volume total d'indium est de 10^{-6} cm^3 . Le quantum de flux $\phi_0 = h/2e$ vaut $2,07 \cdot 10^{-15} \text{ Wb}$ et correspond à un champ magnétique de $2,02 \text{ Oe}$ sachant que la boucle élémentaire a une largeur de $3,2 \mu\text{m}$.

III.3 - dM/dH

Tout d'abord pour déterminer la température de transition supraconductrice de notre échantillon, nous avons fait une mesure de la susceptibilité alternative en champ nul en fonction de la température (fig. 35). La susceptibilité passe d'une valeur nulle dans l'état normal à une valeur constante ($-1,5 \cdot 10^{-3}$ emu) dans l'état supraconducteur. Cette valeur est indépendante de l'amplitude du champ de modulation dH de 100 μ Oe à 10 mOe. L'échantillon commence à transiter pour $T_{co} = 3,145$ K. Cette température de transition est plus faible que celle de l'indium massif (~ 3.4 K), la sous-couche d'adhérence de titane en est sans doute la cause. Ce qui a également pour effet d'élargir la transition.

A partir de la saturation de la susceptibilité, nous pouvons calculer le coefficient de champ démagnétisant. n_z (le champ magnétique appliqué étant perpendiculaire à la couche) :

$$\frac{dM}{dH} = - \frac{1}{4\pi(1-n_z)} v = -1,5 \cdot 10^{-3} \text{ u.e.m.}$$

où v est le volume du supraconducteur ($\sim 10^{-6}$ cm³), n_z est très proche de 1 ($1-n_z = 5 \cdot 10^{-5}$).

Si maintenant nous appliquons un champ magnétique statique, la transition se déplace de façon non monotone vers les basses températures. Pour mieux visualiser cet effet, nous avons mesuré dM/dH en fonction de H pour différentes températures dans la transition. Nous obtenons ainsi un réseau de courbes (fig. 36). A haute température ($T = 3,14$ K), χ_{ac} est évanescent, seuls des pics apparaissent pour des valeurs entières du flux réduit ϕ/ϕ_0 (rapport du flux magnétique traversant une cellule élémentaire sur le quantum de flux). Nous obtenons un quantum de flux par cellule pour un champ de 1,99 Oe, ce qui est en très bon accord avec le champ théorique de 2,02 Oe. Lorsque la température décroît, les pics deviennent plus marqués et il apparaît un fond de susceptibilité non nulle. D'autres pics sont également visibles (fig. 37) pour des valeurs rationnelles mais non entières du flux réduit ($1/3, 1/2, 2/3$). Finalement, aux plus basses températures ($T < 3,09$ K), la susceptibilité sature à sa valeur dans l'état Meissner et les pics disparaissent.

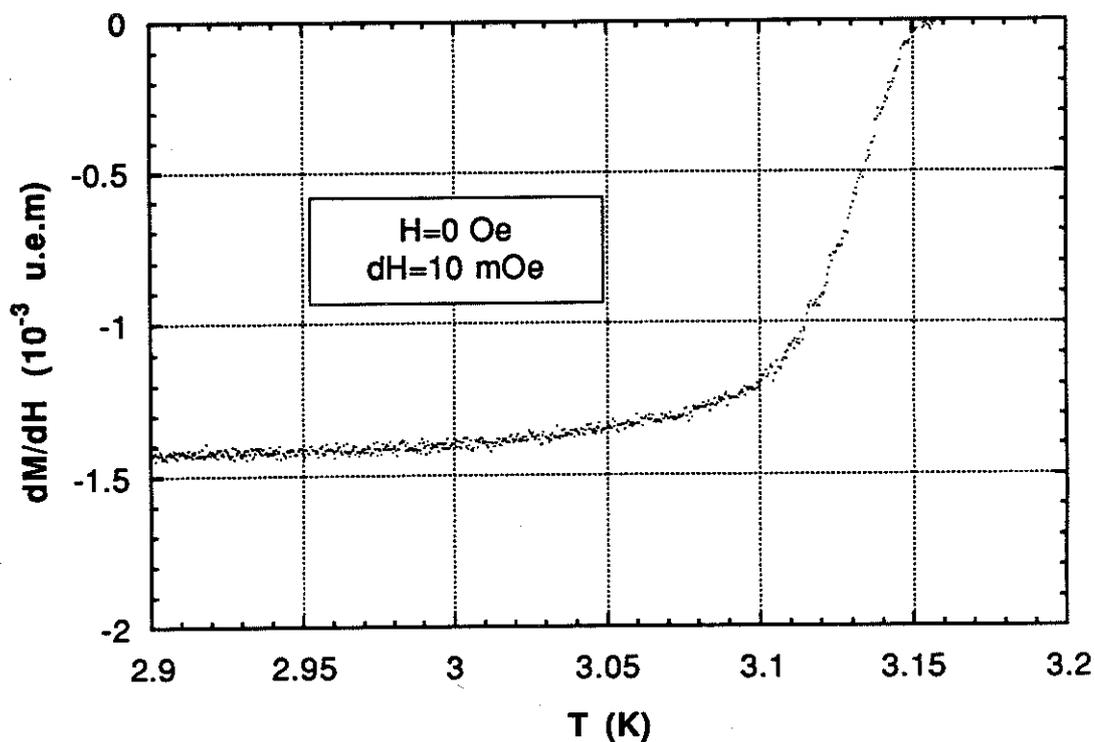


Figure 35: susceptibilité alternative en fonction de la température

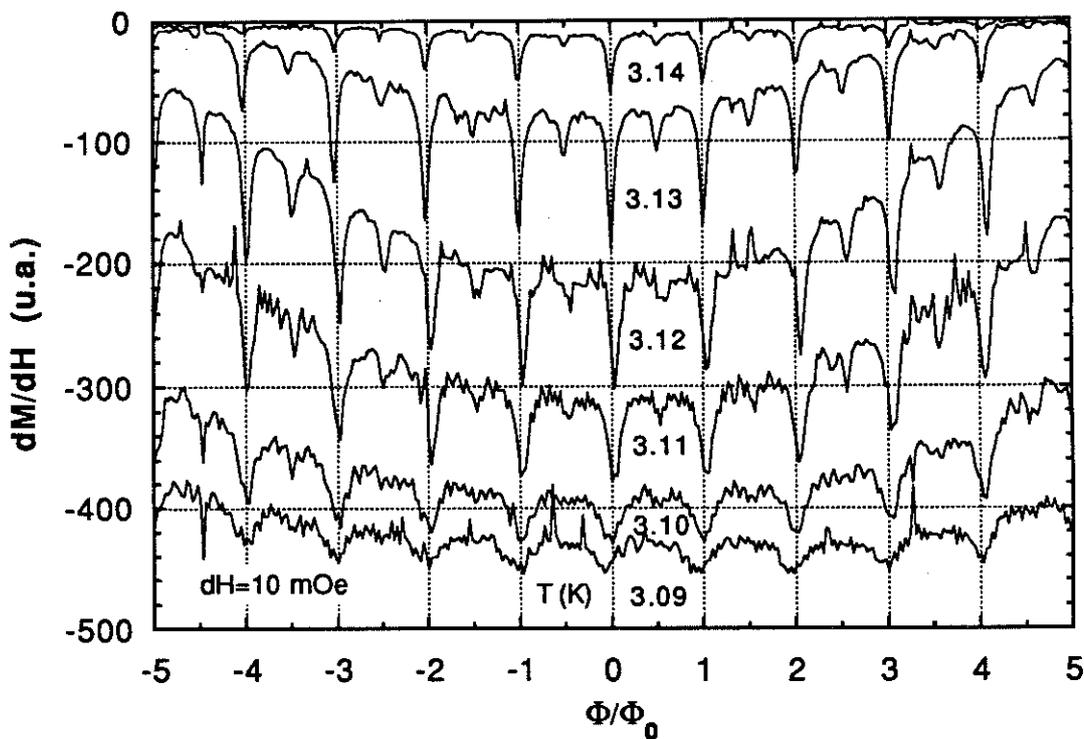


Figure 36: variation de la susceptibilité en fonction du champ, dans la transition

Nous interprétons la présence de ces pics comme étant la manifestation des propriétés de la ligne de transition de phase d'un réseau supraconducteur. En effet, l'étude de la transition résistive de réseaux similaires [51] a montré que la courbe $T_c(H)$ est une fonction périodique du flux réduit.

III.4 - LIGNE DE TRANSITION DE PHASE SUPRACONDUCTRICE

III.4.1 - Résultats

Pour obtenir une image de la ligne de transition $T_c(H)$, nous avons coupé notre réseau de courbes par une horizontale à 10 % de la saturation de la susceptibilité alternative et reporté dans un diagramme $H(T)$ (fig. 38) l'ensemble des points d'intersection. La dépendance en champ magnétique de cette ligne critique présentent des oscillations superposées à un fond parabolique. Cette enveloppe parabolique reflète la contribution des brins constituant le réseau. Le champ critique de l'indium massif peut être écrit [57] :

$$H_{cs}(T) = \sqrt{24} \frac{\lambda(T)H_c(T)}{w}$$

$$= \sqrt{3} \frac{\phi_0}{\pi\xi(0)w} \sqrt{1 - \frac{T_c(H)}{T_c(0)}}$$

où w est la largeur des brins, T_c la température critique en champ nul, $T_{c0} = T_c(H=0)$, et $\xi(0)$ la longueur de cohérence de Ginzburg-Landau. Nous pouvons ainsi déterminer $\xi(0) = 1850 \text{ \AA}$.

Les oscillations sont réminiscentes des oscillations de Little-Parks, mais dans notre cas nous avons en plus de l'effet à une boucle (pics pour un flux réduit entier) des pics qui sont caractéristiques au réseau.

Il y a un comportement collectif du point de vue de la quantification du flux magnétique (un quantum de flux pour 1, 2, 3 ... cellules), ce qui se traduit par des pics pour des valeurs non entières du flux réduit par cellule.

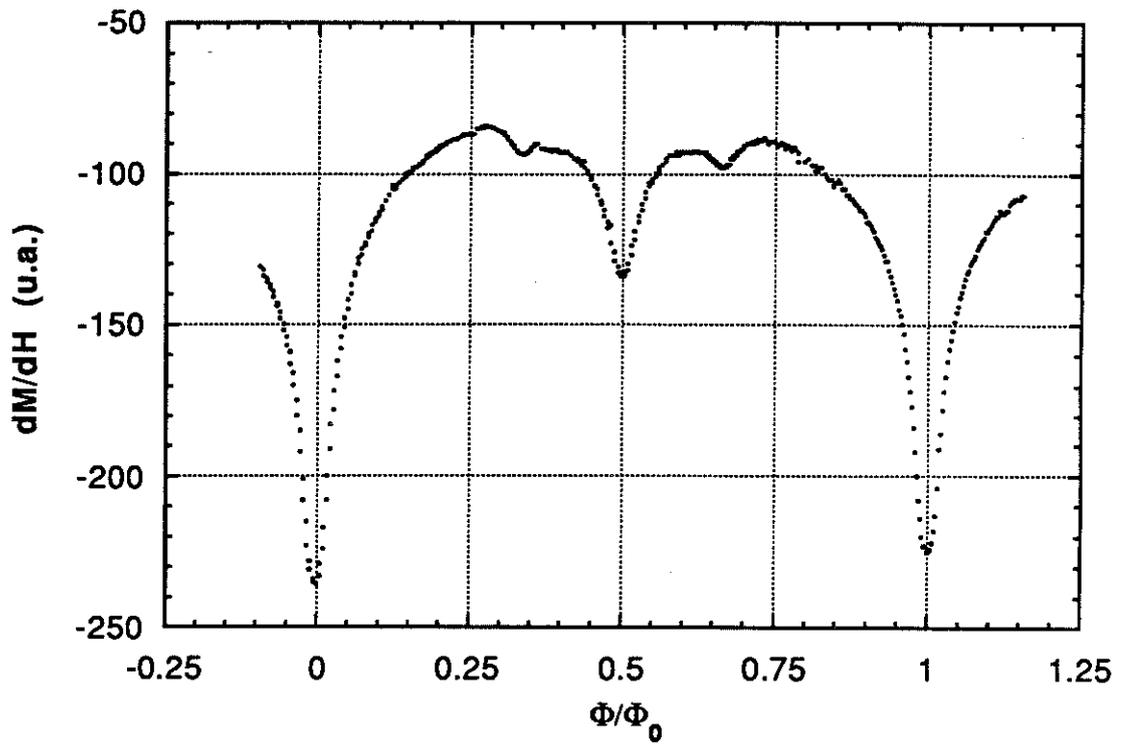


Figure 37: détails du comportement de la susceptibilité

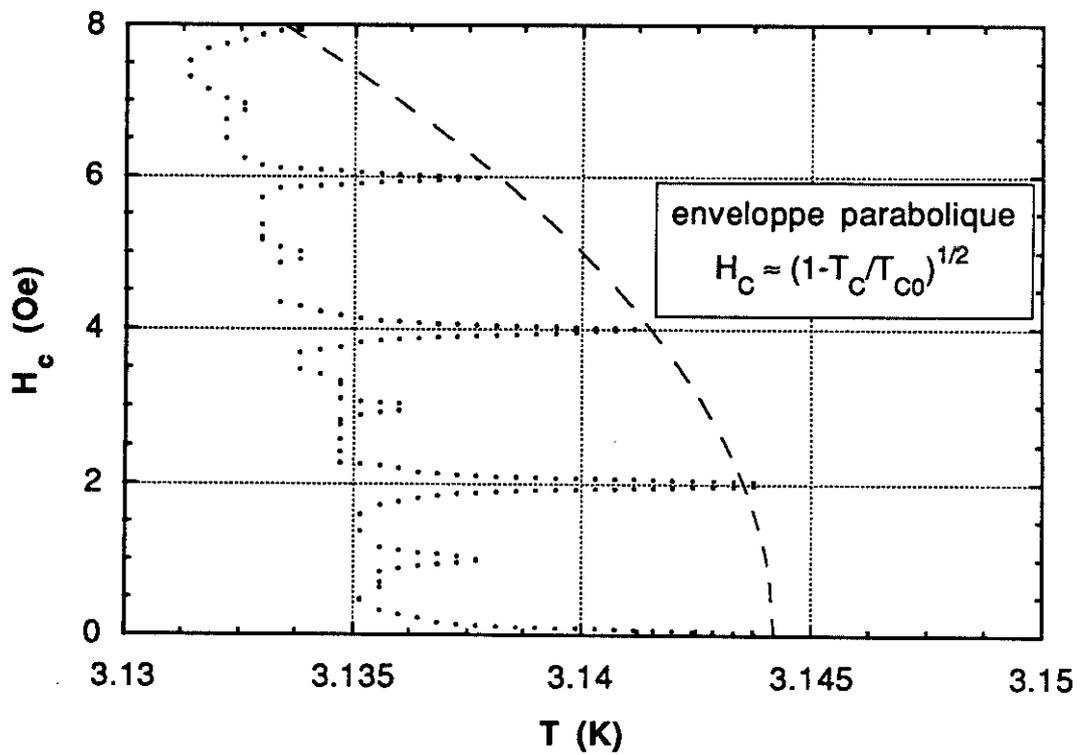


Figure 38: ligne de transition du réseau

III.4.2 - Formalisme [63]

a) Supraconductivité près de la transition

La théorie de champ moyen de Ginzburg-Landau (GL) permet de décrire la transition supraconductrice des réseaux supraconducteurs, en supposant que la phase supraconductrice peut être décrite par un paramètre d'ordre complexe : $\psi = |\psi| e^{i\varphi}$, qui tend régulièrement vers zéro à la transition (transition du second ordre). Nous négligerons les fluctuations de l'amplitude et de la phase du paramètre d'ordre.

