

# Thèse

présentée par

Sébastien TRIQUENEAUX

pour obtenir le titre de docteur  
de l'Université Paul Sabatier de Toulouse  
Ecole Doctorale de Physique et Nanophysique

## Nouvelles mesures de la susceptibilité nucléaire de l' $^3\text{He}$ liquide à très basse température

Date de soutenance: 10.07.2001

Composition du jury:

Y. Bunkov  
H. Godfrin  
M. Krusius  
P. J. Nacher (Rapporteur)  
E. Sorensen (Rapporteur, Président)

Thèse préparée au Centre de Recherches sur les Très Basses Températures  
- Centre National de la Recherche Scientifique -



# Remerciements

C'est à croire que le CRTBT s'est spécialisé dans les thèses à suspense ! Le déroulement suit assez souvent le même schéma : les deux premières années de la thèse sont consacrées à mettre au point et tester un appareillage de mesure ou une cellule expérimentale très spécifique, parfois les deux. Ce temps peut paraître long, et le thésard en est d'ailleurs le premier surpris, mais le domaine des basses températures est exigeant. Chaque nouvelle mise en froid est une procédure de plusieurs jours qui met en jeu des appareillages lourds et délicats, voire capricieux. Bienheureux celui qui manipule un cryostat à dilution pendant trois années consécutives sans problème de fuite, de bouchage ou autres avaries ayant pour conséquence une dégradation des performances recherchées.

On peut alors imaginer les inquiétudes de l'étudiant qui aborde sa dernière année de thèse sans véritable résultat scientifique et donc avec le vague sentiment de jouer à quitte ou double. Le responsable de thèse est généralement beaucoup plus serein, à croire qu'il en est passé par là. Curieusement, il ne parviendra pas à rassurer "son" étudiant. Bien sûr, ce dernier ne manque pas de faire profiter tout son entourage de ses angoisses de fin de thèse.

Une règle un peu empirique veut pourtant que tout se débloque effectivement pendant cette dernière année : le cryostat est enfin réparé, la cellule est finalement opérationnelle, bref, tout marche et les résultats commencent à "tomber". Vient alors l'époque de la rédaction, réalisée dans l'urgence et sous la pression des dernières manipes, nouvelle occasion pour tester la résistance des proches.

C'est après coup qu'on réalise que tout ceci ne relève pas vraiment du hasard : ce domaine de recherche est effectivement délicat, mais il y a dans ce laboratoire de rares compétences qui, mises bout à bout, ou côte à côte, sortent les expériences de l'impasse où le thésard les voyait engagées. Il est temps de remercier tous les acteurs de cette longue expérience, membres du laboratoire comme entourage.

A vous tous, merci !



# Table des matières

<b>Introduction</b>	<b>1</b>
<b>1 Dispositif expérimental</b>	<b>3</b>
1.1 Le cryostat à dilution . . . . .	3
1.1.1 Description du cryostat . . . . .	4
1.1.2 Régulation à haute température dans le mode dilution . . . . .	4
1.1.3 Régulation alternative à haute température . . . . .	6
1.1.4 Contrôle de la dérive en température . . . . .	8
1.2 La platine expérimentale . . . . .	9
1.2.1 Description de la base en cuivre . . . . .	10
1.2.2 Thermalisation du thermomètre à courbe de fusion . . . . .	11
1.2.3 Les cellules expérimentales . . . . .	13
1.3 Le spectromètre à RMN . . . . .	14
1.3.1 Spectromètre "à chaud" . . . . .	15
1.3.2 Intérêt de l'atténuateur étalon . . . . .	16
1.3.3 Valeurs numériques . . . . .	18
<b>2 Thermométrie</b>	<b>21</b>
2.1 Thermomètre à courbe de fusion . . . . .	22
2.1.1 L'échelle provisoire de température PLTS2000 . . . . .	23

2.1.2	Description de notre thermomètre à courbe de fusion, mise en œuvre . . .	24
2.1.3	Stabilité du thermomètre à courbe de fusion . . . . .	27
2.1.4	Le minimum de la courbe de fusion . . . . .	29
2.2	Etalonnage de thermomètres secondaires . . . . .	32
2.2.1	Thermométrie de la tension de vapeur de l' $^4\text{He}$ . . . . .	33
2.2.2	Le thermomètre magnétique à CMN . . . . .	34
2.2.3	Les résistances de carbone . . . . .	36
2.3	Fil vibrant microfabriqué. . . . .	39
2.3.1	Principe . . . . .	39
2.3.2	Fil vibrant dans le régime balistique . . . . .	40
2.3.3	Intérêt de la microfabrication . . . . .	42
2.3.4	Processus de microfabrication . . . . .	44
2.3.5	Caractérisation des premiers fils microfabriqués . . . . .	47
2.3.6	Perspectives . . . . .	48
<b>3</b>	<b>Susceptibilité de l'<math>^3\text{He}</math></b>	<b>51</b>
3.1	Aperçu des théories sur les liquides de Fermi . . . . .	52
3.1.1	Le gaz de Fermi idéal . . . . .	53
3.1.2	Théorie de Landau des liquides de Fermi . . . . .	54
3.1.3	Théories microscopiques . . . . .	55
3.1.4	Prédictions sur la susceptibilité à basse température . . . . .	57
3.2	Mesures de susceptibilité de l' $^3\text{He}$ dans l'aérogel . . . . .	58
3.2.1	Intérêt d'une mesure de l' $^3\text{He}$ normal dans l'aérogel . . . . .	58
3.2.2	Déroulement de l'expérience . . . . .	59
3.2.3	Résultats expérimentaux, signal du solide . . . . .	60
3.2.4	Comparaison avec les mesures de Ramm et al. . . . .	61

3.3	Mesures de susceptibilité de l' $^3\text{He}$ massif . . . . .	64
3.3.1	Thermalisation des spins nucléaires . . . . .	64
3.3.2	Etude des erreurs systématiques . . . . .	67
3.3.3	Susceptibilité de l' $^3\text{He}$ à haute température . . . . .	71
3.3.4	Détermination de $T_f^{**}$ à partir de la susceptibilité à $T \simeq 0$ . . . . .	73
3.3.5	Comparaison avec les mesures de Ramm et al. . . . .	75
3.4	Exploitation des données, comparaison avec les théories . . . . .	80
3.4.1	Le comportement à basse température . . . . .	81
3.4.2	La limite à $T = 0$ . . . . .	82
<b>A</b>	<b>Éléments de thermométrie</b>	<b>89</b>
A.1	Ajustement $T(P)$ d'après l'échelle PLTS2000 . . . . .	89
A.2	Tension de vapeur de l' $^4\text{He}$ . . . . .	92
A.3	Résistances de type Speer $100\ \Omega$ et Allen Bradley $47\ \Omega$ . . . . .	93
<b>B</b>	<b>Paramètres de Landau de l'<math>^3\text{He}</math> liquide</b>	<b>95</b>



# Liste des figures

1.1	Schéma du cryostat à dilution . . . . .	5
1.2	Schéma thermique idéal pour la régulation de la base en cuivre . . . . .	6
1.3	Gradients thermiques sur la base en cuivre . . . . .	7
1.4	Photographie de la partie basse du cryostat . . . . .	10
1.5	Schéma de la base en cuivre . . . . .	11
1.6	Schéma thermique réel pour la régulation de la base en cuivre . . . . .	12
1.7	Cellule de RMN pour l' $^3\text{He}$ en présence d'aérogel . . . . .	13
1.8	Cellule de RMN de l' $^3\text{He}$ massif, partie externe . . . . .	14
1.9	Cellule de RMN de l' $^3\text{He}$ massif, partie interne . . . . .	14
1.10	Schéma de la chaîne d'acquisition RMN . . . . .	16
1.11	Exemple de raie RMN . . . . .	17
1.12	Schéma du circuit RLC . . . . .	17
2.1	Thermomètres pour les basses températures . . . . .	22
2.2	Diagramme P-T de la courbe de fusion de l' $^3\text{He}$ . . . . .	23
2.3	Schéma du thermomètre à courbe de fusion . . . . .	25
2.4	Diagramme $\rho$ -T de la courbe de fusion de l' $^3\text{He}$ . . . . .	26
2.5	Etalonnage P(C) du thermomètre à courbe de fusion . . . . .	27
2.6	Ajustement de la courbe P(C) . . . . .	28
2.7	Stabilité du thermomètre à courbe de fusion . . . . .	29