En accord avec la théorie de GL, l'énergie libre s'écrit en fonction du paramètre d'ordre :

$$F_s = F_n + \int d^3r \left\{ \alpha |\psi|^2 + \frac{\beta}{2} |\psi|^4 + \frac{\hbar^2}{2m^*} \left| \left(-i\nabla - \frac{2\pi}{\phi_0} \mathbf{A} \right) \psi \right|^2 + \frac{b^2}{2\mu_0} \right\}, \quad (25)$$

où F_n représente l'énergie libre de la phase normale, \hbar la constante de Planck et $\phi_0 = h/2e$ le quantum de flux. Cette équation s'appliquant aux paires de Cooper, la masse m^* et la charge élémentaire ($2e$) mises en jeu sont celles d'une paire d'électrons. L'induction magnétique locale est représentée par $\vec{b} = \text{rot } \vec{A}$ où \vec{A} est le potentiel vecteur. La dépendance en température est incluse dans le coefficient $\alpha = -\hbar^2/2m^*\xi^2$ avec $\xi(T) = \xi(0)/[1-T/T_c(0)]^{1/2}$ la longueur de cohérence. $T_c(0)$ est la température critique en champ nul. Le coefficient β du terme de quatrième ordre est une constante.

En minimisant l'énergie libre par rapport au paramètre d'ordre et au potentiel vecteur, on peut établir les équations non linéaires de GL qui décrivent la variation spatiale du paramètre d'ordre et les supercourants. Excepté dans des cas très simples, ces équations non linéaires ne peuvent être résolues exactement. Pour des géométries complexes, on doit faire des simplifications pour traiter le terme non linéaire. Par exemple, Wang *et al.* [58] ont proposé une solution (perturbation) inspirée de la théorie d'Abrikosov [59] de l'état mixte d'un supraconducteur, dans le cas général de réseaux de topologie arbitraires. Le point important est le fait que le paramètre d'ordre peut être défini comme une combinaison des solutions de l'équation linéaire

de G.L. Il est commode de formuler cette équation comme une équation de Schrödinger pour une particule ayant une charge $2e$ et la masse m^* d'une paire de Cooper :

$$\frac{\hbar^2}{2m^*} \left(-i\nabla - \frac{2\pi}{\phi_0} A \right)^2 \psi_\sigma = E_\sigma \psi_\sigma \quad (26)$$

L'ensemble des valeurs propres ψ_σ représente tous les états possibles (indexés par σ) qui sont des minima locaux de l'énergie cinétique. Pour avoir une description complète du paramètre d'ordre, il faut rajouter des conditions aux limites

$$n \cdot \left(-i\nabla - \frac{2\pi A}{\phi_0} \right) \psi_\sigma |_{\mathbf{b}} = -\frac{i}{b} \psi_\sigma \quad (27)$$

Le paramètre b est une longueur dépendant de la nature et de la qualité de l'interface. Par exemple, à l'interface entre un supra et un isolant (notre cas) $b \sim \xi^2(0)/a$ où a est une distance atomique, b est alors très grand et la condition (27) devient

$$n \cdot \left(-i\nabla - \frac{2\pi}{\phi_0} A \right) \psi_\sigma |_{\mathbf{b}} = 0. \quad (28)$$

Par contre, à l'interface entre un supraconducteur et un métal, par effet de proximité, les paires pénètrent dans le métal sur une longueur b , avec un paramètre d'ordre qui décroît exponentiellement. La supraconductivité est affaiblie dans le supraconducteur au niveau de l'interface.

Tout d'abord, pour simplifier, nous considérons que le supraconducteur est cylindrique. En d'autres termes, cela signifie que toutes les quantités relevantes (paramètre d'ordre, champ magnétique) sont indépendantes de la coordonnée z le long de l'axe suivant lequel est appliqué le champ magnétique. Le coefficient de champ démagnétisant est alors égal à zéro. Il est utile d'introduire l'induction induite $b_s = b - \mu_0 H$ définie comme étant la différence entre l'induction locale microscopique et celle créée par le champ appliqué. Cette induction b_s est produite par les courants induits. De ce fait, près de la

transition, elle est de l'ordre de $|\psi|^2$ et donc petite et E_σ peut s'écrire, après la transformation de Legendre $G = F - bH$:

$$\Delta G = G_s(H) - G_n(0) = \int d^3r \left\{ \left(\frac{-\hbar^2}{2m^*\xi^2} + E_\sigma + \frac{b_s}{\mu_0} \frac{dE_\sigma}{dH} \right) |\psi_\sigma|^2 + \frac{\beta}{2} |\psi_\sigma|^4 + \frac{b_s^2}{2\mu_0} + \frac{1}{2} \mu_0 H^2 \right\},$$

avec $G_n = F_n - \mu_0 H^2$

qui dépend explicitement de deux paramètres, b_s et l'amplitude du paramètre d'ordre $|\psi_\sigma|$. En minimisant ΔG par rapport à ces deux paramètres, nous pouvons établir une expression pour la moyenne du module du paramètre d'ordre. Dérivons tout d'abord par rapport à b_s :

$$\frac{\partial(\Delta G)}{\partial b_s} = \frac{1}{\mu_0} \frac{dE_\sigma}{dH} |\psi|^2 + \frac{b_s}{\mu_0} = 0 \Rightarrow b_s = - \frac{dE_\sigma}{dH} |\psi|^2, \quad (29)$$

et remplaçons maintenant b_s par sa valeur dans ΔG :

$$\Delta G = \int d^3r \left\{ \left(\frac{-\hbar^2}{2m^*\xi^2} + E_\sigma \right) |\psi|^2 + \left(\frac{\beta}{2} - \frac{1}{2\mu_0} \left(\frac{dE_\sigma}{dH} \right)^2 \right) |\psi|^4 + \frac{1}{2} \mu_0 H^2 \right\}.$$

Introduisons maintenant le paramètre d'Abrikosov β_A

$$\beta_A = \frac{\langle |\psi|^4 \rangle}{\langle |\psi|^2 \rangle^2},$$

où $\langle \rangle$ représente la moyenne spatiale dans le supraconducteur.

$$\Delta G = \left(\frac{-\hbar^2}{2m^*\xi^2} + E_\sigma \right) \langle |\psi|^2 \rangle + \left(\frac{\beta}{2} - \frac{1}{2\mu_0} \left(\frac{dE_\sigma}{dH} \right)^2 \right) \beta_A \langle |\psi|^2 \rangle^2 + \frac{1}{2} \mu_0 H^2$$

(par unité de volume)

et minimisons par rapport à $\langle |\psi|^2 \rangle$

$$\frac{\partial \Delta G}{\partial \langle |\psi|^2 \rangle} = \left(\frac{-\hbar^2}{2m^*\xi^2} + E_\sigma \right) + \beta_A \left(\beta - \frac{1}{\mu_0} \left(\frac{dE_\sigma}{dH} \right)^2 \right) \langle |\psi|^2 \rangle = 0$$

Finalement, en posant $\mu = \frac{m^*}{\mu_0 e \hbar} \frac{dE_\sigma}{dH}$ qui est un nombre sans dimension, et en introduisant κ le paramètre de G.L. défini par $\beta = 2\mu_0 \kappa^2 \left(\frac{e\hbar}{m^*}\right)^2$, la moyenne du paramètre d'ordre s'écrit

$$\langle |\psi|^2 \rangle = \frac{m^*}{2\mu_0 e^2 \beta_A (2\kappa^2 - \mu^2)} \left\{ \frac{1}{\xi^2} - \frac{2m^* E_\sigma}{\hbar^2} \right\} \quad (30)$$

En remplaçant $\langle |\psi|^2 \rangle$ par son expression et en écrivant que $\phi_0 = \frac{h}{2e}$, le potentiel de Gibbs se met sous la forme

$$G_s(H) = G_n - \frac{1}{2\mu_0 \beta_A (2\kappa^2 - \mu^2)} \left(\frac{\phi_0}{2\pi} \right)^2 \left\{ \frac{1}{\xi^2} - \frac{2m^*}{\hbar^2} E_\sigma \right\}^2 + \frac{1}{2} \mu_0 H^2 \quad (31)$$

L'énergie $E_\sigma(H)$ provenant du terme en gradient de l'équation de G.L. résulte du champ magnétique externe et des conditions aux limites. La supraconductivité nucléée dans l'état $\psi_\sigma = \psi_{\min}$ qui correspond à l'énergie la plus basse E_{\min} . La température critique dans cette théorie de champ moyen correspond au bord inférieur du spectre.

$$\langle |\psi|^2 \rangle_{\min} \approx \left\{ \frac{1}{\xi^2} - \frac{2m^*}{\hbar^2} E_{\min} \right\},$$

donc
$$\frac{1}{\xi^2} = \frac{1}{\xi^2(0)} \frac{T_c(0) - T_c(H)}{T_c(0)} = \frac{2m^*}{\hbar^2} E_{\min}.$$

La ligne de transition s'écrit alors :

$$T_c(H) = T_c(0) \left(1 - \frac{2m^*}{\hbar^2} \xi^2(0) E_{\min}(H) \right) \quad (32)$$

Si nous remarquons que $\langle b_s \rangle = \langle b \rangle - \mu_0 H = B - \mu_0 H$, nous avons accès à l'aimantation en écrivant que $B = \mu_0(M+H)$, d'après l'équation (29)

Le supercourant circulant dans le brin $\alpha\beta$ dépend sinusoidalement, comme le courant Josephson, de la différence de phase entre les noeuds α et β .

$$J_{\alpha\beta} = \frac{2e\hbar}{m^*\xi\sin u_{\alpha\beta}} |\psi_\alpha \psi_\beta| \sin(\varphi_\alpha - \varphi_\beta - \gamma_{\alpha\beta})$$

En appliquant les conditions aux limites au noeud α , nous obtenons l'équation aux noeuds d'Alexander :

$$\sum_{\beta} \left\{ -\psi_\alpha \cotg u_{\alpha\beta} + \psi_\beta \frac{\exp-i \gamma_{\alpha\beta}}{\sin u_{\alpha\beta}} \right\} = 0 \quad (37)$$

Le problème est donc ramené à un ensemble d'équations linéaires (une pour chaque noeud).

Dans le cas d'un réseau régulier (fig. 40), tous les brins ont la même longueur $\ell_{\alpha\beta} = a$. L'équation au noeud est alors équivalente à une équation de Schrödinger dans un modèle de liaisons fortes.

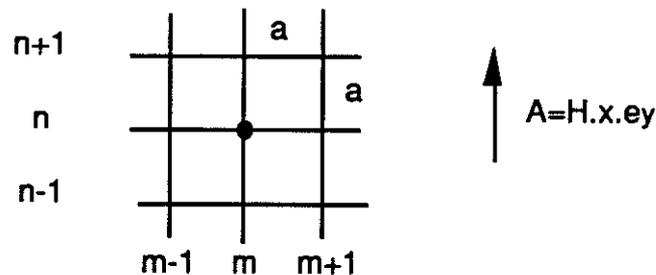


Figure 40

Choisissons une jauge : $A = Hxey$. L'équation (37) devient en la multipliant par $\sin a \frac{\sqrt{2m^*E}}{\hbar}$, et en posant $\gamma = \frac{2\pi\phi}{\phi_0}$ avec $\phi = Ha^2$ le flux traversant une cellule élémentaire.

$$0 = -4\psi_{m,n} \cos\left(a \frac{\sqrt{2m^*E}}{\hbar}\right) + \psi_{m-1,n} + \psi_{m+1,n} + e^{-im\gamma} \psi_{m,n+1} + e^{+im\gamma} \psi_{m,n-1}$$

Nous pouvons assimiler la fonction d'onde à une onde plane dans la direction y : $\psi_{m,n} = \psi_m e^{ink}$. L'équation précédente se réduit alors à l'équation de Harper [60].

$$\psi_{m-1} + \psi_{m+1} + [2\cos(k-m\gamma) - \varepsilon]\psi_m = 0 \quad (38)$$

où ε est la valeur propre $\varepsilon = 4\cos \frac{a\sqrt{2m^*E}}{\hbar} = 4\cos \frac{a}{\xi(T)}$.

Au champ rationnel ($\frac{\phi}{\phi_0} = \frac{p}{q}$; avec p, q entiers premiers entre eux), cette équation est invariante pour une translation $m \rightarrow m+q$. En conséquence, il faut q équations pour connaître le paramètre d'ordre en tout point de la supercellule contenant $q \times q$ cellules élémentaires.

L'ensemble des solutions de l'équation (38) à chaque point p/q rationnel forme le diagramme de Hofstadter [61]. La complexité de ce spectre provient de la compétition entre la période du réseau a et la période magnétique $\lambda_H \propto \sqrt{\phi_0/H}$ qui est pilotée par le champ magnétique externe appliqué au réseau.

III.4.3 - Comparaison avec l'expérience

Nous avons vu précédemment que la ligne de transition de phase était décrite par le bord du spectre d'énergie. Remplaçons E_{\min} par son expression :

$$E_{\min} = \frac{\hbar^2}{2m^*a^2} \left[\pm \arccos \frac{\varepsilon}{4} + 2\pi N \right]^2.$$

Dans l'équation (32), en prenant $N = 0$:

$$T_c(H) = T_c(0) \left[1 - \frac{\xi^2(0)}{a^2} \arccos \frac{\varepsilon}{4} \right]$$

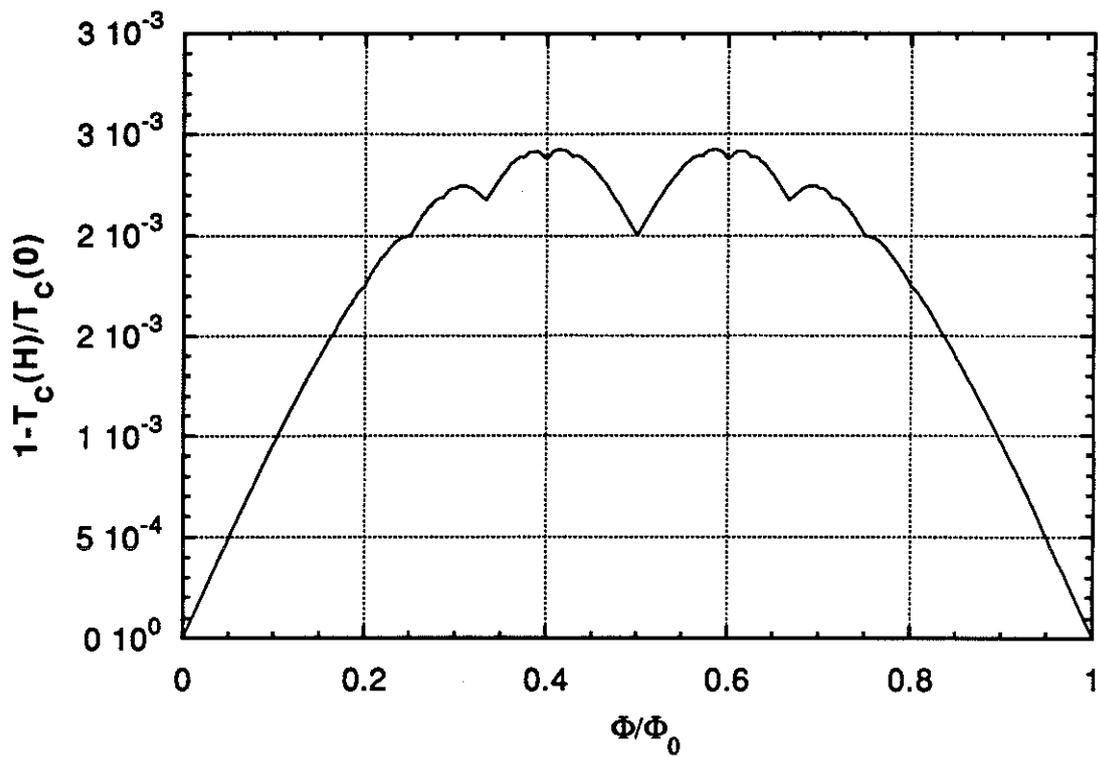


Figure 41: ligne de transition théorique

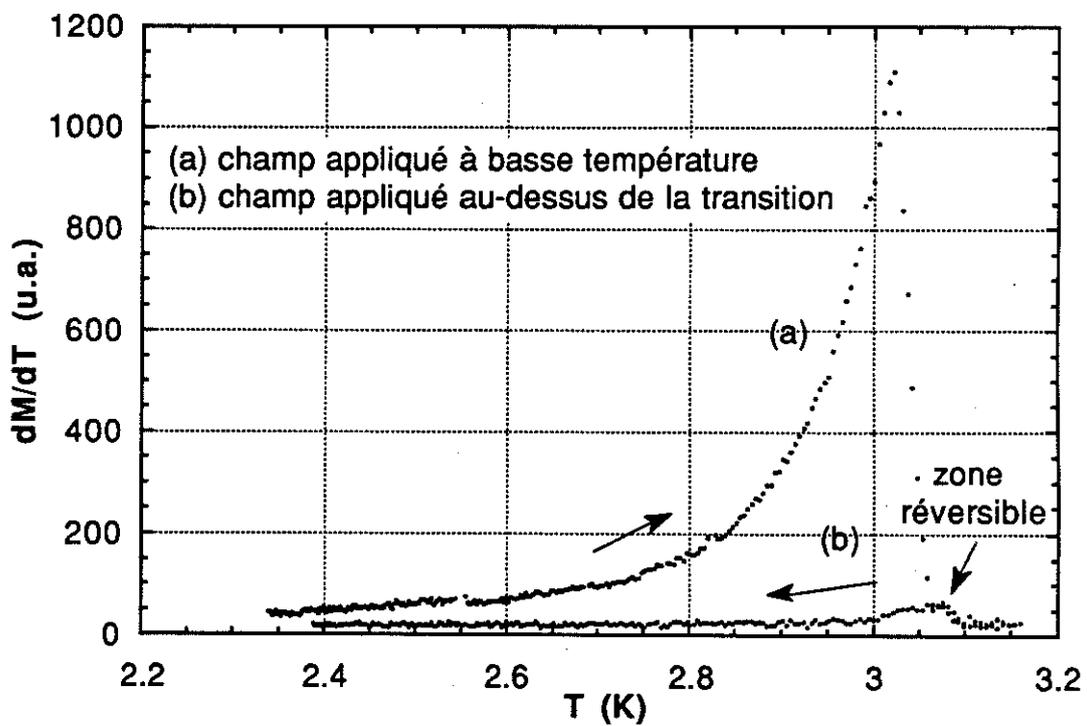


Figure 42: hystérésis de dM/dT

Wang *et al.* [58] ont calculé pour différents rationnels $\frac{p}{q}$ ($q < 30$) les valeurs de ϵ . Sur la figure 41, nous avons reporté la ligne de transition calculée à partir de leurs résultats, en ajustant $\Delta T_C/T_C$ pour 1/2 quantum de flux par cellule. Sachant que $\epsilon(1/2)$ vaut $2\sqrt{2}$ nous sommes conduits à prendre $T_c(0) = 3,145$ K et $\xi(0) = 1850$ Å en accord avec la détermination précédente.

III.5 - dM/dT

Les courbes dM/dT versus T pour un champ magnétique extérieur H donné sont fortement hystérétiques suivant la façon dont est appliqué le champ (fig. 42). Les courbes présentent un maximum ; si le champ est appliqué à basse température, le pic est beaucoup plus important. Par contre, si le champ est appliqué à une température supérieure à la température critique, les courbes sont réversibles. Cela est dû au fait que lorsque on applique un champ, après par exemple un refroidissement en champ nul, il prend naissance dans le pourtour de l'échantillon des courants qui écrantent le centre du réseau. Le dépiégeage de ces courants se manifeste par un fort signal lorsque la transition est traversée. Il faut cependant noter qu'au voisinage de la transition, il existe une zone réversible. Dans tout ce qui suivra, nous nous intéresserons uniquement aux courbes réversibles, c'est-à-dire que le champ magnétique sera toujours appliqué à haute température.

III.5.1 - Résultats expérimentaux

Regardons tout d'abord l'évolution de dM/dT en fonction de la température pour différents champs magnétiques (fig. 43). Les courbes présentent toutes un maximum soit positif, soit négatif, traduisant le fait que des courants circulent dans le réseau. Ils sont atteints lorsque la susceptibilité dM/dH arrive à la saturation. Pour minimiser l'énergie du système, l'aimantation est soit positive, soit négative. Le sens de rotation de ces courants est donc fonction de l'intensité du champ magnétique appliqué. Au pied de la transition l'aimantation change de signe un grand nombre de fois.

Intéressons-nous maintenant à la variation de dM/dT en fonction du champ magnétique pour une température fixée dans la transition (figure 44).

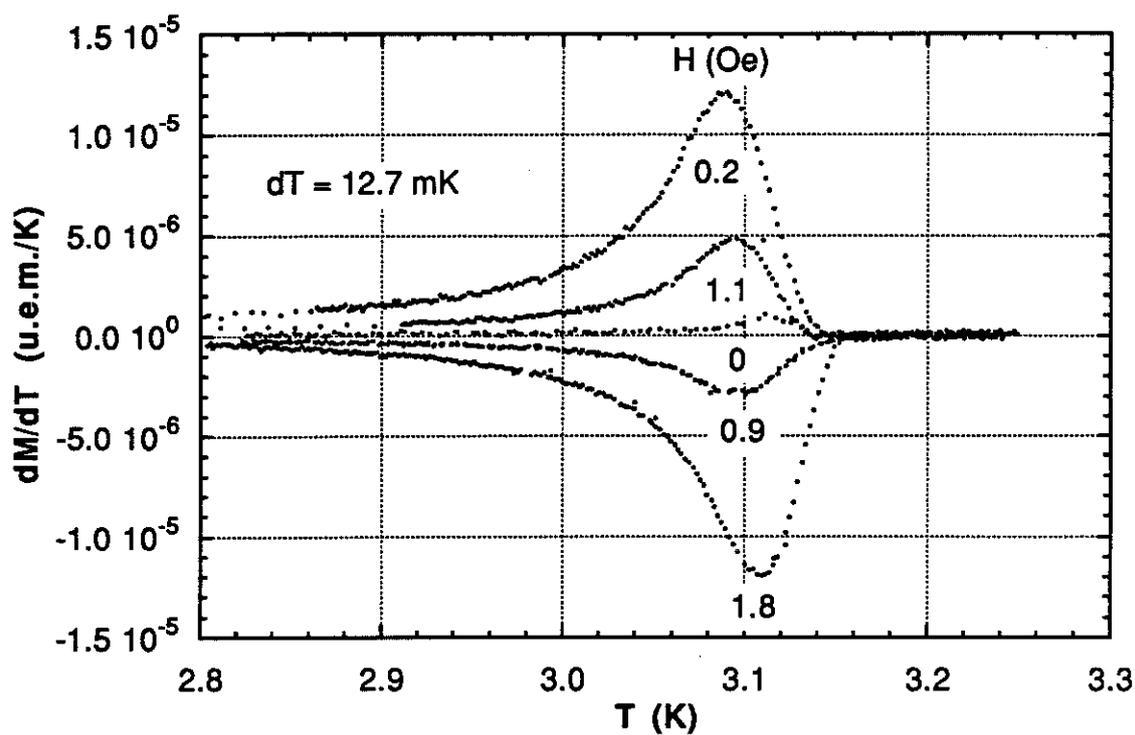


Figure 43: dM/dT versus T pour différent champ magnétique

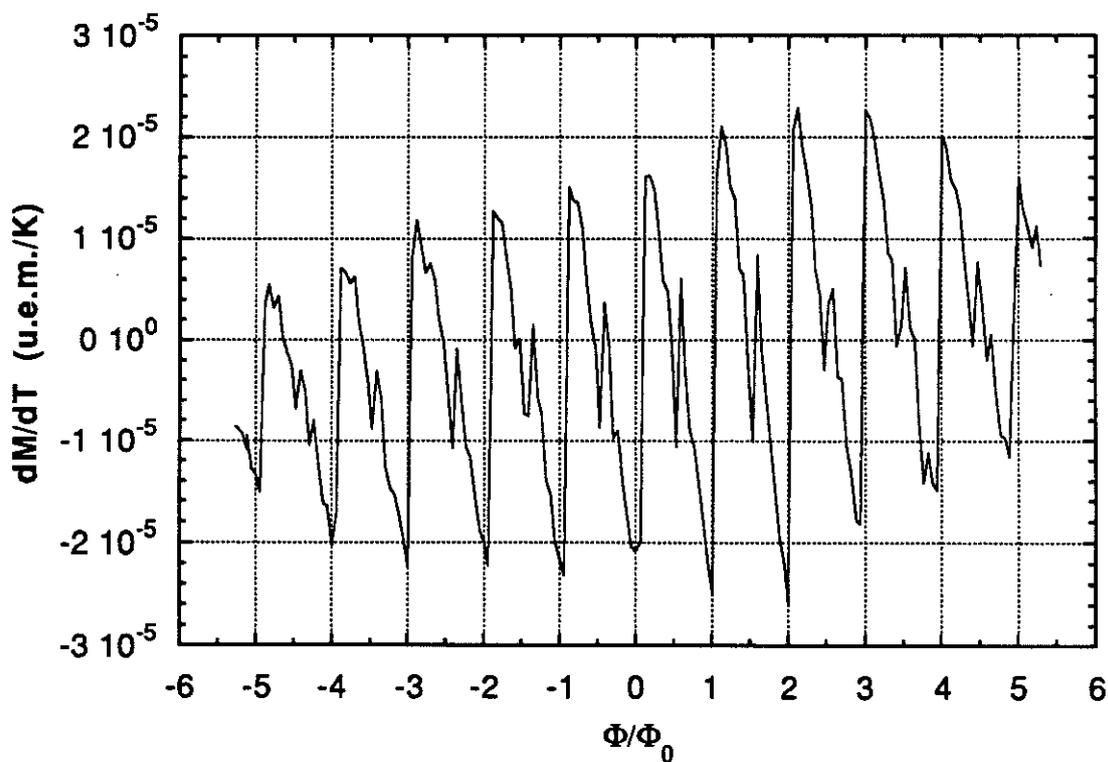


Figure 44: dM/dT versus H dans la transition

Tandis que dM/dH présente des pics, dM/dT saute lorsque le champ magnétique évolue. La périodicité de ces sauts est la même que celle de dM/dH et vaut un quantum de flux par cellule ($H = \frac{\phi_0}{a^2} \approx 2 \text{ Oe}$). Nous noterons qu'il est possible d'observer un grand nombre de quanta de flux par cellule. Sur la figure 45, nous avons restreint l'intervalle de champ à un quantum de flux par cellule. Comme pour dM/dH , nous observons des sauts pour des valeurs rationnelles du flux réduit ($1/3, 1/2, 2/3$). Pour d'autres valeurs ($1/4, 2/5, 3/5, 3/4$), nous ne voyons qu'un accident sur la concavité de la courbe. Si, pour $\phi/\phi_0 = 0, 1/2, 1$, les sauts sont symétriques par rapport à l'axe $dM/dT = 0$, ils ne le sont pas pour les autres valeurs.

Nous n'avons pas noté de différences notables dans le comportement de dM/dT si nous faisons varier l'amplitude de la modulation thermique. Par contre, si nous changeons la température, le comportement est le même mais l'amplitude des sauts varie. Dans l'état normal ($T > 3.14 \text{ K}$) il n'y a pas de signal, et dans l'état supraconducteur ($T < 3,09 \text{ K}$) le réseau de vortex est gelé.

III.5.2 - Comparaison avec la théorie

Dans le paragraphe précédent, nous avons donné une expression de l'aimantation. Nous pouvons donc écrire en dérivant la relation (34) par rapport à la température :

$$\mu_0 \frac{dM}{dT} = - \frac{1}{\mu_0 \beta_A (2\kappa^2 - \mu^2 (1 - n_z / \beta_A))} \left(\frac{\phi_0}{2\pi} \right)^2 \frac{1}{(T_0 \xi^2(0))^2} \frac{dT_c(H)}{dH}$$

Cette expression peut se simplifier en remarquant que n_z et β_A sont proches de 1.

$$\mu_0 \frac{dM}{dT} \approx \frac{-1}{2\mu_0 \beta_A \kappa^2} \left(\frac{\phi_0}{2\pi T_0 \xi^2(0)} \right)^2 \frac{dT_c(H)}{dH}$$

dM/dT est donc proportionnel à $dT_c(H)/dH$, c'est-à-dire à dE/dH . Wang *et al.* [58] ont calculé cette quantité sur le bord du spectre de Hofstadter $E(H)$. Cette