2.8	Cas limites pour l'utilisation du thermomètre à courbe de fusion . . . . .	31
2.9	Tracé du minimum de la courbe de fusion . . . . .	32
2.10	Etalonnage des résistances à haute température . . . . .	34
2.11	Influence de l'environnement du CMN sur la mesure de résistance . . . . .	35
2.12	Etalonnage du thermomètre magnétique . . . . .	35
2.13	Problème de la mesure du CMN à basse température . . . . .	36
2.14	Etalonnage des résistances de carbone: R20 . . . . .	37
2.15	Etalonnage des résistances de carbone: R10 . . . . .	37
2.16	Effet de magnétorésistance . . . . .	38
2.17	Courbe de résonance d'un fil vibrant . . . . .	39
2.18	Fil vibrant traditionnel . . . . .	43
2.19	Procédé de microfabrication . . . . .	45
2.20	Fil vibrant microfabriqué: vue de dessus . . . . .	46
2.21	Fil vibrant microfabriqué: vue de côté . . . . .	46
2.22	Courbes de résonance non linéaires . . . . .	48
3.1	Susceptibilité de l' $^3\text{He}$ : courbe de référence à 0,28 MPa . . . . .	52
3.2	Structure spatiale d'un aérogel de silice . . . . .	58
3.3	Exemple de temps de thermalisation des spins nucléaires en présence d'aérogel . . . . .	60
3.4	Susceptibilité de l' $^3\text{He}$ dans l'aérogel . . . . .	61
3.5	Comparaison avec les données de Ramm et al. à 0,29 MPa . . . . .	62
3.6	Utilisation des paramètres de Ramm et al. pour l'analyse de nos données . . . . .	63
3.7	Temps de thermalisation de l' $^3\text{He}$ massif . . . . .	66
3.8	Facteur de qualité du circuit RLC en fonction de la température . . . . .	67
3.9	Influence de la largeur de balayage sur la mesure de susceptibilité . . . . .	68
3.10	Contribution du solide à la susceptibilité totale . . . . .	69

3.11	Courbe $V_m(T)$ pour $P = 0,29 \text{ MPa}$ . . . . .	70
3.12	Estimation de l'erreur commise sur $T_f^{**}$ pour une mesure à pression fixe . . . . .	71
3.13	Constante de Curie effective de notre système, mesures à $P$ fixe . . . . .	72
3.14	Constante de Curie effective de notre système, mesures à $T$ fixe . . . . .	72
3.15	Courbes de susceptibilité normalisée de l' $^3\text{He}$ massif en fonction de la pression . . . . .	73
3.16	Détermination de $T_f^{**}$ d'après les mesures à $T \simeq 0$ . . . . .	74
3.17	Courbe comparative des $T_f^{**}$ dans l' $^3\text{He}$ massif . . . . .	75
3.18	Détermination de $T_f^{**}$ d'après nos mesures et celles de Ramm et al. selon la même méthode . . . . .	76
3.19	Variation de la largeur de raie en fonction de la température . . . . .	78
3.20	Historique des mesures de susceptibilité dans l' $^3\text{He}$ liquide . . . . .	79
3.21	Susceptibilité de l' $^3\text{He}$ liquide d'après Nacher et al. . . . .	80
3.22	Détermination de la température de Fermi par ajustement en $T^2$ . . . . .	81
3.23	Courbe universelle $\chi_m T_f^{**}/C_m$ en fonction de $T^2/T_f^{**2}$ . . . . .	82
3.24	Facteur de renforcement magnétique en fonction de $m^*/m$ . . . . .	83
3.25	$F_0^a$ en fonction de $m^*/m$ . . . . .	84
3.26	Courbe $1 + F_0^a$ en fonction de $m/m^*$ . . . . .	84
3.27	Agrandissement de la courbe $1 + F_0^a$ en fonction de $m/m^*$ autour de nos valeurs . . . . .	85
A.1	Ecart relatif entre la température définie pour l'échelle PLTS2000 et la température déterminée par ajustement . . . . .	91
A.2	Ecart relatif entre la température ajustée et la température mesurée pour les résistances de carbone . . . . .	94



# Introduction

L'équipe ultra basses températures du CRFBT s'intéresse au magnétisme nucléaire de l' $^3\text{He}$  et plus particulièrement aux systèmes modèles pour la physique de la matière condensée. L' $^3\text{He}$  " 2D ", au travers de films adsorbés sur des substrats de graphite, aussi bien que l' $^3\text{He}$  " 3D ", qu'on appellera par la suite  $^3\text{He}$  massif, ont été passés au crible de la résonance magnétique nucléaire (RMN). L' $^3\text{He}$  massif dans un milieu désordonné tel qu'un aérogel de silice est un sujet qui recouvre les deux domaines. Des atomes d' $^3\text{He}$  sont adsorbés en surface, tandis que les propriétés de l' $^3\text{He}$  dans les pores s'apparentent à celles de l' $^3\text{He}$  massif, avec toutefois des spécificités intéressantes. Anne-Sophie Chen [1] a étudié les propriétés du magnétisme nucléaire dans l'état superfluide, mais aussi dans l'état normal jusqu'à des températures de l'ordre de  $30\text{ mK}$ . Une expérience relativement aisée à mettre en œuvre sur un cryostat à dilution consistait alors à compléter les mesures de susceptibilité à plus haute température et, surtout, de lever une ambiguïté sur les paramètres de Landau de l' $^3\text{He}$  liquide dans un tel système. Il semblait en effet que ces paramètres s'écartaient significativement des valeurs admises depuis la parution des articles de référence de Ramm et al. [2, 3]. Ceci était d'autant plus étonnant que l'on n'attend aucun effet majeur de l'aérogel sur les propriétés magnétiques de l' $^3\text{He}$  normal.

Nous avons choisi de relancer des expériences de mesure systématique de susceptibilité sur l' $^3\text{He}$  massif afin de s'assurer de ses propriétés magnétiques à l'aide de moyens de refroidissement et de mesure plus performants qu'en 1970. En cours d'expérience, nous nous sommes retrouvés confrontés aux besoins d'une thermométrie très précise sur toute la gamme de température à couvrir. Un long travail d'étalonnage a donc été effectué. Cet étalonnage dépasse toutefois largement le cadre de cette expérience. A l'heure où la communauté scientifique européenne propose une extension de l'échelle internationale de température, il nous a permis d'aborder le problème de la validation de la thermométrie par la courbe de fusion de l' $^3\text{He}$ . Dans ce cadre, le développement de thermomètres pour les ultra basses températures, les fils vibrants, prend également tout son sens.

Nous avons alors pu compléter nos mesures de susceptibilité et ainsi les comparer à celles de Ramm et al. A l'arrivée, il nous apparaît que nos résultats sont fiables et qu'ils remettent effectivement en cause les résultats précédents. Nous proposons alors non seulement de nouvelles

valeurs pour les paramètres de Landau de l' $^3\text{He}$  liquide, mais aussi de nouvelles perspectives pour une théorie microscopique de l' $^3\text{He}$ .