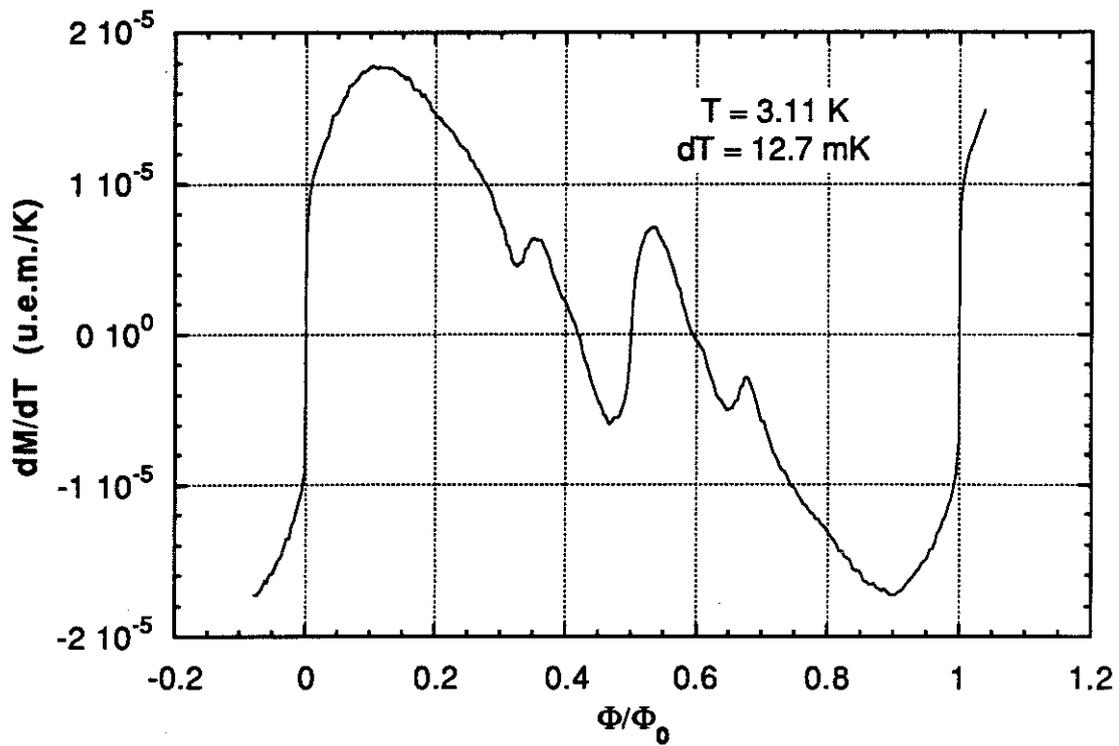


Figure 45: détail du comportement de dM/dT en fonction du champ

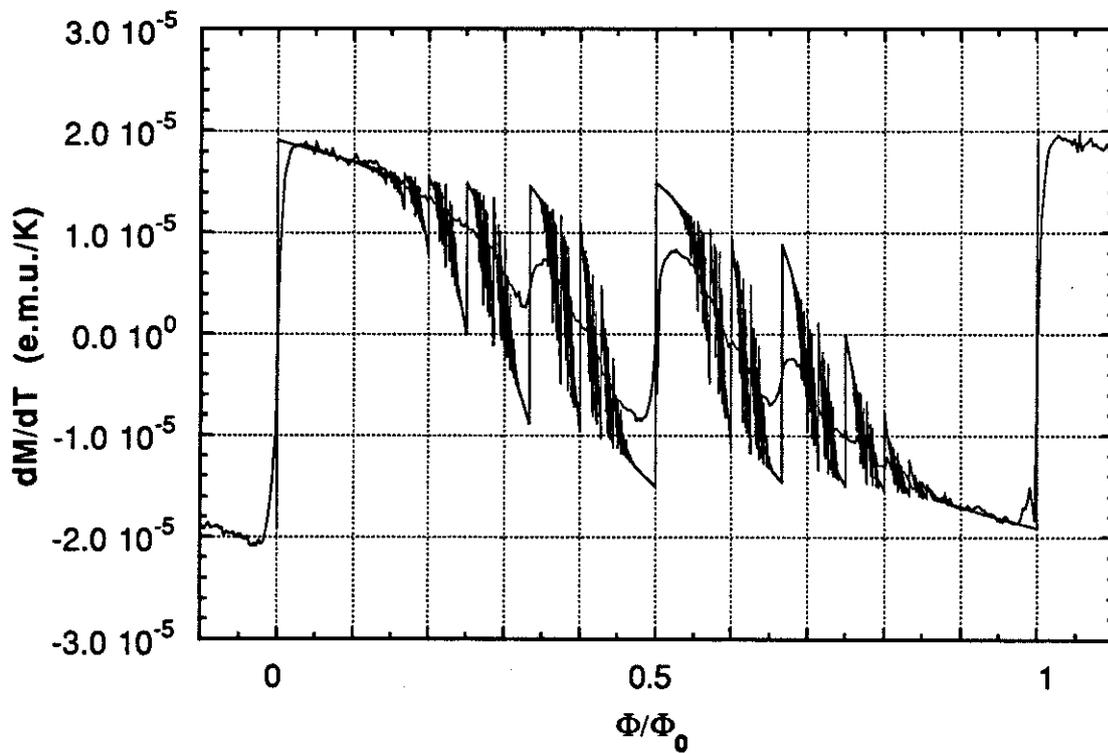


Figure 46: comparaison avec la théorie

courbe, qui n'est pas continue ($\epsilon(\gamma)$ existe uniquement pour $\gamma/2\pi = p/q$ rationnel), nous montre que la pente $d\epsilon/d\gamma$ n'est pas la même à droite et à gauche, pour un champ donné. De plus, mis à part pour $\gamma/2\pi = 0, 1/2, 1$, le module de cette dérivée n'est pas le même à droite et à gauche. Ceci se traduit donc par un saut symétrique pour $p/q = 0, 1/2, 1$ et par un saut asymétrique pour les autres valeurs de p/q . Cette dissymétrie est une manifestation de la phase adiabatique de Berry [62]. Nous pouvons maintenant, connaissant la variation $d\epsilon/d\gamma$, donc de dE/dH , comparer nos résultats avec la théorie (figure 46). Avec les mêmes paramètres que précédemment, nous obtenons un bon accord pour l'amplitude. Nous observons bien des sauts symétriques pour les entiers et les demi-entiers, et des sauts asymétriques pour les autres valeurs. Cependant, nous n'observons pas tous les sauts prédits par la théorie. Ceci peut être dû au fait que notre réseau n'est pas parfait et qu'il ne doit pas être considéré comme infini mais comme un ensemble de sous-réseaux de taille finie [56]. Considérons un réseau de longueur infinie mais comportant $2N$ cellules dans la largeur. Nous pouvons écrire l'équation de Harper (38) aux $2N+1$ noeuds et obtenir ainsi un système facilement soluble :

$$2N+1 \text{ équations} \quad \begin{pmatrix} a_N & 1 & 0 & & & 0 \\ 1 & a_{N+1} & 1 & & & 0 \\ 0 & 1 & a_{N+2} & 1 & & 0 \\ & 0 & 1 & a_{N-2} & 1 & 0 \\ & & & 1 & a_{N-1} & 1 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 1 & a_N \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \psi_{-N} \\ \psi_{-N+1} \\ \\ \\ \psi_{N-1} \\ \psi_N \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 \\ \\ \\ \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix}$$

$$\text{avec } a_n = 2\cos(k-n\gamma) - \epsilon \quad \epsilon = 4\cos \frac{a}{\xi}$$

$$a_N = 2\cos(k-N\gamma) - \frac{3\epsilon}{4}$$

$$a_{-N} = 2\cos(k+N\gamma) - \frac{3\epsilon}{4}$$

Nous considérons ici que le bord du sous-réseau est supraconducteur, donc la coordination vaut 3 sur le bord. Par contre, si le bord du réseau est normal, il suffit de remplacer $\frac{3\varepsilon}{4}$ par ε (coordination 4 partout).

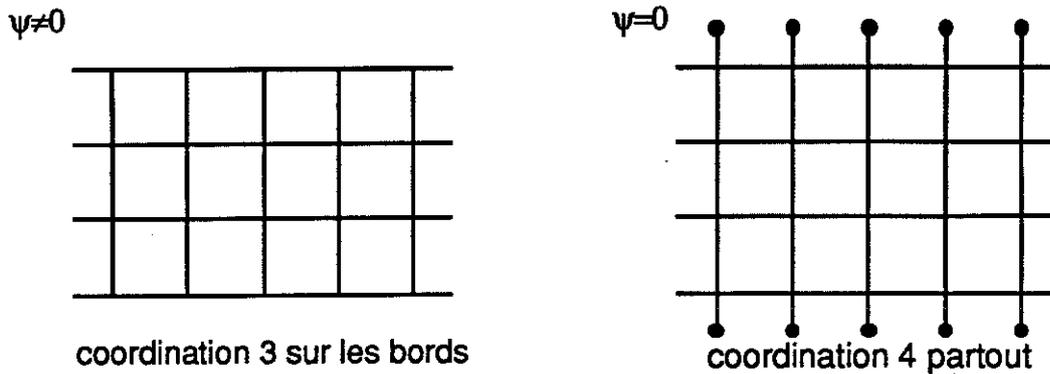


Figure 47

Nous avons calculé, pour différentes largeurs, le bord du spectre $\varepsilon(\gamma)$ et $d\varepsilon/d\gamma$ avec les deux conditions aux limites (figure 47). Avec la condition aux limites, coordination 3 sur deux extrémités du réseau, des états de bords apparaissent. Il y a circulation de courants permanents sur le bord du réseau, avec une faible dépendance en champ [56]. Le bord du spectre $\varepsilon(\gamma)$ fait apparaître des points anguleux pour les rationnels simples (0, 1/2, 1/3, 1/4, ...) et ce d'autant plus que N est grand, ce qui se traduit par des sauts relativement étroits dans la courbe $d\varepsilon/d\gamma$, comme dans le cas du réseau infini. Par contre avec la coordination 4 partout, la courbe $\varepsilon(\gamma)$ présente un comportement beaucoup plus doux. Les points anguleux disparaissent et les sauts de $d\varepsilon/d\gamma$ s'arrondissent. Si nous comparons maintenant ce résultat avec notre expérience, le meilleur accord est obtenu pour $N = 3$ et le bord normal (figure 48,49). Tout se passe donc comme si en moyenne il y avait toutes les 7 cellules un défaut sur notre réseau, qui casse la rigidité de la fonction d'onde, ce qui lui fait perdre sa cohérence à longue distance.

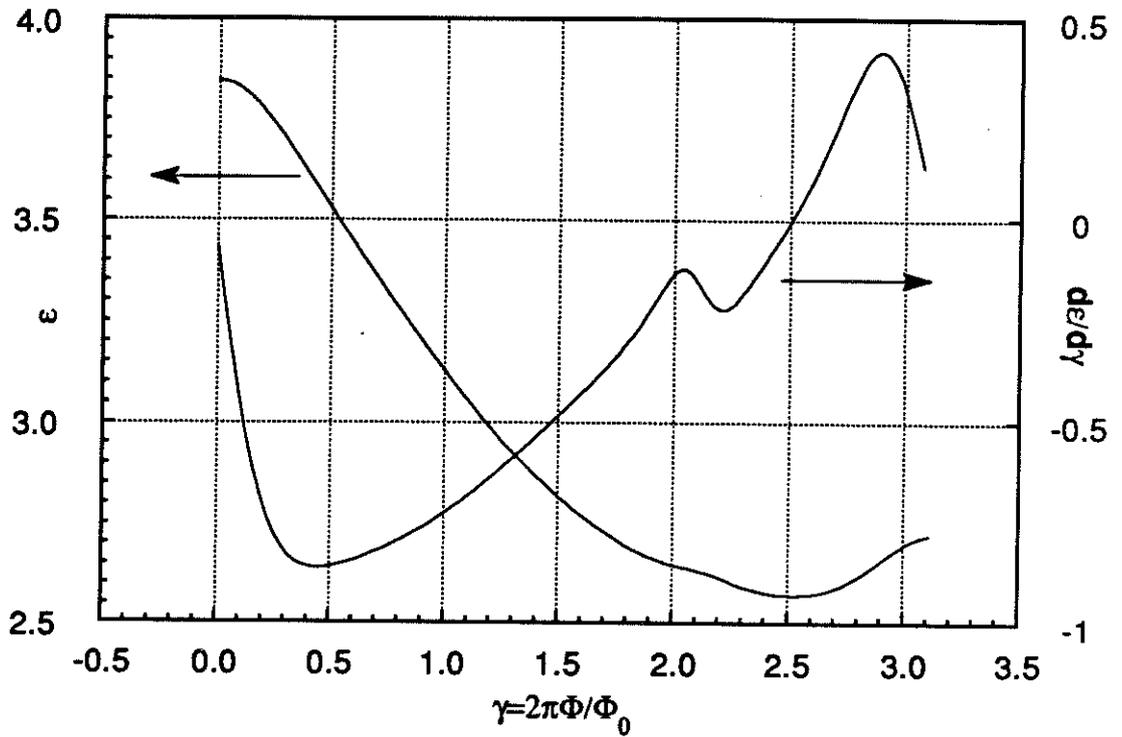


Figure 48: effet de taille sur le réseau

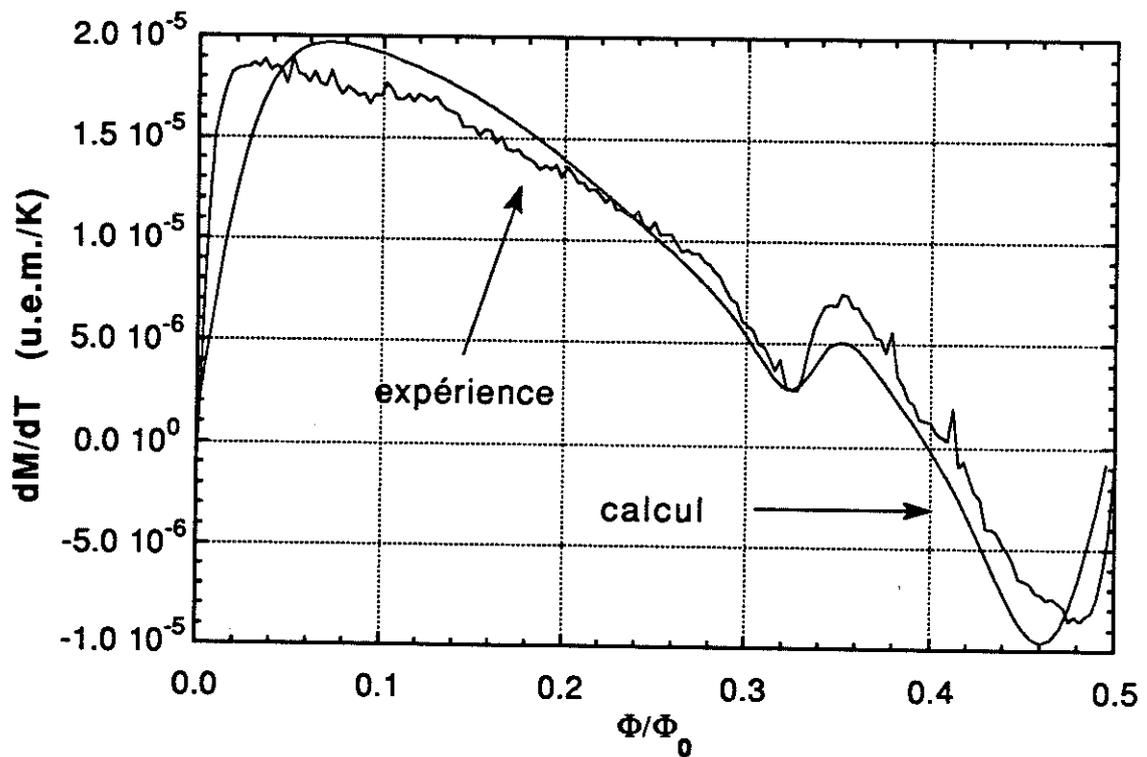


Figure 49: nouvelle comparaison avec la théorie

III.6 - CONCLUSION

A l'aide de nos mesures dM/dH nous avons pu étudier la ligne de transition de phase d'un réseau carré supraconducteur. La ligne de transition présente des pics traduisant la quantification du flux magnétique. Nos résultats sont conformes aux expériences de magnétorésistance. L'accès à dM/dT nous permet en outre d'accéder à la courbe dT_c/dH . La présence de sauts asymétriques pour les valeurs rationnelles de quantum de flux par cellule élémentaire (sauf pour les entiers et les demi-entiers) nous montre que, en valeur absolue, le comportement des niveaux de Landau n'est pas le même pour un champ magnétique donné, à droite et à gauche. Nous noterons le bon accord entre la théorie de Ginzburg-Landau qui a été utilisée pour expliquer nos résultats et les expériences, même si la richesse de la structure des niveaux d'énergie n'a pu être mise complètement en évidence, les échantillons n'étant pas parfaits. L'analyse a été faite à l'équilibre thermodynamique en ne tenant pas compte des phénomènes de fluctuations au voisinage de la transition supraconductrice. L'étude d'un tel réseau n'aurait pas pu être réalisée avec une investigation classique des propriétés magnétiques.