Par souci de clarté, l'exposé de cette thèse ne rend pas compte du déroulement chronologique des expériences. La présentation est la suivante :

- Dans une première partie, nous présentons le dispositif expérimental : cryostat, chaîne d'acquisition, cellules expérimentales. L'accent est mis sur la précision et la fiabilité du dispositif.
- Le deuxième chapitre est essentiellement consacré à la thermométrie. Nous nous penchons dans un premier temps sur le thermomètre à courbe de fusion et sur l'échelle provisoire de thermométrie PLTS2000. Le problème essentiel de l'étalonnage de nos thermomètres sur une large gamme de température est ensuite traité. Enfin, une section est consacrée au thermomètre à fil vibrant dont les développements technologiques devraient permettre d'étendre la gamme des températures accessibles à la mesure.
- La dernière partie s'appuie sur les deux précédentes pour traiter le magnétisme de l' $^3\text{He}$  liquide. Le cas de l' $^3\text{He}$  massif dans l'aérogel est discuté en premier, puis on s'intéresse à l' $^3\text{He}$  massif seul. Enfin, nous comparons nos résultats aux données antérieures et discutons des développements théoriques possibles avec ces nouvelles mesures.
- Enfin, viennent quelques annexes qui ont pour ambition d'être une aide aux expérimentateurs des basses températures.

# Table des matières

<b>1</b>	<b>Dispositif expérimental</b>	<b>3</b>
1.1	Le cryostat à dilution . . . . .	3
1.1.1	Description du cryostat . . . . .	4
1.1.2	Régulation à haute température dans le mode dilution . . . . .	4
1.1.3	Régulation alternative à haute température . . . . .	6
1.1.4	Contrôle de la dérive en température . . . . .	8
1.2	La platine expérimentale . . . . .	9
1.2.1	Description de la base en cuivre . . . . .	10
1.2.2	Thermalisation du thermomètre à courbe de fusion . . . . .	11
1.2.3	Les cellules expérimentales . . . . .	13
1.3	Le spectromètre à RMN . . . . .	14
1.3.1	Spectromètre "à chaud" . . . . .	15
1.3.2	Intérêt de l'atténuateur étalon . . . . .	17
1.3.3	Valeurs numériques . . . . .	18



# Chapitre 1

## Dispositif expérimental

Malgré sa complexité, un cryostat à dilution demeure un outil presque incontournable pour la Physique des très basses températures. J'ai eu comme outil l'une des belles réussites du CRTBT, un cryostat à dilution conçu il y a une trentaine d'années.

Derrière son aspect ancien, cette machine affiche les meilleures performances de basse température du laboratoire dans la catégorie des dilutions. Capable d'atteindre des températures inférieures à  $3\text{ mK}$  sans charge thermique, elle permet de travailler en dessous de  $5\text{ mK}$  sur la platine de régulation. On se penche ci-dessous sur la partie technique des expériences réalisées au cours de cette thèse : la production de froid, les cellules expérimentales, les méthodes de mesure de RMN, etc.

### 1.1 Le cryostat à dilution

Le principe du refroidissement par dilution ainsi que les méthodes d'obtention des températures les plus basses ont fait l'objet de nombreuses descriptions. On pourra se reporter aux ouvrages de Lounasmaa [4] ou de Pobell [5], richement référencés. Les auteurs s'attardent généralement sur la partie basse température car c'est principalement dans cette région que se concentre toute la physique liée au principe de la dilution. On garde alors l'image d'un outil pour les expériences "au  $\text{mK}$ ".

Pour les mesures de susceptibilité de l' $^3\text{He}$  mais aussi pour des expériences de thermométrie nous avons été amenés à couvrir plus de deux ordres de grandeur en température avec notre cryostat. S'il semble peu utile de se pencher une fois de plus sur le fonctionnement d'un tel dispositif à basse température, sa mise en œuvre jusque vers  $2,5\text{ K}$  peut présenter un intérêt pour d'autres expérimentateurs.

### 1.1.1 Description du cryostat

Le schéma 1.1 donne les principaux éléments d'un cryostat à dilution, représenté dans une situation de fonctionnement à basse température. En dessous de  $200\text{ mK}$ , pour les concentrations habituelles, le mélange  $^3\text{He} - ^4\text{He}$  est biphasé et la séparation de phase se produit dans la boîte à mélange. C'est au niveau de l'évaporateur que, par pompage, on extrait l' $^3\text{He}$  du mélange. Ce pompage est à l'origine d'une différence de pression osmotique entre la boîte à mélange et l'évaporateur. De l' $^3\text{He}$  migre de bas en haut et la phase diluée se trouve appauvrie en  $^3\text{He}$ . Pour compenser ce déséquilibre, de l' $^3\text{He}$  passe de la phase concentrée vers la phase diluée, il subit une dilution. Ce processus de dilution fournit au cryostat sa puissance frigorifique à basse température, ainsi que son nom. Le pompage est assuré par un système constitué d'une pompe roots ( $500\text{ m}^3.\text{h}^{-1}$ ) suivie d'une pompe à palettes ( $60\text{ m}^3.\text{h}^{-1}$ ), système permettant de forts débits. En contrôlant la température de l'évaporateur vers  $0,7\text{ K}$ , la pression partielle d' $^3\text{He}$  vaut environ 97% de la pression totale et grâce au coupe-film chargé d'empêcher toute remontée d' $^4\text{He}$  superfluide dans le tube de pompage, on parvient à extraire principalement de l' $^3\text{He}$ . Dans le cycle habituel, cet  $^3\text{He}$  est réinjecté vers la boîte à mélange au travers d'impédances et d'échangeurs. La boîte à  $1\text{ K}$ , réserve d' $^4\text{He}$  pompée en continu et assurant une température de  $1,4\text{ K}$  environ dans notre cas, sert à condenser l' $^3\text{He}$  entrant. Notre dilution se caractérise par un débit nominal d' $^3\text{He}$  de  $150\text{ }\mu\text{mol}.\text{s}^{-1}$ , une température limite inférieure à  $5\text{ mK}$ , et une capacité à fonctionner sans encombre pendant au moins douze mois d'expérimentation continue.

Nous discutons dans les sections suivantes des méthodes de régulation du réfrigérateur à dilution à haute température, qui se sont avérées nécessaires pour assurer une bonne thermométrie.

### 1.1.2 Régulation à haute température dans le mode dilution

Pour réguler la température d'un échantillon, on peut simplement le thermaliser à la boîte à mélange et chercher à réguler cette dernière. L'entreprise est délicate car la capacité calorifique du mélange est importante et on se retrouve confronté à des constantes de temps de thermalisation déraisonnables. Par ailleurs, le comportement du mélange  $^3\text{He} - ^4\text{He}$  n'est pas parfaitement contrôlé sur toute la gamme de température. Dans la perspective d'étudier les systèmes d' $^3\text{He}$  sur graphite jusqu'à des températures proches de  $700\text{ mK}$ , le cryostat a été aménagé par le passé [6].