A la vue des résultats que nous avons obtenus sur la mesure directe de dM/dT , il nous est apparu intéressant de voir s'il n'était pas possible d'appliquer cette technique à d'autres grandeurs physiques comme par exemple la résistivité ou la chaleur spécifique. Dans un premier temps, nous avons imaginé un dispositif permettant la mesure de dR/dT .

A.1 - PRINCIPE DE LA MESURE

L'échantillon dont on veut mesurer dR/dT est comme précédemment soumis à une oscillation de température ΔT . Supposons que sa résistance varie avec la température en suivant une loi $R(T)$. En l'absence de modulation thermique et si l'échantillon est polarisé par un courant continu I , il apparaît à ses bornes une tension continue

$$V = R(T) I$$

Si maintenant la température oscille, il apparaît en plus une tension alternative ΔV telle que

$$\Delta V = \Delta R(T) I$$

Connaissant le courant de polarisation et l'amplitude de l'oscillation thermique, nous déduisons :

$$\boxed{\frac{dR(T)}{dT} \approx \frac{1}{I} \frac{\Delta V}{\Delta T}}$$

Comme précédemment, le système de détection utilise un transformateur et un amplificateur dont le FET est placé à froid. La figure 50 illustre le principe de cette mesure. L'ensemble est placé au centre d'une petite bobine supraconductrice, ce qui permet de faire des mesures sous champ. La bobine de détection (cf. dM/dT) est ici remplacée par la prise de tension aux bornes de l'échantillon. Comme précédemment, nous travaillons à la résonance du circuit de détection. Celui-ci présentera donc pour les signaux alternatifs une grande impédance d'entrée. Il n'en est pas de même pour le courant continu de polarisation. En effet, le primaire du transformateur est supraconducteur, la résistance du circuit de détection est donc due uniquement aux fils de mesure

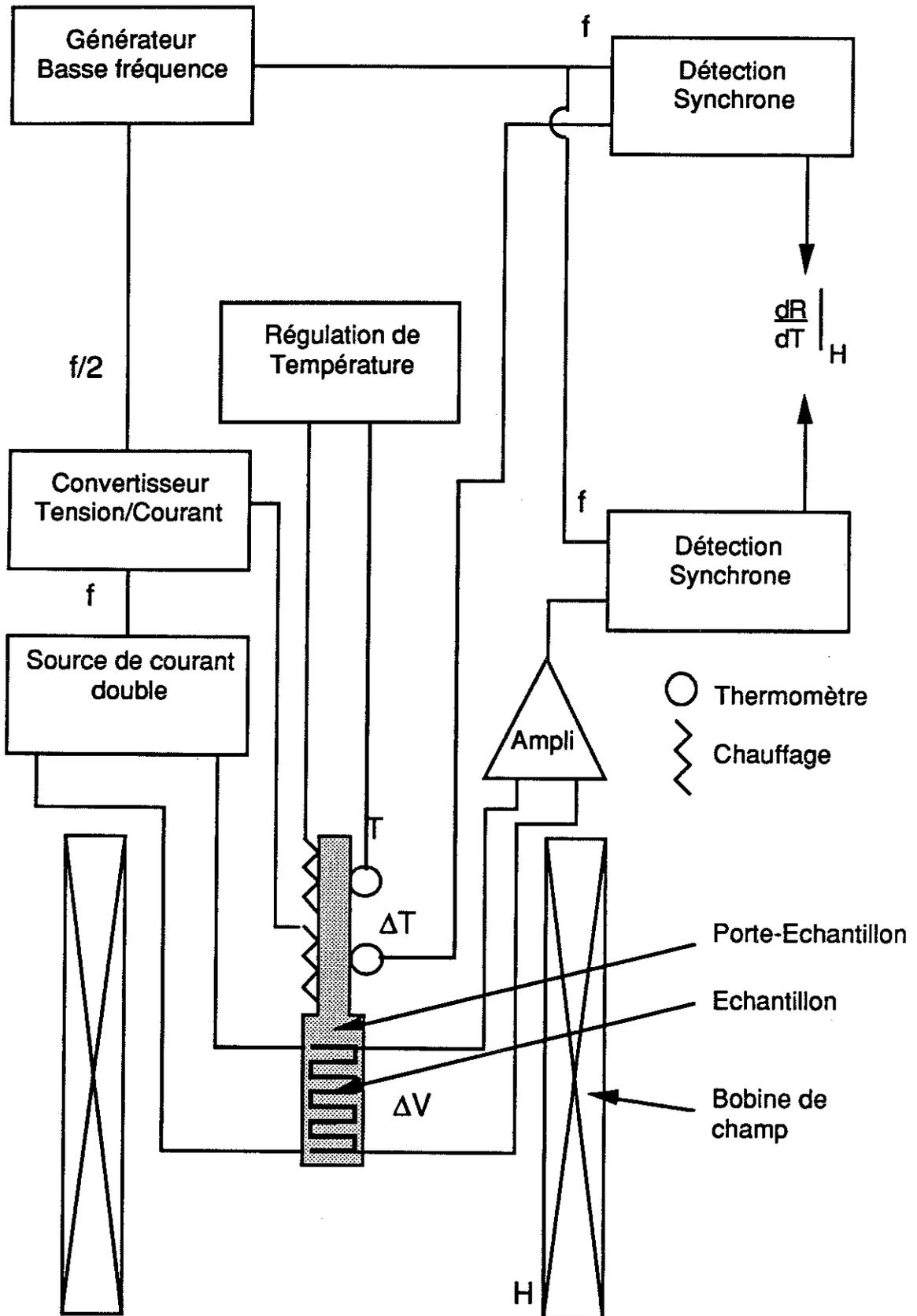


Figure 50: Schéma de principe du dispositif expérimental

et aux contacts sur l'échantillon. De ce fait, le courant continu de polarisation va se partager entre l'échantillon et le transformateur. Nous voyons donc qu'un tel système n'est pas envisageable car, d'une part, nous ne connaissons jamais le courant qui passe dans l'échantillon et, d'autre part, un courant continu va traverser le transformateur, ce qui risque de saturer le noyau et de limiter les performances de celui-ci. Pour éliminer ce problème, le schéma électrique suivant est proposé (Figure 51). Nous plaçons en série dans le circuit une résistance étalon connue ($R = 0.1 \Omega$). De ce fait, nous pouvons à l'aide d'une deuxième source de courant nous arranger pour que la différence de potentiel aux bornes du transformateur soit nulle. Pour cela, il suffit de vérifier la relation :

$$R I_2 = r I_1 .$$

Ainsi, aucun courant continu ne traverse le transformateur et le courant de polarisation est parfaitement connu. Pour appliquer cette technique, il nous faut cependant connaître au préalable la résistance de l'échantillon.

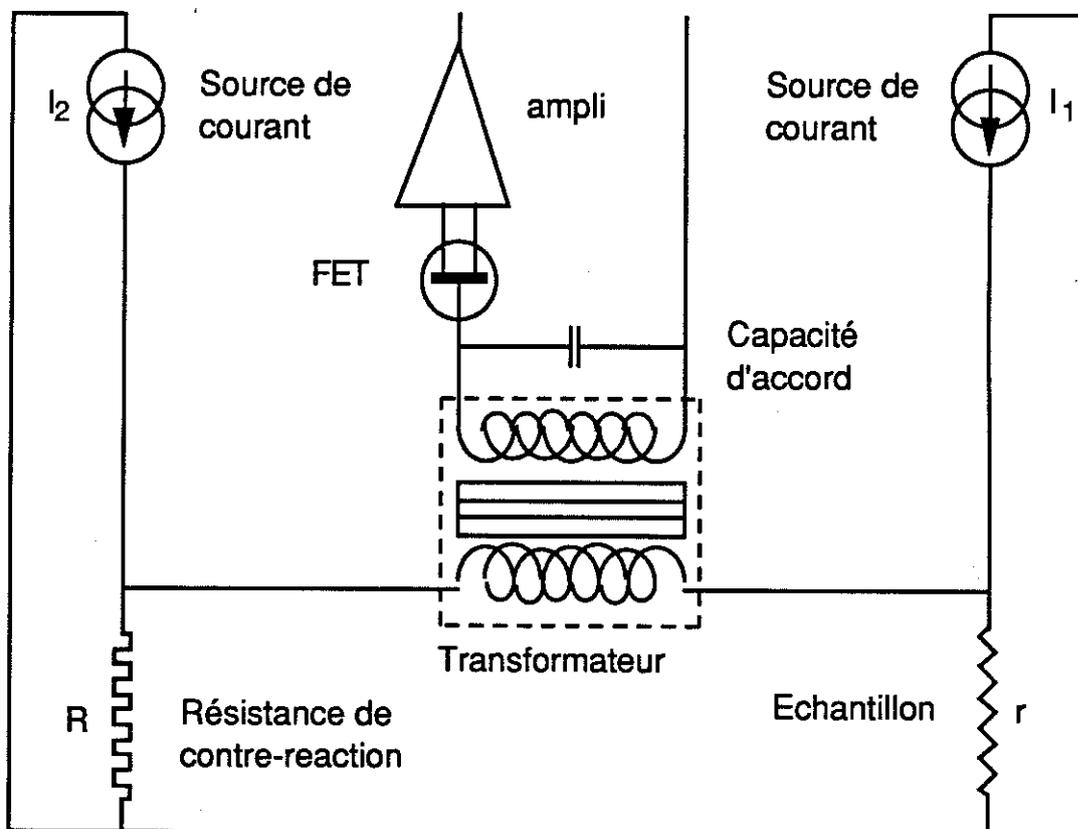


Figure 51

A.2 - PROCEDURE EXPERIMENTALE

A.2.1 - Mesure de la résistance de l'échantillon

Dans cette mesure, la température de l'échantillon n'est pas modulée. On injecte un courant alternatif I_1 de pulsation ω égale à la pulsation résonante ω_R . Il apparaît une tension aux bornes du transformateur. On injecte ensuite un courant alternatif I_2 dans la contre-réaction afin d'annuler ce signal. La tension aux bornes du transformateur étant nulle, nous pouvons écrire la relation suivante

$$rI_1 = RI_2$$

et en déduire la valeur de la résistance de l'échantillon connaissant la valeur de la contre-réaction. Nous pouvons remarquer que cette technique de mesure est en fait une mesure de zéro qui présente l'avantage de s'affranchir du gain de la boucle de détection.

A.2.2 - Mesure de $\frac{dR}{dT}$

Nous polarisons maintenant l'échantillon et la contre-réaction avec deux courants continus I_1 et I_2 vérifiant la relation précédente. Dans ces conditions, aucun courant continu ne traverse le transformateur et le courant I_1 qui parcourt l'échantillon est parfaitement connu.

La température de l'échantillon est modulée à la fréquence de résonance par l'intermédiaire d'un élément chauffant traversé par un courant de fréquence moitié. La tension qui apparaît aux bornes de l'échantillon est ensuite détectée et nous pouvons ainsi déterminer

$$\boxed{\frac{dR}{dT} = \frac{V}{G \cdot I_1} \times \frac{1}{dT}}$$

où G est le gain de notre boucle de mesure. Nous verrons plus loin comment il est déterminé.

A.3 - LE PORTE-ECHANTILLON

Le problème de l'oscillation thermique inhérent à cette technique est exactement le même que celui que nous avons exposé dans le premier chapitre. Il faut cependant remarquer qu'ici c'est un peu plus simple à réaliser dans la mesure où n'ayant pas de bobine de détection on peut rapprocher les thermomètres et chauffages de l'échantillon d'une part et le réaliser en cuivre d'autre part (pas de faux zéro). Il faut simplement prendre soin de bien thermaliser les fils de mesure afin d'éviter tout problème de f.e.m. parasites d'origine thermoélectrique. La chaîne de mesure thermique, ainsi que la thermométrie sont exactement les mêmes que précédemment.

Notre porte-échantillon se résume donc à un bloc de cuivre possédant deux couples thermomètre-chauffage relié au bain thermique par une fuite. L'échantillon sera ensuite collé sur celui-ci pour obtenir un bon contact thermique.

A.4 - APPAREILLAGE

Nous utilisons pour cette mesure le même appareillage que pour dM/dT (cryostat, détections synchrones, générateur BF, convertisseur tension/courant, préamplificateurs avec FET à froid ou pas). Nous possédons simplement en plus une source de courant double, bipolaire, isolée qui peut fonctionner soit en mode continu, soit en mode alternatif avec une référence externe. Les deux sources sont en plus asservies, c'est-à-dire qu'un des courants est fonction de l'autre :

$$I_2 = kI_1$$

ceci pour, d'une part, faciliter la mesure de la résistance de l'échantillon

$$r = \frac{RI_2}{I_1} = kR$$

et, d'autre part, pour diminuer les effets de dérive thermique d'une source par rapport à l'autre.

A.4.1 - Mise en équation du système

Le schéma électrique est illustré sur la figure 52.

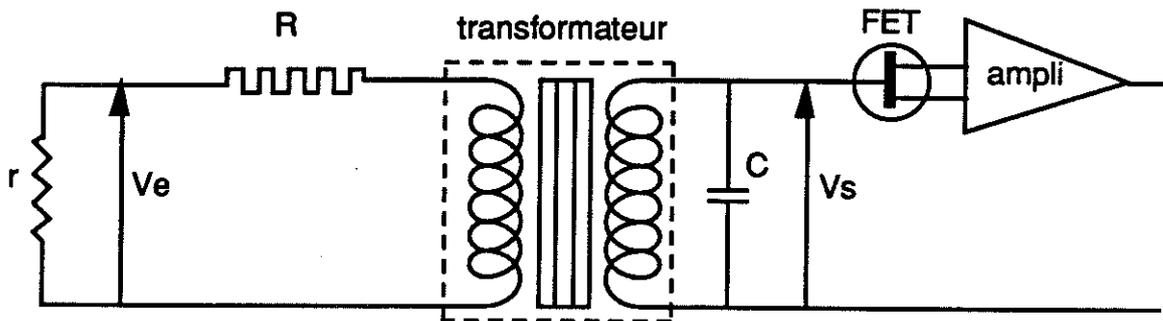


Figure 52

Procédons comme dans le cas dM/dT , en remplaçant le transformateur par un transformateur parfait de rapport de transformation n , d'inductance d'enroulement L , de capacité C_T des enroulements (négligeable devant la capacité d'accord C , de résistance parallèle R_T , d'une self l_f de fuite (négligeable) et de résistance de secondaire r_T , qui sera négligée devant les résistances de l'échantillon et de contre-réaction ramenées au secondaire ($r_T \ll n^2(R+r)$). Le schéma électrique équivalent ramené au secondaire est le suivant (Fig. 53).