Une platine de régulation en cuivre et un chauffage ont été disposés sous la boîte à mélange. L'échantillon est thermalisé à cette platine qui est reliée à la boîte à mélange via une résistance thermique calibrée (figure 1.2). Le rôle de la résistance thermique calibrée est de permettre un découplage entre base en cuivre et boîte à mélange lors d'une dissipation de puissance dans le chauffage. Avec ce système, vu que la résistance thermique calibrée est de type métallique au

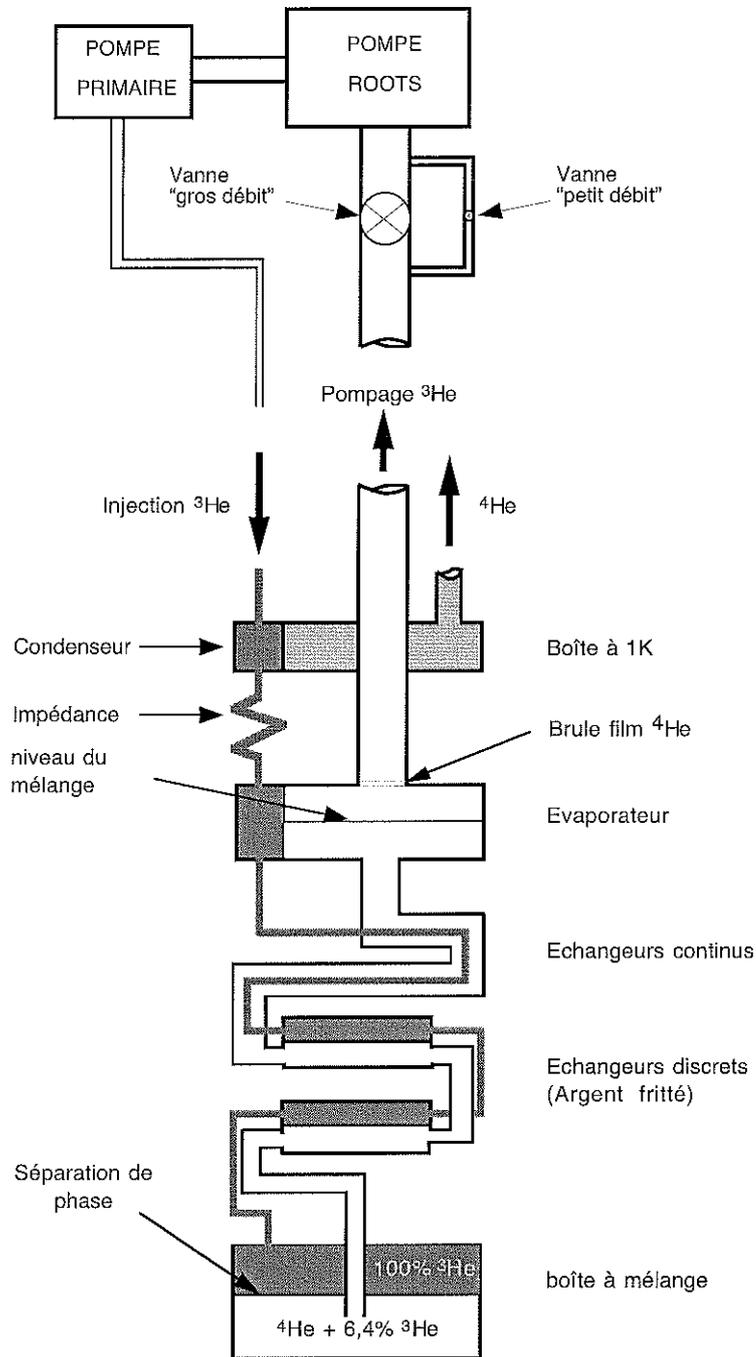


Figure 1.1: Schéma du cryostat à dilution. Le groupe de pompage est situé dans une cave sous la salle d'expérimentation. La partie dilution est placée sous vide dans un calorimètre entouré d' $^4\text{He}$  liquide. Des écrans thermiques non représentés sur la figure protègent la partie basse température du rayonnement à  $4,2\text{ K}$ .

dessus de  $10 \text{ mK}$  [6], la différence entre les températures de la base en cuivre,  $T_{bc}$ , et de la boîte à mélange,  $T_{bm}$ , s'écrit :

$$T_{bc}^2 - T_{bm}^2 = \frac{\dot{Q}}{\Lambda} \quad (1.1)$$

où  $\dot{Q}$  est la puissance dissipée par le chauffage et  $1/\Lambda$  caractérise la résistance thermique calibrée ( $R_{th} = 1/2\Lambda T$ ). Le coefficient  $1/\Lambda$  a été mesuré à  $760 \text{ K}^2 \cdot \text{W}^{-1}$ .

En pratique, on règle la base en cuivre à  $100 \text{ mK}$  ( $400 \text{ mK}$ ) avec une puissance de  $10 \mu\text{W}$  ( $200 \mu\text{W}$ ). La température de la boîte à mélange est alors d'environ  $50 \text{ mK}$  ( $90 \text{ mK}$ ). Les constantes de temps de thermalisation de la base en cuivre n'excèdent jamais quelques minutes.

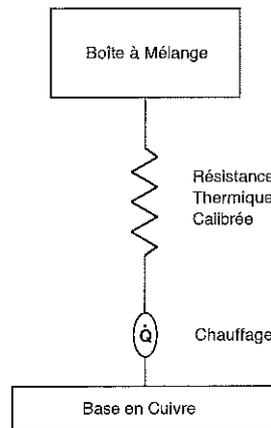


Figure 1.2: Schéma de principe pour la régulation de la base en cuivre avec de faibles puissances.

Nous avons testé ce mode de régulation jusqu'à  $T_{bc} = 870 \text{ mK}$  pour une puissance de  $820 \mu\text{W}$ , soit  $T_{bm} = 370 \text{ mK}$  d'après l'équation ci-dessus. On observe alors (figure 1.3) de forts gradients thermiques sur la base en cuivre. Pour des puissances inférieures à  $100 \mu\text{W}$ , deux résistances placées sur la base en cuivre,  $R_{20}$  et  $R_{10}$ , indiquent la même température au pour cent près tandis que l'écart est supérieur à 10% pour la puissance maximale. La cellule expérimentale est thermalisée sur la base mais il devient difficile d'indiquer sa température réelle. Pour poursuivre des mesures à plus haute température, il est donc nécessaire de changer le mode de fonctionnement du cryostat.

### 1.1.3 Régulation alternative à haute température

Pour les températures qui nous concernent (supérieures à  $300 \text{ mK}$  pour la boîte à mélange), le liquide présent dans le circuit de dilution est un mélange monophasé superfluide  $^3\text{He} - ^4\text{He}$ . Comme indiqué plus haut, on extrait principalement de  $^3\text{He}$  en pompant sur l'évaporateur. A haute température, cette extraction est une source importante de puissance frigorifique. Le fonctionnement est en quelque sorte celui d'un cryostat à  $^3\text{He}$ . Rappelons qu'en mode dilution

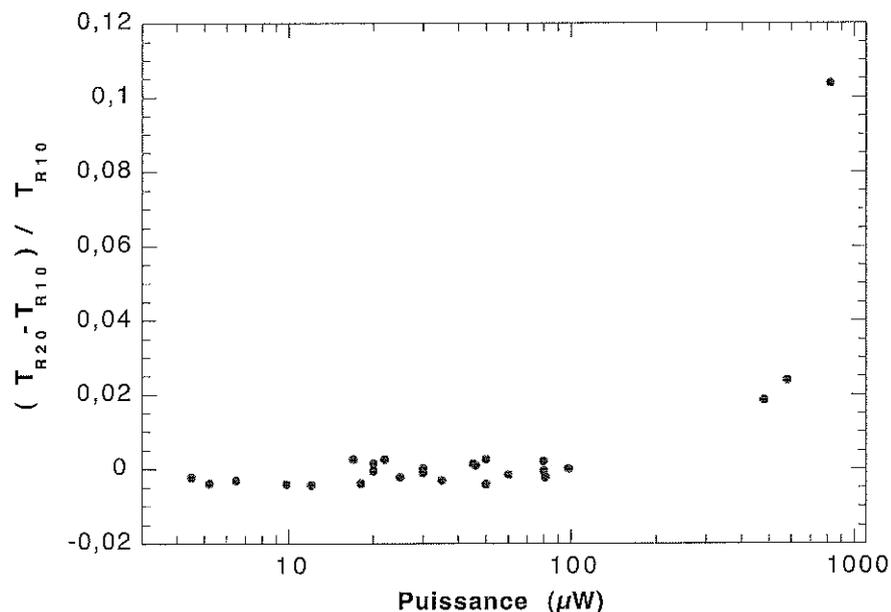


Figure 1.3: Ecart relatif entre les températures déduites des résistances  $R20$  et  $R10$  placées sur la base en cuivre en fonction de la puissance de régulation.