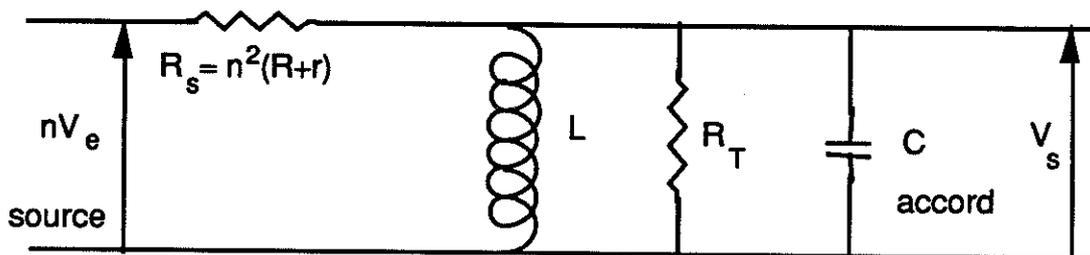


Figure 53

La fonction de transfert s'exprime alors facilement

$$T = \frac{V_s}{V_e} = \frac{n_j}{\frac{R_{//}}{L\omega} (1-LC\omega^2)+j} \frac{R_T}{R_s+R_T} \quad \text{avec } R_{//} = \frac{R_T R_s}{R_T+R_s}$$

Si nous posons $\omega_0^2 = \frac{1}{LC}$ et $Q = \frac{R_{//}}{L\omega_0} = R_{//}C\omega_0$, cette fonction devient

$$T = \frac{n_j}{Q \frac{\omega_0}{\omega} \left(1 - \frac{\omega^2}{\omega_0^2}\right) + j} \frac{R_T}{R_s+R_T}$$

A la résonance ($\omega = \omega_0$), le module de la fonction de transfert

$$|T| = \frac{n}{\sqrt{Q^2 \frac{\omega_0^2}{\omega^2} \left(1 - \frac{\omega^2}{\omega_0^2}\right)^2 + 1}} \times \frac{R_T}{R_s+R_T} \quad (40)$$

est maximum et vaut

$$|T| = n \frac{R_T}{R_s+R_T}$$

Contrairement à dM/dT , nous voyons qu'il n'y a pas de surtension à la résonance et que, pour avoir l'amortissement le plus faible, il faut que R_s (résistance au primaire ramenée au secondaire) soit petite devant la résistance parallèle du transformateur.

Pour calculer le rapport de transformation optimum que nous devons utiliser, nous introduisons les sources de bruit (Fig. 54) et menons un calcul semblable à celui du chapitre I.

L'expression du bruit s'écrit alors:

$$B_s^2 = |T|^2 e_s^2 + \bar{e}_t^2 + \bar{e}_a^2 + |Z_s|^2 (\bar{i}_t^2 + \bar{i}_a^2)$$

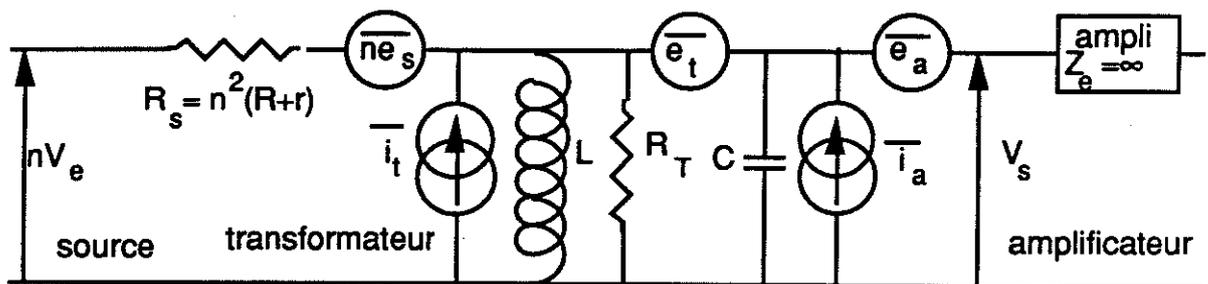


Figure 54

- \bar{e}_s : Bruit thermique de la source.
- \bar{i}_t, \bar{e}_s : Générateur de bruit du transformateur.
- \bar{i}_t, \bar{e}_a : Générateur de bruit de l'amplificateur dont l'impédance d'entrée est infinie.
- Z_s : Impédance de sortie du système.

$$Z_s = \frac{1}{\frac{1}{jL\omega} + jC\omega + \frac{1}{R_{//}}} = R_{//} \text{ à la résonance}$$

Ramenons le bruit à l'entrée du système à la fréquence de résonance en divisant son expression par la fonction de transfert

$$\bar{B}_e^2 = \bar{e}_s^2 + \frac{1}{|T|^2} \left(\bar{e}_t^2 + \bar{e}_a^2 + Z_s^2(\bar{i}_t^2 + \bar{i}_a^2) \right)$$

Pour optimiser le système, il suffit de trouver le rapport de transformation qui minimise le bruit à l'entrée. Pour simplifier le problème, nous supposons que la résistance du circuit au primaire ramenée au secondaire est négligeable devant la résistance parallèle du transformateur.

$$R_s < R_T \Rightarrow |T| \approx n.$$

Dans ces conditions, l'expression du bruit devient :

$$B_e^2 = \bar{e}_s^2 + \frac{\bar{e}_t^2 + \bar{e}_a^2}{n^2} + n^2 r_s^2 (\bar{i}_t^2 + \bar{i}_a^2) \text{ avec } r_s = R+r$$

L'adaptation est alors réalisée pour

$$\frac{\partial \bar{B}_e^2}{\partial n} = 0 \quad \Rightarrow \quad n^2 r_s = \sqrt{\frac{\bar{e}_t^2 + \bar{e}_a^2}{\bar{I}_t^2 + \bar{I}_a^2}} = Z_a$$

Si nous prenons pour Z_a la même valeur que pour $\frac{dM}{dT}$, soit $Z_a \approx 3 \text{ M}\Omega$, et pour r_s une valeur de $1 \text{ }\Omega$, nous obtenons un rapport optimal de 1732, ce qui nous conduit à bobiner 14 spires au primaire de notre transformateur qui comporte 25 000 spires au secondaire.

Il faut maintenant vérifier que $R_s = n^2 r_s$ est inférieur à R_T . Pour cela, nous mesurons en fonction de la fréquence le module de la fonction de transfert.

A.4.2 - Mesure du gain

Pour mesurer le gain, nous injectons un courant alternatif I_2 , de fréquence f , dans notre résistance de contre-réaction R et nous mesurons la tension de sortie V_s . Connaissant R ($0.1 \text{ }\Omega$), nous pouvons calculer le gain

$$G = \frac{V_s}{R \times I_2}$$

Nous avons reporté nos résultats sur la Figure 55. A partir de cette courbe, nous pouvons déduire quelques éléments, sachant que le maximum est atteint pour $f=9.75 \text{ Hz}$ avec un gain de 1310:

a) A la résonance $G = n \frac{R_T}{R_T + R_S}$, donc $\frac{R_T}{R_T + R_S} = 0.73$

b) Dans une bande de fréquence Δf , l'atténuation est inférieure à $\sqrt{2}$, ce qui nous permet de déterminer Q d'après (40):

$$Q = \frac{\omega \omega_0}{\omega_0^2 - \omega^2} = 2,4$$

- c) Nous pouvons maintenant calculer la résistance $R_{//}$. En effet, $Q = \frac{R_{//}}{L\omega_0} = R_{//}/C\omega_0$ ($C = 16$ nF).

$$R_{//} = \frac{Q}{C\omega_0} = 2,5 \text{ M}\Omega \quad \begin{cases} Q = 2,4 \\ C = 16 \text{ nF} \\ \omega_0 = 2\pi f_0 = 61 \end{cases}$$

- d) Connaissant $R_{//}$ et $\frac{R_T}{R_T+R_S}$, nous en déduisons

$$R_S = n^2 r_s = 3,4 \text{ M}\Omega, \text{ soit } r_s = 1,1 \text{ }\Omega \text{ (} n = 1786 \text{)}$$

et $R_T = 9,5 \text{ M}\Omega$

Ces différentes valeurs nous permettent de fitter $|T|(\omega)$ à l'aide de l'expression (40), avec une bonne précision. Nous vérifions bien que $R_S < R_T$. Cependant, nous aurions espéré une valeur de R_T plus élevée. Il faut toutefois remarquer que le maximum de la fonction de transfert $T = n \frac{R_T}{n^2 r_s + R_T}$ est obtenu pour $n^2 r_s = R_T$, soit $n = 2940$. Le gain que nous obtenons (1310) est proche de la valeur maximale que nous pouvions attendre, soit $\frac{n}{2} = 1470$.

A.4.3 - Performances

Nous avons relevé le bruit à notre fréquence de résonance ($f_0 = 9,75$ Hz), soit

$$B_s = 20 \text{ nV}/\sqrt{\text{Hz}}.$$

Celui-ci est plus grand que le bruit de l'électronique :

$$\bar{B}_s = \left[\bar{e}_a^2 + \bar{e}_t^2 + Z_s^2(\bar{i}_a^2 + \bar{i}_t^2) \right]^{1/2} < 10 \text{ nV}.$$

Il correspond en fait au bruit thermique de l'échantillon (1Ω) à 4,2 K multiplié par la fonction de transfert à la résonance, $T = 1310$:

$$B_e = \sqrt{4k_B T r \Delta f} = 12,5 \text{ pV}/\sqrt{\text{Hz}}$$

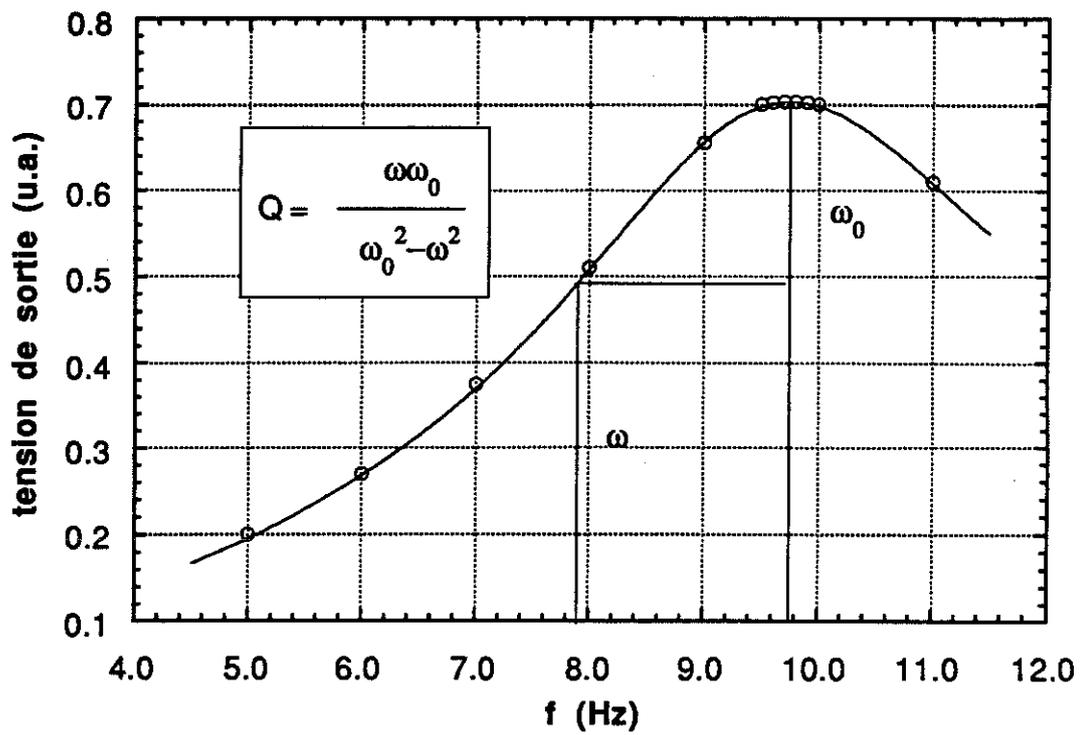


Figure 55: gain de la boucle de mesure

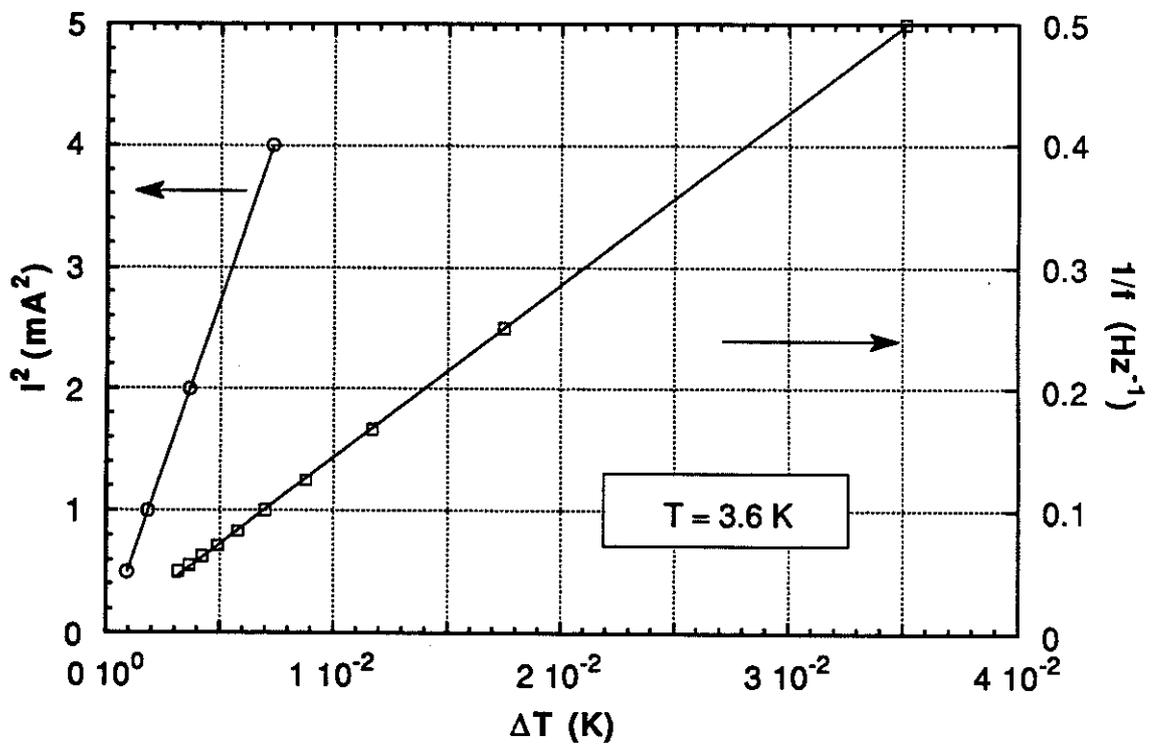


Figure 56: ΔT varie linéairement avec le courant et l' inverse de la fréquence

Cette tension de bruit correspond, pour un échantillon de 1Ω , polarisé par un courant de 100 mA, à une variation de $0,2 \text{ n}\Omega$, soit $2 \cdot 10^{-10}$ de la résistance de l'échantillon.