normal, l' $^3\text{He}$  est recondensé via la boîte à  $1\text{ K}$  et le cycle reprend. Pour réguler avec de faibles puissances, les deux axes sur lesquels on peut agir sont les suivants :

- diminuer le débit d' $^3\text{He}$ .
- augmenter la température de la boîte à mélange. En effet, d'après l'équation 1.1, la puissance à dissiper sur la base en cuivre est d'autant plus faible que  $T_{bc}$  et  $T_{bm}$  sont proches.

Il existe certainement de nombreuses façons de modifier le fonctionnement d'un cryostat à dilution afin d'obtenir ces résultats. Nous décrivons ici, sans entrer dans le détail, les méthodes successives que nous avons employées. Elles ont permis de réguler la base en cuivre avec des puissances systématiquement inférieures à  $100\ \mu\text{W}$ .

- Dans un premier temps, nous avons simplement cessé l'injection du mélange en renvoyant ce dernier vers les réserves extérieures, le but étant d'appauvrir le mélange de son  $^3\text{He}$ . Dans le même temps, nous avons cessé le chauffage de l'évaporateur. Ceci diminue sa température et donc le débit d' $^3\text{He}$ . Nous avons ainsi régulé la température de la base en cuivre jusqu'à  $1\text{ K}$ .
- Nous avons ensuite diminué la puissance de pompage en n'utilisant plus que la pompe primaire. Dans le même temps, nous avons fermé la vanne "gros débit" située au dessus de l'évaporateur (voir figure 1.1) et chauffé la boîte à mélange à l'aide d'une résistance située à l'intérieur. Nous avons ainsi régulé jusqu'à  $1,4\text{ K}$ .

Suite à ces manœuvres, plus de 80% du mélange se trouvait dans les réserves.

- La dernière étape a consisté à arrêter le pompage de la boîte à 1 K, source importante de puissance frigorifique, et à circuler le reste du mélange, presque exclusivement de l' $^4\text{He}$ , à travers le cryostat. On travaille alors avec un cryostat à  $^4\text{He}$  en circuit fermé: sa température limite est d'environ 1,2 K et sa puissance frigorifique est proportionnelle au débit d' $^4\text{He}$  [5]. En ajustant la vanne de pompage du côté "petits tuyaux" (voir figure 1.1), c'est-à-dire le débit d' $^4\text{He}$ , il est possible de réguler la base en cuivre avec de faibles puissances. Cette dernière méthode nous a permis de réguler finement la température entre 1,4 K et la température maximale recherchée: 2,5 K. Nous avons également pu effectuer une série de mesures de susceptibilité de l' $^3\text{He}$  massif en maintenant une température fixe de 2,09 K proche de la limite supérieure d'étalonnage de nos thermomètres, sur une longue période.

Dans un contexte initial différent, cryostat à une température uniforme de 1,4 K environ avec tout le mélange condensé et la seule boîte à 1 K en fonctionnement, nous avons voulu effectuer de nouvelles mesures à la température de 2,09 K. Au lieu de sortir à nouveau 80% du mélange et de travailler dans les conditions décrites ci-dessus, nous avons préféré interrompre le pompage de la boîte à 1 K et réchauffer le mélange jusqu'à la température désirée. Au départ, le processus est lent et les puissances à dissiper sont de l'ordre du milliwatt<sup>1</sup>. Au final, la grande capacité calorifique du liquide et la présence de points froids sur le cryostat assurent une inertie thermique suffisante pour permettre, avec des puissances de régulation faibles, des expériences sur plusieurs jours.

#### 1.1.4 Contrôle de la dérive en température

Nous avons vu que la résistance thermique calibrée a pour but de découpler thermiquement la boîte à mélange et la base en cuivre. Suite à des risques de gradients de température sur cette dernière (dont la nature sera explicitée dans la section suivante), nous avons eu besoin d'éviter tout gradient thermique entre base en cuivre et boîte à mélange. Ceci exclut donc, d'après l'équation 1.1 toute utilisation du chauffage situé entre ces deux points. Une régulation de la boîte à mélange assurerait l'absence de gradient, mais on a déjà souligné les difficultés d'une telle démarche.

Nous avons choisi de ne dissiper aucune puissance sur la base en cuivre et de contrôler les vitesses de réchauffement et refroidissement du cryostat. On suppose que pour des vitesses de dérive suffisamment lentes, boîte à mélange et base en cuivre sont en bon équilibre thermique. Ceci est effectivement vérifié pour des vitesses telles que  $|\frac{1}{T} \frac{dT}{dt}| < 4.10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . L'écart dans la mesure des résistances est alors indiscernable de l'erreur sur la mesure de résistance elle-même.

<sup>1</sup>Il est déconseillé d'utiliser cette méthode pour réguler en de nombreux points entre 1,4 K à 2,09 K, trois années de thèse n'y suffiraient peut-être pas.

Ces conditions inhabituelles ont pu être obtenues, dans le cas d'un réchauffement depuis les plus basses températures, comme suit :

- Pour les plus basses températures ( $< 10 \text{ mK}$ ), on doit mettre en marche la pompe roots. La régulation de la vitesse de dérive est alors très délicate. Elle consiste à ajuster le chauffage de l'évaporateur et donc sa température. La température de la boîte à mélange est modifiée en conséquence.
- De  $10 \text{ mK}$  à environ  $150 \text{ mK}$ , on ne pompe qu'avec la pompe primaire et on obture progressivement la vanne côté "grand débit" (voir figure 1.1). Avec un peu de patience, on parvient à maintenir des vitesses de dérive acceptables. Vers  $150 \text{ mK}$ , cette vanne est totalement fermée et on ne pompe alors plus sur l'évaporateur que du côté "petit débit". Selon les conditions initiales (on peut également venir des hautes températures et ouvrir progressivement la vanne côté "petits débits"), la température du cryostat évolue très lentement vers une valeur limite comprise entre  $130 \text{ mK}$  et  $170 \text{ mK}$ .
- De  $150 \text{ mK}$  à environ  $400 \text{ mK}$ , l'obturation progressive de la vanne côté "petit débit" permet un contrôle très fin de la vitesse de dérive. Vers  $400 \text{ mK}$ , la vanne est totalement fermée, le cryostat est isolé. On pourrait alors interrompre le pompage de la boîte à  $1 \text{ K}$  et laisser la température augmenter naturellement (il n'y a plus de puissance frigorifique). Rappelons toutefois que ce cryostat a été conçu pour les très basses températures, ses pertes sont minimales et le temps d'attente, en conséquence, considérable.
- De  $400 \text{ mK}$  à  $2,2 \text{ K}$ , température maximale recherchée, on ajuste le chauffage de l'évaporateur. Le mélange est toujours isolé dans le cryostat. A ces températures, un mécanisme complexe mettant en jeu les proportions relatives d' $^4\text{He}$  superfluide, d' $^4\text{He}$  normal et d' $^3\text{He}$  assure le transfert thermique entre l'évaporateur et la boîte à mélange. Comme certains points intermédiaires tels les échangeurs restent longtemps plus froids, il est alors possible de chauffer ou refroidir la boîte à mélange en augmentant ou diminuant la puissance dissipée sur l'évaporateur.

Ces exemples montrent en définitive qu'il existe bien diverses façons d'exploiter un cryostat à dilution en dehors de son domaine d'application premier.

## 1.2 La platine expérimentale

Nous avons photographié (figure 1.4) la partie expérimentale du cryostat. On distingue la boîte à mélange, qui constitue la source frigorifique, la base en cuivre, qui comporte les thermomètres et le chauffage pour la régulation, et les cellules de RMN. La partie haute, production de froid, a déjà été décrite. On se penche ici sur la base en cuivre et sur les cellules expérimentales.

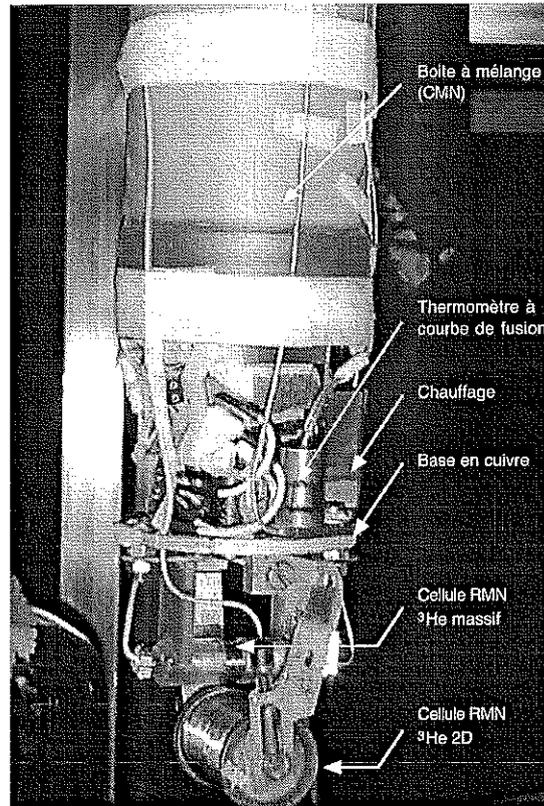


Figure 1.4: La boîte à mélange et la base en cuivre photographées avant les expériences de RMN sur l' $^3\text{He}$  massif. La cellule de RMN 2D n'a pas été utilisée au cours de nos expériences.

### 1.2.1 Description de la base en cuivre

La base en cuivre est le point central de toutes nos expériences : c'est à ce niveau que l'on régule et mesure la température. Le schéma ci-dessous en montre une vue simplifiée. Outre la résistance de chauffage, on trouve un ensemble de trois thermomètres. Le thermomètre à courbe de fusion, qui sera détaillé ultérieurement (section 2.1) est vissé à la base en cuivre. Les résistances  $R_{20}$  et  $R_{10}$  (section 2.2.3) doivent venir compléter la mesure du thermomètre à courbe de fusion respectivement à basse et haute température. Ce sont deux résistances de carbone enveloppées dans des feuilles d'argent et collées sur des supports en cuivre vissés sur la base en cuivre. En pratique, on régule la température de la base en cuivre à une valeur de consigne imposée sur un des thermomètres. Le deuxième thermomètre permet de s'affranchir des décalages ou de dérives de l'électronique de régulation.

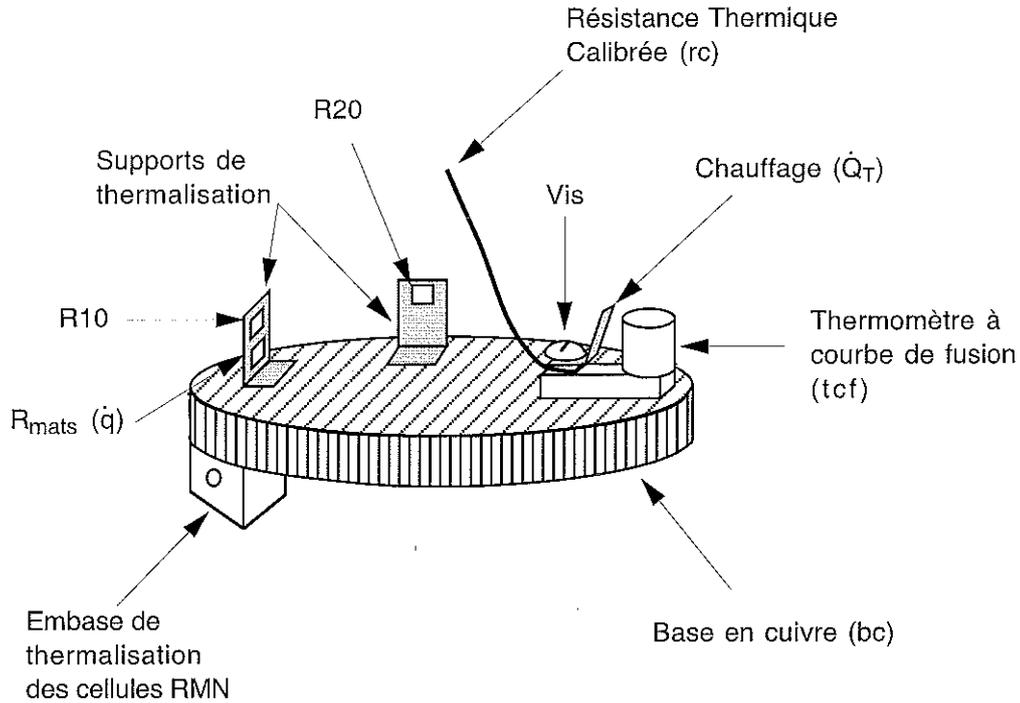


Figure 1.5: Schéma de la base en cuivre.

### 1.2.2 Thermalisation du thermomètre à courbe de fusion

Le schéma idéal de régulation de la base en cuivre a été présenté en figure 1.2. Le schéma thermique réel d'après la figure 1.5 est représenté ci-après (figure 1.6).

Si l'on fait l'hypothèse raisonnable que tous les contacts thermiques sont de type métallique, les équations à considérer sont de la même forme que l'équation 1.1. Par exemple, avec les notations de la figure 1.6, on a :

$$T_{bc}^2 - T_{tcf}^2 = \frac{\dot{Q}_2}{\Lambda_{bc-tcf}} \quad (1.2)$$

Cette équation illustre la nature du problème auquel nous pouvons être confrontés. Dans le cas idéal, toute la puissance dissipée dans la résistance de chauffage,  $\dot{Q}_T$ , est dissipée vers la boîte à mélange. On a donc  $\dot{Q}_2 = 0$  et  $T_{bc} = T_{tcf}$ , c'est-à-dire la situation de la figure 1.2. La situation opposée, avec  $\dot{Q}_2 > \dot{Q}_1$  est très peu probable. Elle signifierait que le contact thermique à travers la vis, qui a été choisie en laiton pour sa mauvaise conductivité thermique, est meilleur que le contact entre la résistance calibrée et le chauffage. Une situation intermédiaire où  $\dot{Q}_2$  est faible peut être étudiée. Il suffit en effet que  $\Lambda$  soit également faible pour que l'écart entre  $T_{bc}$  et  $T_{tcf}$  soit significatif. Un coefficient  $\Lambda$  faible est l'équivalent d'une forte résistance thermique.