Remarque : La fréquence de travail est de 9,75 Hz. Elle est plus élevée que celle que nous avons retenue pour dM/dT . Cela est rendu possible par le fait que l'oscillation thermique est plus facile à réaliser dans la mesure où le porte-échantillon est plus compact. Les chauffages sont plus proches de l'échantillon. Nous vérifions bien (Fig. 56) que ΔT est proportionnel à l'inverse de la fréquence d'oscillation dans une large plage ($f < 20 \text{ Hz}$) et au carré du courant de chauffage.

A.5 - APPLICATION AU CuMn

A.5.1 - L'échantillon

L'alliage CuMn a aux basses températures une résistivité de l'ordre du $\mu\Omega\text{cm}$. Aussi, pour pouvoir le mesurer correctement, nous avons mis notre échantillon en forme (Fig. 57) de façon à avoir un grand rapport longueur sur section ($l/s \sim 10^6 \text{ cm}$).

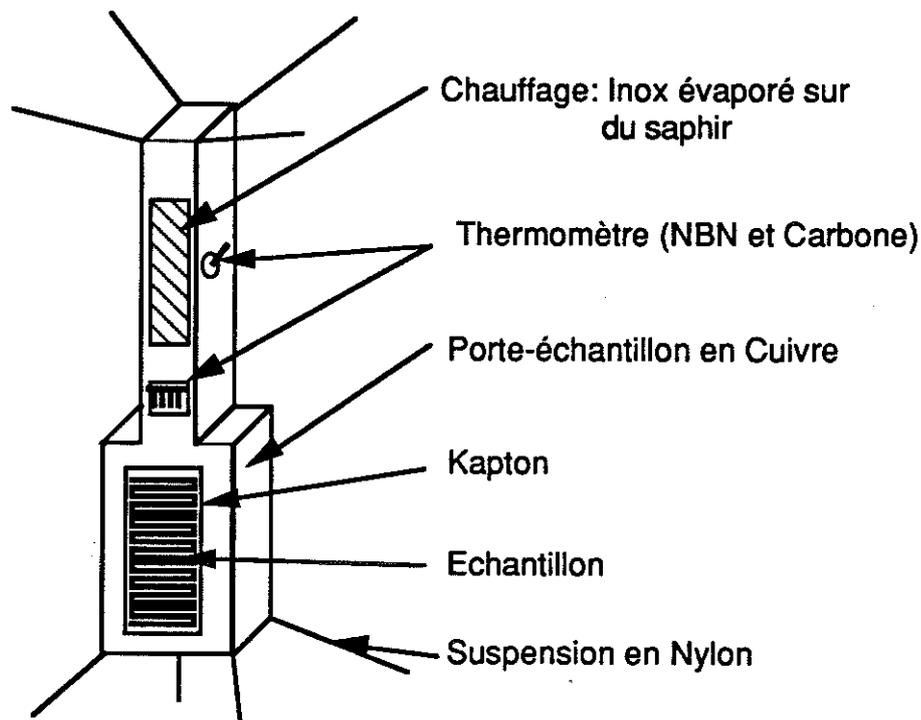


Figure 57

Nous sommes partis d'un lingot recuit [27], ayant la composition désirée (0,25 % At), que nous avons usiné en tranche de 0,5 mm d'épaisseur. Puis, par rectification, l'épaisseur a été amenée à 0,05 mm, avec des recuits intermédiaires. Enfin, pour terminer, nous avons fait une attaque acide. L'épaisseur finale est de 0,04 mm. Pour assurer l'isolement électrique, cette feuille a été collée sur un film de kapton de 12 μm d'épaisseur. L'échantillon a ensuite été gravé par une attaque chimique (perchlorure de fer). Le motif désiré a été obtenu par insolation au travers d'un masque d'une résine photosensible, préalablement déposée sur l'échantillon. L'échantillon obtenu présente une résistance de 2,657 Ω à l'ambiante et de 0,9619 Ω à 4,2 K. L'ensemble a enfin été collé sur le porte-échantillon avec de la colle à jauge de contrainte. Les contacts électriques ont été réalisés à l'aide d'une résine Epoxy chargée à l'argent pour éviter toute transition supraconductrice des soudures dans notre zone de travail, soit de 1 à 10 K.

A.5.2 - Mesure de la résistance

Nous avons mesuré la résistance de notre échantillon suivant la procédure décrite au paragraphe A.2.1, pour différents faibles champs magnétiques. Nos résultats sont illustrés sur la figure 58. Ils sont conformes à des mesures antérieures [64], c'est-à-dire qu'il y a une faible magnétorésistance négative, que la courbe $R(T)$ présente un maximum pour $T \approx 3T_c$ et qu'il n'y a pas d'accident sur la résistivité au voisinage de T_c (3,53 K).

A.5.3 - Mesure de dR/dT

Nous avons reporté sur la figure 59 nos résultats. La ligne en trait plein représente la mesure directe de la dérivée par la technique décrite précédemment. Les points quant à eux représentent la dérivée dR/dT calculée à partir de la courbe $R(T)$. Nous pouvons noter le très bon accord de la mesure directe avec la dérivée mathématique, mais avec une dispersion beaucoup plus faible. Nous voyons donc ici aussi l'intérêt de la mesure directe. En ce qui concerne le comportement de l'échantillon, nous ne notons aucune anomalie au voisinage de la transition. Ceci peut s'expliquer par le fait que $\frac{dR}{dT}$ varie comme la chaleur spécifique au voisinage de la transition

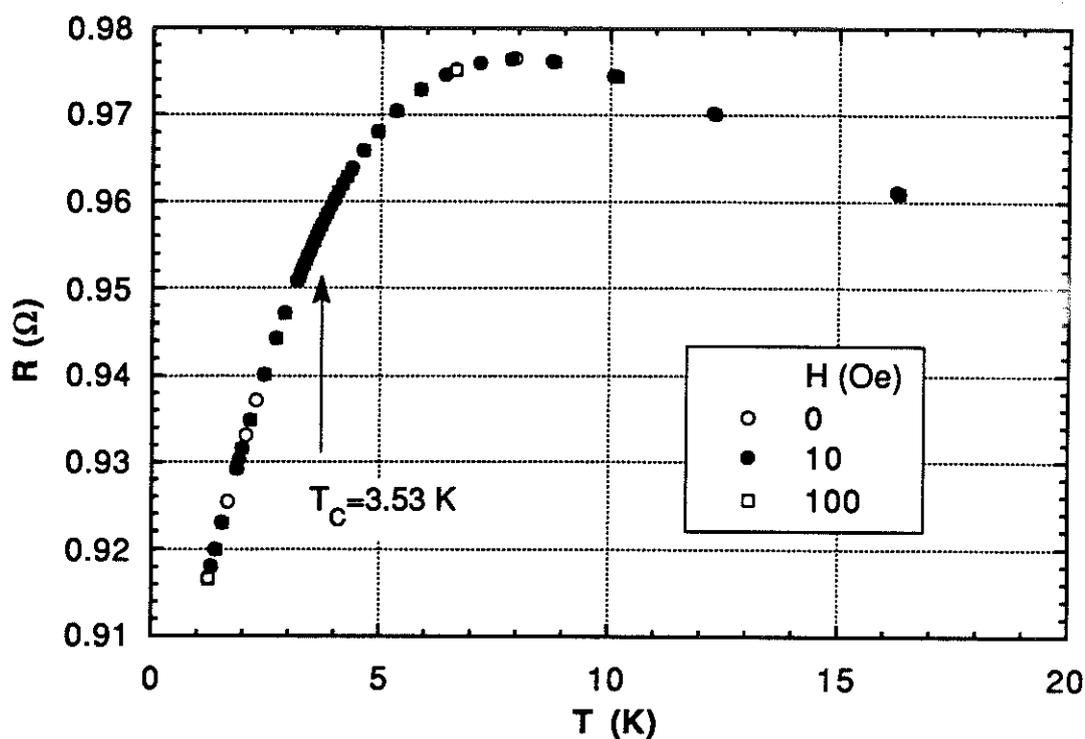


Figure 58: magnétorésistance du CuMn

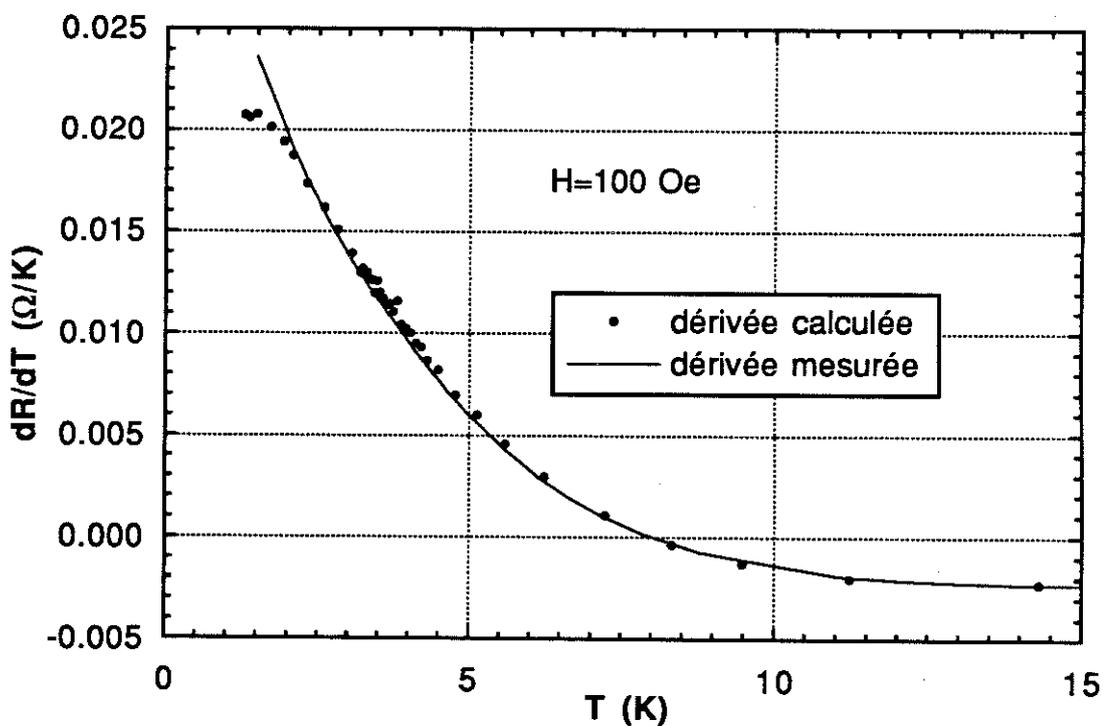


Figure 59: comparaison entre la dérivée calculée et celle mesurée

[65]. Or, comme nous l'avons déjà dit, l'exposant α qui traduit le comportement critique de la chaleur spécifique est élevé ($\alpha \approx -3$), ce qui explique une absence de divergence.

A.6 - CONCLUSION

Nous avons voulu montrer dans cette annexe qu'il était possible de mesurer directement la dérivée de la résistivité par rapport à la température. La technique que nous avons mise au point nous permet, d'une part de mesurer $R(T)$ avec une grande précision et, d'autre part, d'améliorer la précision de dR/dT par rapport à une dérivée calculée. Grâce à cette procédure expérimentale, nous pouvons étudier des transitions de phase magnétique. En effet, la quantité dR/dT qui est une propriété de transport, présente le même comportement que la chaleur spécifique qui est une propriété thermodynamique. Nous voyons ici l'intérêt d'une méthode qui accède directement à l'exposant critique α de la chaleur spécifique avec la précision des mesures résistives.

CONCLUSION

Nous avons développé dans ce mémoire la mise au point d'une technique originale de mesure directe de la dérivée de l'aimantation par rapport à la température. Nous obtenons une grande sensibilité puisque nous pouvons détecter des variations d'aimantation de l'ordre de quelques 10^{-10} u.e.m. grâce à l'emploi d'une électronique performante dont l'originalité est qu'une partie fonctionne dans l'hélium liquide. La thermométrie a également fait l'objet d'un soin attentif, notamment avec l'emploi de thermomètres évaporés.

Cette grande sensibilité nous a permis d'étudier deux systèmes avec une approche différente et originale.

Dans le cas du verre de spin, notre étude en faible champ montre que les exposants critiques qui décrivent la transition sont plus faibles que ceux obtenus en fort champ. Par ailleurs, nous avons pu vérifier la validité d'une loi de Maxwell, ce qui a priori n'était pas évident, dans la mesure où les verres de spin ont un comportement magnétique dépendant fortement de l'histoire thermique en fonction du champ magnétique appliqué.

Nos mesures de susceptibilité alternative effectuées sur un réseau supraconducteur confirment celles obtenues par mesure de magnétorésistance. Ces mesures permettent d'étudier la ligne de transition. Par contre, nos mesures sur la dérivée de l'aimantation par rapport à la température nous renseignent sur la dérivée de la ligne de transition par rapport au champ magnétique. Ce comportement est parfaitement expliqué par la théorie de Ginzburg-Landau.

La maîtrise des différents paramètres qui conditionnent la mesure, tant au niveau de la température que de la détection, nous permet d'envisager l'extension de cette technique à d'autres grandeurs physiques. Nous avons montré en particulier qu'il était possible de le faire sur la résistance.

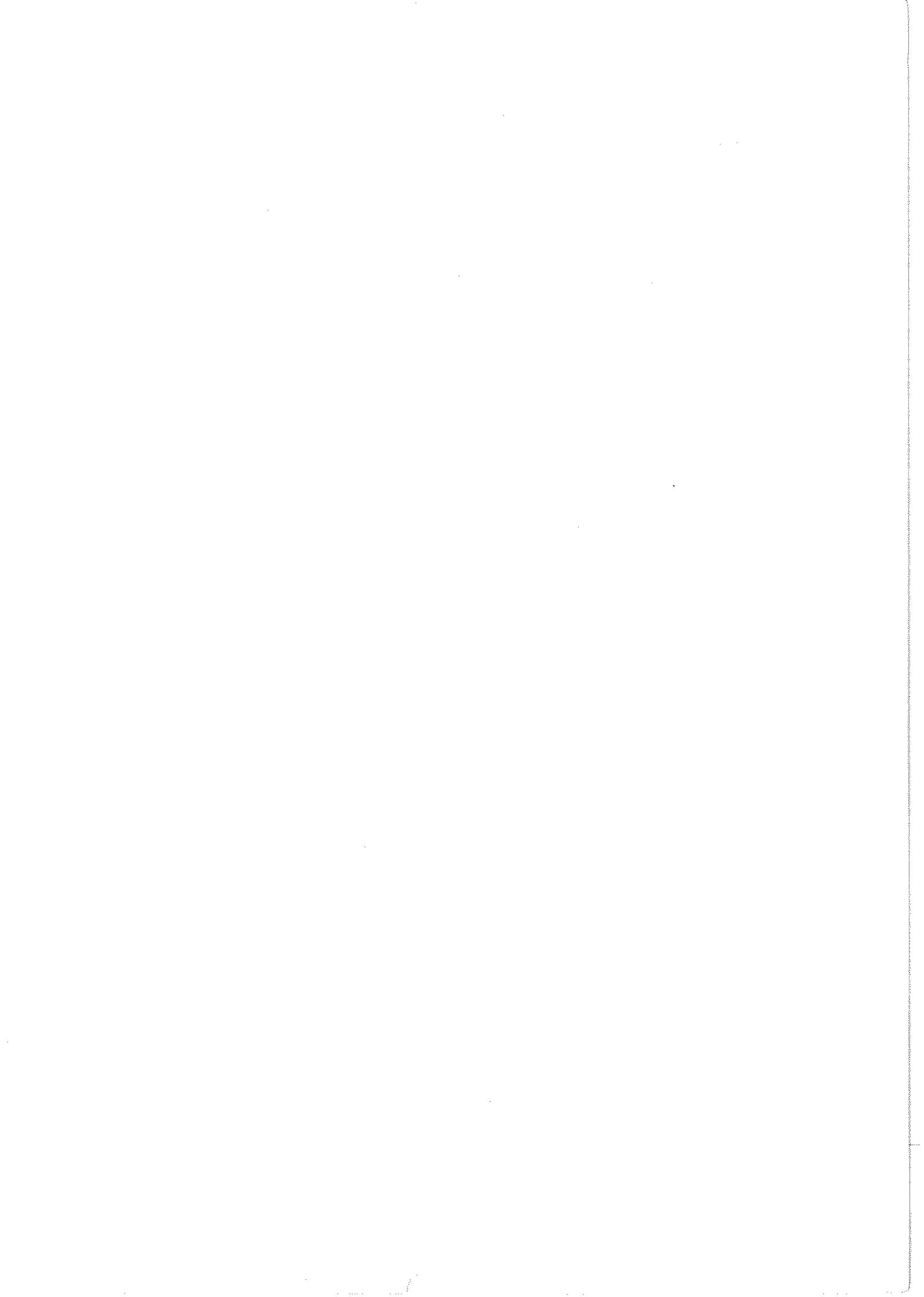
BIBLIOGRAPHIE

- [1] A. BERTON, J. CHAUSSY, J. ODIN, R. RAMMAL, R. TOURNIER, J.Phys. Lett. 43 (1982) L 153.
J. ODIN, Thèse d'état, Université de Grenoble (1982).
- [2] P. F. SULLIVAN, G. SEIDEL, Phys. Rev. 173 (1968) 173, Phys. Lett. 25A (1967) 229.
- [3] P. MANUEL, H. NIEDOBA, J.J. VEYSSIE, Rev. Phys. Appl. Z (1972) 107.
- [4] H.S. CARSLAW, J.C. JAEGER, Conduction of Heat in Solids, Oxford University Press, LONDON (1959).
- [5] R.D. BARNARD, Thermoelectricity in Metal and Alloys, Taylor and Francis Ltd (1972).
- [6] S.S. ROSENBLUM, W.A. STEYERT, F.R FICKET, Cryogenics 17 (1977) 645.
W.A. STEYERT, J. Appl. Phys. 49 (1978) 3612.
- [7] C. KITTEL, Introduction à la Physique des Solides, Dunod Université, PARIS (1972).
- [8] F. ZADVORNY, Thèse d'état, Université de Grenoble (1965).
- [9] CRICERAM, JARRIE, FRANCE.
- [10] R. BERMAN, E.L. FOSTER, M. ZIMAN, Proc. Roy. Soc. A231 (1955) 130.
- [11] Colle M610, Vishay Micromesures
- [12] J. PEYRARD, Thèse d'état, Université de Grenoble (1980).
- [13] E.J COTTS, A.C. ANDERSON, JLTP 43 (1981) 437.
- [14] W.E FOGLE, J.D. BOYER, N.E. PHILIPPS, J. VANCUREN, Phys. Rev. Lett. 47 (1981) 352.
F.J. du CHATENIER, J. de NOBEL, Physica 32 (1966) 1097.
D.L. MARTIN, Phys. Rev. B 21 (1980) 1902.
- [15] R. BERMAN, Proc. Phys. Soc. A65 (1952) 1029.
- [16] TOULOUKIAN, Thermophysical Properties of Matter, vol. 4 et 5, IFIPLNUM, NEWYORK-WASHINGTON, (1970).
- [17] Détecteur Multifonction PIO, Barras Provence, MANOSQUE, FRANCE.
- [18] R. CABANNEL, Thèse de l' université de Grenoble (1986).
R. CABANNEL, J. CHAUSSY, J. MAZUER, J.C. VILLEGIER, J. Phys. 49 (1988) 795.
R. CABANNEL, J. CHAUSSY, J. GENESTE, J. MAZUER, J.C. VILLEGIER, Thin Solid Films 185 (1990) 145.

- R. CABANNEL, J. CHAUSSY, J. MAZUER, G. DELABOUGLISSE, J.C. JOUBERT, G. BARRAL, C. MONTELLA, J. *Electochim. Soc.* **137** (1990) 1444.
- [19] Y.NG. TONG, Thèse de l' université de Grenoble (1980).
- [20] Cryoperm 10, VacuumSchmelze.
- [21] F. BARDONI, G. MAGGI, A. OTTAVIONO, G.V. PALATINO, *Rev. Sci. Ins.* **52** (1981) 1079.
- [22] D. CHOWDHURY, *Spin Glasses and other Frustrated Systems*, Princeton Series in Physics, NEW JERSEY, (1986).
- G. TOULOUSE, *Frustration et Désordre: Problème nouveau en mécanique statistique*, Congrès SFP, Editions de Physique, (1981).
- P.J. FORD, *Contemp. Phys.* **23** (1982) 141.
- R. RAMMAL, J. SOULETIE, *Spin Glasses*, Ecole des Houches, North Holland, (1980).
- K. BINDER, A. P. YOUNG, *Spin Glasses : Expimental facts, theoretical concepts and open questions.* *Rev. Mod. Phys.* **58** (1986) 801.
- [23] B. MANHES, Thèse d'état, Université de Grenoble (1971).
- [24] J.J. PREJEAN, Thèse d'état, Université de Grenoble (1980).
- J. SOULETIE, Thèse d'état, Université de Grenoble (1968).
- [25] J.J. PREJEAN, M.J. JOLICLERC, P. MONOD, *J. Phys.* **41** (1980) 427.
- [26] N. BOCCARA, *Symétries brisées*, Hermann, PARIS (1976).
- H.E. STANLEY, *Introduction to Phase Transitions and Critical Phenomena*, Oxford, LONDON, (1971).
- [27] L. LANDAU, E. LIFCHITZ, *Physique Statistique*, MOSCOU, (1967).
- [28] M.E. FISHER, *Rep. Prog. Phys.* **30** (1967) 615.
- [29] G.S. RUSHBROOK, *J. Chem. Phys.* **39** (1963) 842.
- [30] M.J. COOPERSMITH, *Phys. Rev.* **167** (1968) 478.
- [31] R.B. GRIFFITHS, *Phys. Rev. Lett* **14** (1968) 623.
- [32] M.E. FISHER, *Phys. Rev.* **180** (1969) 594.
- [33] B. WIDOM, *J. Chem. Phys.* **43** (1965) 3898.
- [34] M. SUZUKI, *Prog. Theo. Phys.* **58** (1977) 1151.
- [35] S.F. EDWARDS, P.W. ANDERSON, *J. Phys. F* **5** (1975) 965.
- [36] D.J. SHERRINGTON, S. KIRCKPATRICK, *Phys. Rev. Lett.* **35** (1975) 1792.
- [37] J.R.L. de ALMEIDA, D.J. THOULESS, *J. Phys.* **A11** (1978) 983.
- A. BLANDIN, M. GABAY, T. GASEL, *J. Phys.* **C13** (1980) 403.
- R. RAMMAL, Thèse d'état, Université de Grenoble (1981).

- [38] G. PARISI, J. Phys. A13 (1980) 1887.
- [39] G. PARISI, G. TOULOUSE, J. Phys. Lett. 41 (1980) L361.
- [40] V. CANNELLA, J.A. MYDOSH, Phys. Rev. B 6 (1972) 4220.
- [41] R.A. FISHER, E.W. HORNUNG, N.E. PHILLIPS, J. VAN CUREN,
Proceedings of LT17, Elsevier Science Publisher, North-Holland,
AMSTERDAM, CC1 (1984) 437.
J.L. CAREAGA, B. DREYFUS, R. TOURNIER, L. WEIL, Proceedings of
LT10, MOSCOU (1966).
R. OMARI, J.J. PREJEAN, J. SOULETIE, J. Phys. 44 (1983) 1069.
- [42] S.C. NAGATA, P.H. KEESOM, H.R. HARISSON, Phys. Rev. B 19 (1979)
1633.
T. MIZOGUCHI, T.R. MAC GUIRE, S. KIRKPATRICK, R.J. GAMBINO,
Phys. Rev. Lett. 38 (1977) 89.
- [43] A. BERTON, J. CHAUSSY, P. GANDIT, J. ODIN, Phys. Lett. 102A
(1984) 437.
W.E. FOGLE, J.D. BOYER, N.E. PHILIPPS, J. VANCUREN, Phys. Rev.
Lett. 50 (1983) 1815.
G.E. BRODALE, R.A. FISCHER, W.E. FOGLE, N.E. PHILIPPS, J.
VANCUREN, Proceedings of LT17, Elsevier Science Publisher, North-
Holland, AMSTERDAM, CQ1 (1984).
- [44] M. GABAY, G. TOULOUSE, Phys. Rev. Lett. 47 (1981) 201.
- [45] H. BOUCHIAT, J. Phys. 47 (1986) 71.
L.P. LEVY, A.T. OGIELSKI, Phys. Rev. Lett. 37 (1986) 3288.
- [46] A.T. OGIELSKI, Phys. Rev. B 32 (1985) 7384
- [47] Coherence in Superconducting Networks, Physica B 152 (1988)
- [48] Electronic Properties of 2D Systems, Surface Science 229 (1990)
- [49] P. GANDIT, J. CHAUSSY, B. PANNETIER, A. VAREILLE, A. TISSIER,
Europhys. Lett 3 (1987) 623.
P. GANDIT, J. CHAUSSY, B. PANNETIER, R. RAMMAL, Physica B 152
(1988) 32.
- [50] P.G. de GENNES, C.R. Acc. Sci. B 292 (1981) 9.
S.A. ALEXANDER, Phys. Rev. B 27 (1983) 1541.
R. RAMMAL, T.C. LUBENSKI, G. TOULOUSE, Phys. Rev. B 27 (1983)
2820.
- [51] B. PANNETIER, J. CHAUSSY, R. RAMMAL, J. Phys. Lett. 44 (1983) L853.
B. PANNETIER, J. CHAUSSY, R. RAMMAL, J.C. VILLEGIER,
Phys. Rev. Lett. 53 (1984) 1845

- [52] J.M. GORDON, A.M. GOLDMAN, J. MAPS, J. COSTELLO, R. TIBERIO, B. WHITEHEAD, Phys. Rev. Lett. 56 (1986) 2280.
B. DOUCOT, Y.Y. WANG, J. CHAUSSY, B. PANNETIER, A. VAREILLE, D. HENRY, Phys. Rev. Lett. 57 (1986) 1235.
Y.Y. WANG, R. STEINMANN, J. CHAUSSY, R. RAMMAL, B. PANNETIER,
Jpn. Journal Appl. Phys. 26 (1987) 1415.
- [53] J.M. GORDON, A.M. GOLDMAN, B. WHITEHEAD,
Phys. Rev. Lett. 59 (1987) 2311.
R. STEINMANN, B. PANNETIER, Europhys. Lett. 5 (1988) 559.
R. STEINMANN, B. PANNETIER, Physica C 153 (1988) 1487.
- [54] Y.Y. WANG, R. STEINMANN, J. CHAUSSY, R. RAMMAL, B. PANNETIER,
Proceedings of LT18, Kyoto (1987).
A. BEHROOZ, M.J. BURNS, H. DECKMAN, D. LEVINE, B. WHITEHEAD, P.M. CHAIKIN, Phys. Rev. Lett. 57 (1986) 368.
- [55] W.A. LITTLE, R.D. PARKS, Phys. Rev. Lett. 9 (1962) 9.
R.D. PARKS, W.A. LITTLE, Phys. Rev. A13 (1964) 97.
- [56] O. BUISSON, Thèse de l'université de Grenoble (1990).
- [57] M. TINKHAM, Introduction to the Superconductivity,
Mc Graw Hill, New-York (1975).
- [58] Y.Y. WANG, R. RAMMAL, B. PANNETIER, J.L.T.P. 68 (1987) 301.
Y.Y. WANG, R. RAMMAL, B. PANNETIER, J. Phys. 48 (1987) 2067.
Y.Y. WANG, R. RAMMAL, B. PANNETIER, J. Phys. 49 (1988) 2045.
- [59] A.A. ABRIKOSOV, Sov. Phys. J.E.T.P. 5 (1957) 1174.
- [60] P.G. HARPER, Proc. Phys. Soc. London a63 (1955) 874.
- [61] D.R. HOFSTADTER, Phys. Rev. B 14 (1976) 2239.
- [62] M.V. BERRY, Scientific American December (1988).
M.V. BERRY, Proc. Roy. Soc. A392 (1984) 45.
- [63] Y.Y. WANG, Thèse de l'université de Grenoble (1987).
B. PANNETIER, Ecole des Arcs, Quantum Coherence in Mesoscopic Systems, Ed B. Kramer, Plenum Press, New-York, B254 (1991) 457.
- [64] P.J. FORD, J.A. MYDOSH, Phys. Rev. B 14 (1976) 2057.
A.K. MAJUMDAR, V. OESTREICH, Phys. Rev. B 30 (1984) 5342.
- [65] M.E. FISHER, J.S. LANGER, Phys. Rev. Lett. 20 (1968) 665.



Résumé:

Nous présentons dans ce mémoire une technique expérimentale qui permet un accès direct à la dérivée de l'aimantation par rapport à la température, entre 1 et 10 Kelvin et sous champ magnétique. La variation d'aimantation de l'échantillon, induite par une petite oscillation sinusoïdale de température, est mesurée par une bobine de détection associée à une électronique performante, dont une partie fonctionne dans l'Helium liquide. En outre une mesure de susceptibilité alternative à basse fréquence est possible.

La haute sensibilité de l'appareillage nous a permis l'étude originale, d'une transition verre de spin et de phénomènes de quantification du flux magnétique dans un réseau carré supraconducteur au voisinage de la transition.

Abstract :

In this thesis, we present an experimental technique which permits a direct measurement of the derivative of the magnetization in respect to the temperature, between 1 and 10 Kelvin, in a magnetic field. The variation of the magnetization of the sample, induced by a small temperature oscillation, is measured by a very sensitive electronic device, part of which functions in liquid Helium. With the same apparatus, we can also make alternative susceptibility measurements.

The high sensitivity of the device allowed us to study a spin glass transition, and magnetic flux quantization phenomena in a superconducting square network near the transition.

Mots clés :

- oscillations de température
- amplification bas niveau
- conduction thermique
- diffusivité thermique
- aimantation
- verre de spin
- réseau supraconducteur
- théorie de Ginzburg Landau