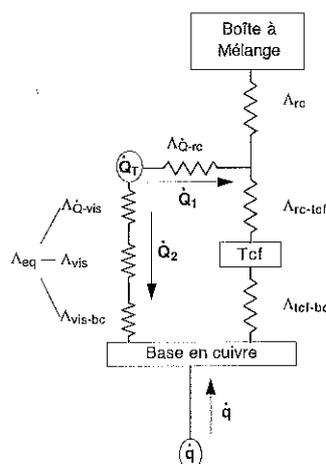


Figure 1.6: Schéma thermique réel entre la base en cuivre et la boîte à mélange. Certaines résistances thermiques négligeables ne sont pas représentées. Les résistances thermiques de contact entre le chauffage et la vis, entre la vis et la base en cuivre et la résistance thermique de la vis elle-même constituent un ensemble qu'on caractérise par  $\Lambda_{eq}$ . On a regroupé sur le même schéma deux situations différentes de régulation : puissance de chauffage dissipée dans  $\dot{Q}$  et puissance dissipée dans  $\dot{q}$ .

Sur le schéma réel du montage, cela correspond donc à un mauvais contact thermique entre le thermomètre à courbe de fusion et la base en cuivre. C'est une situation réaliste si, à la suite des nombreux cycles thermiques, le contact (problème de fixation, d'oxydation) du thermomètre à courbe de fusion sur la base en cuivre s'est détérioré.

Nous avons été amenés à constater de faibles écarts de température entre les thermomètres sur la base en cuivre qui pourraient s'expliquer qualitativement par ce phénomène. Sur la base en cuivre se trouve une résistance de type Matsushita qui est indiquée par  $R_{mats}$  sur la figure 1.6. Nous l'avons employée comme un chauffage et représenté par  $\dot{q}$  la puissance qu'on y dissipe sur le schéma thermique. Nous avons alors relevé des gradients thermiques plus importants entre la base en cuivre et le thermomètre à courbe de fusion.

Ces observations soulignent qu'il y avait un risque à considérer le thermomètre à courbe de fusion comme référence unique de température puisque nous régulions la base en cuivre. Nous nous sommes affranchis de ce problème par un étalonnage très précis des résistances de la base en cuivre à puissance nulle<sup>2</sup>.

On peut évidemment se demander dans quelle mesure les cellules expérimentales étaient correctement thermalisées. La réponse est double : tout d'abord, il est difficile d'imaginer un chemin thermique qui traverse ces cellules. Surtout, des expériences de RMN sur le platine contenu dans la cellule d' $^3\text{He}$  massif sont venues confirmer leur bon couplage thermique avec la base en cuivre.

<sup>2</sup>Notons que la méthode traditionnelle qui consiste à réguler sur un thermomètre et à mesurer la température sur l'autre puis à inverser, ne garantit nullement que leur température est identique puisque le chemin thermique est le même.

### 1.2.3 Les cellules expérimentales

Nous avons fabriqué deux cellules presque identiques pour nos mesures de susceptibilité de  $^3\text{He}$  liquide. La première a été utilisée avec  $^3\text{He}$  massif en présence d'aérogel et apparaît sur la figure 1.7. Usinée à partir d'un bloc d'araldite, elle est de symétrie cylindrique. Son diamètre intérieur de  $5\text{ mm}$  est ajusté à l'aérogel. Afin d'éviter toute pollution de ce dernier par la poudre d'argent qui constitue le fritté, nous avons disposé une fine feuille de kapton percée entre les deux. Le fritté d'argent a été obtenu à partir de poudre de diamètre moyen  $700\text{ nm}$  compactée puis chauffée vers  $200\text{ }^\circ\text{C}$  sous atmosphère d'Argon. Son rôle est de thermaliser  $^3\text{He}$  à l'intérieur de la cellule.

A basse température, la principale résistance thermique est la résistance de Kapitza qui s'établit quand deux matériaux d'impédance acoustique différente sont mis en contact. Il s'agit d'une résistance de contact reliée à la probabilité de passage d'un phonon d'un matériau à l'autre [4]. Elle évolue en  $\alpha/AT^3$ , où  $\alpha$  dépend du matériau et  $A$  est la surface spécifique de contact. Dans notre cas, on peut diminuer la résistance de Kapitza par le choix du matériau servant à thermaliser  $^3\text{He}$  et par une augmentation de la surface de contact. La poudre d'argent, après frittage, est un matériau adapté pour cette application. On obtient typiquement  $0,5\text{ m}^2$  de surface effective par gramme de fritté d'argent. La thermalisation du fritté lui même est assurée par un fil d'argent solidement ancré sur la base en cuivre.

L'épaulement de profondeur  $1\text{ mm}$  et de longueur  $8\text{ mm}$ , sert à accueillir la bobine radiofréquence. Pour travailler en RMN vers  $800\text{ kHz}$ , on a bobiné 171 spires en fil de cuivre de diamètre  $70\text{ }\mu\text{m}$ . Nous avons relevé  $808\text{ kHz}$  dans les conditions de l'expérience.

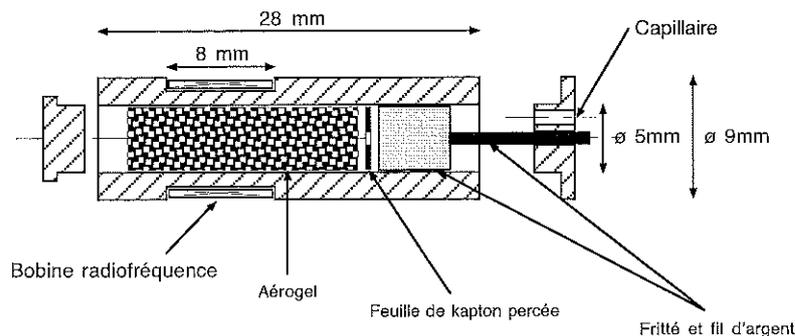


Figure 1.7: Cellule de RMN pour  $^3\text{He}$  en présence d'aérogel.

La deuxième cellule (figure 1.8) a été usinée pour être ajustée au mieux à la partie interne (figure 1.9). Cette dernière est constituée d'une matrice de fils de platine et d'un échangeur en argent fritté. Le fritté d'argent a le même rôle que décrit ci-dessus mais nous verrons plus loin

(section 3.3.1) qu'il est insuffisant pour thermaliser  $^3\text{He}$  massif. La matrice de fils, réalisée par Christopher Bäuerle pendant sa thèse [7], vient compléter la thermalisation de  $^3\text{He}$ . Il s'agit d'un ensemble de 4500 fils de platine de diamètre  $25\ \mu\text{m}$  à l'origine destiné à servir de thermomètre. Ces fils sont tenus aux deux extrémités par des soudures argent prolongées par des fils d'argent. A nouveau, les fils d'argent sont solidement ancrés sur l'embase de la base en cuivre (figure 1.5) afin d'optimiser la thermalisation de la partie interne de la cellule.

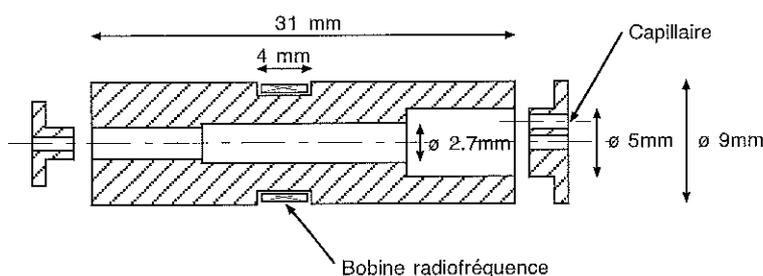


Figure 1.8: Cellule de RMN de  $^3\text{He}$  massif, partie externe.

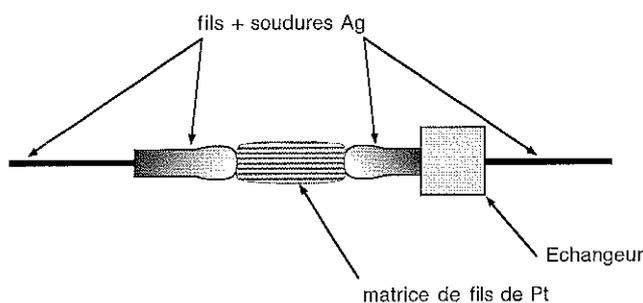


Figure 1.9: Cellule de RMN de  $^3\text{He}$  massif, partie interne.

L'épaulement centré sur la matrice de fils de platine, de profondeur  $1\ \text{mm}$  et de longueur  $4\ \text{mm}$ , sert à accueillir la bobine radiofréquence. Pour travailler en RMN vers  $800\ \text{kHz}$ , on a bobiné 158 spires en fil de cuivre de diamètre  $70\ \mu\text{m}$ . L'inductance est de  $163\ \mu\text{H}$ .

### 1.3 Le spectromètre à RMN

Le phénomène de résonance magnétique nucléaire a été très largement étudié (voir par exemple [8]) et l'on ne s'attardera pas sur les équations qui le gouvernent. Toutes nos mesures de RMN ont été effectuées par la méthode de RMN continue dans un régime de non-saturation. Ceci implique que les équations de Bloch (voir [8]) sont applicables à notre système. Par conséquent, l'intégration du signal de résonance en fonction de la fréquence est une mesure directe de l'aimantation transverse du système de spins, à un facteur multiplicatif près. Puisque le champ

extérieur est maintenu constant, cette intégration nous donne la susceptibilité nucléaire.

Nous avons choisi de mesurer par RMN continue plutôt que par RMN pulsée. Les temps de relaxation spin-réseau qui justifieraient l'emploi de la méthode pulsée s'ils s'avéraient très longs, restent raisonnables dans l' $^3\text{He}$  en présence de surfaces métalliques. Celles-ci, par contre, donnent lieu à des problèmes d'échauffement lors de l'utilisation d'impulsions radiofréquence. Par ailleurs, l'équipe possède une longue expérience des spectromètres pour la RMN continue, développés avec l'aide du service électronique du CRTBT.

### 1.3.1 Spectromètre "à chaud"

Le spectromètre que j'ai utilisé est une évolution du modèle mis au point pendant la thèse de Klaus-Dieter Morhard [6]. Il s'agit d'un système d'amplification différentielle du signal de RMN avec opposition pour lequel nous avons cherché à minimiser le bruit. On parle de spectromètre "à chaud" car d'autres modèles utilisant une pré-amplification à la température de l' $^4\text{He}$  ont été développés au laboratoire [7]. Ces préamplificateurs présentent des performances en bruit remarquables, mais leur utilisation est délicate. En effet, toute intervention en cours d'expérience nécessite l'ouverture du cryostat et donc l'arrêt de l'expérience en cours.

La chaîne d'acquisition est représentée sur la figure 1.10. Avant toute mesure de RMN, on commence par établir le champ magnétique dans la bobine statique à l'aide de la source de courant. Ce dernier est déterminé par la fréquence de résonance du circuit comprenant la bobine radiofréquence et par le rapport gyromagnétique de l' $^3\text{He}$  :  $32,44 \text{ MHz} \cdot \text{T}^{-1}$ . Dans le cas de l' $^3\text{He}$  massif, la fréquence de résonance du circuit RLC,  $885,5 \text{ KHz}$ , imposait un champ magnétique statique de  $27,33 \text{ mT}$ . A partir d'un ordinateur et un convertisseur A/D (analogique-numérique), on contrôle le balayage en champ autour du champ de résonance, ce qui équivaut à un balayage en fréquence tout en nous permettant de maintenir cette dernière fixe. Les largeurs balayées sont typiquement de quelques dixièmes de  $\text{mT}$ . Les valeurs initiale et finale de champ sont lues par le convertisseur A/D.

La bobine radiofréquence a un double rôle : par l'énergie qu'elle véhicule, elle stimule les transitions Zeeman des spins nucléaires, et par la chute de tension à ses bornes à la traversée de la résonance, elle offre une mesure directe de la différence des populations des niveaux Zeeman, c'est-à-dire de l'aimantation. On l'alimente avec une source de tension (générateur HP3132A) transformée en source de courant grâce à une capacité d'injection (notée  $C_i$ ) de forte impédance.

L'un des atouts majeurs de ce spectromètre est que le signal du générateur est également envoyé, grâce à un diviseur de tension, sur un circuit d'opposition. Ce dernier est constitué de déphaseurs et d'atténuateurs. Avec ce système, comme explicité dans la section suivante, on parvient à n'amplifier que la chute de tension aux bornes de la bobine.

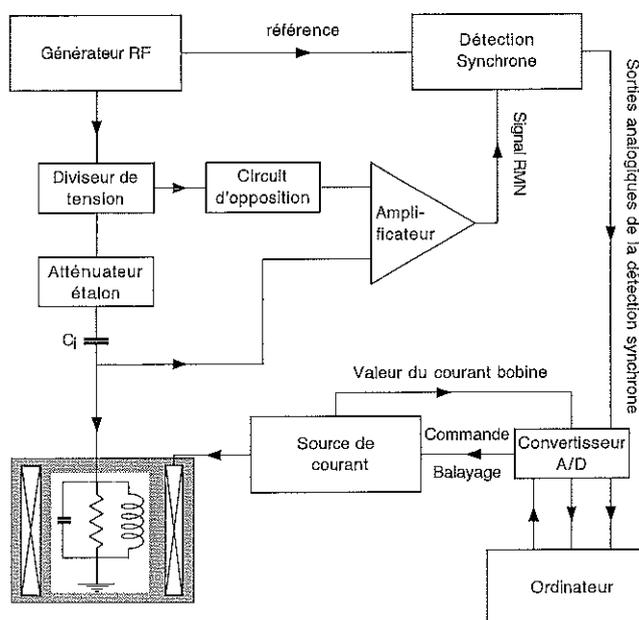


Figure 1.10: Schéma de la chaîne d'acquisition RMN. Les zones grisées correspondent aux éléments à basse température : en gris foncé, la bobine à  $T = 4,2 K$  et en gris clair, le circuit résonant à l'intérieur du calorimètre.

La chaîne d'acquisition comporte également une détection synchrone (modèle PAR 5302) qui reçoit la fréquence de référence depuis le générateur et le signal de résonance depuis le spectromètre. Ses sorties analogiques "phase" et "quadrature" sont dirigées vers le convertisseur A/D puis lues par l'ordinateur.

Une acquisition de raie de RMN consiste à envoyer une commande de balayage de champ, puis à enregistrer en simultané la valeur du champ, la phase et la quadrature du signal RMN. Une des quelques milliers de raies ainsi obtenues est représentée sur la figure 1.11.

### 1.3.2 Intérêt de l'atténuateur étalon

L'un des éléments de la chaîne d'acquisition, l'atténuateur étalon, n'a pas encore été explicité. Quand on l'actionne (via une sortie numérique de la carte A/D non représentée), il provoque une baisse de la tension d'injection qu'il est intéressant d'étudier plus en détail en s'appuyant sur les équations maîtresses du circuit de résonance et d'amplification.

Le circuit de résonance réel est composé d'une résistance de faible valeur  $r$  en série avec l'inductance de la bobine  $L$ , et en parallèle avec la capacité du câble d'injection<sup>3</sup>  $C$ . On préfère

<sup>3</sup>Il s'agit de deux câbles coaxiaux en série. Le premier passe du diviseur de tension à la boîte à  $1 K$  dans un tube sous vide et le deuxième, supraconducteur, effectue le reste de la connexion jusqu'aux fils de cuivre du

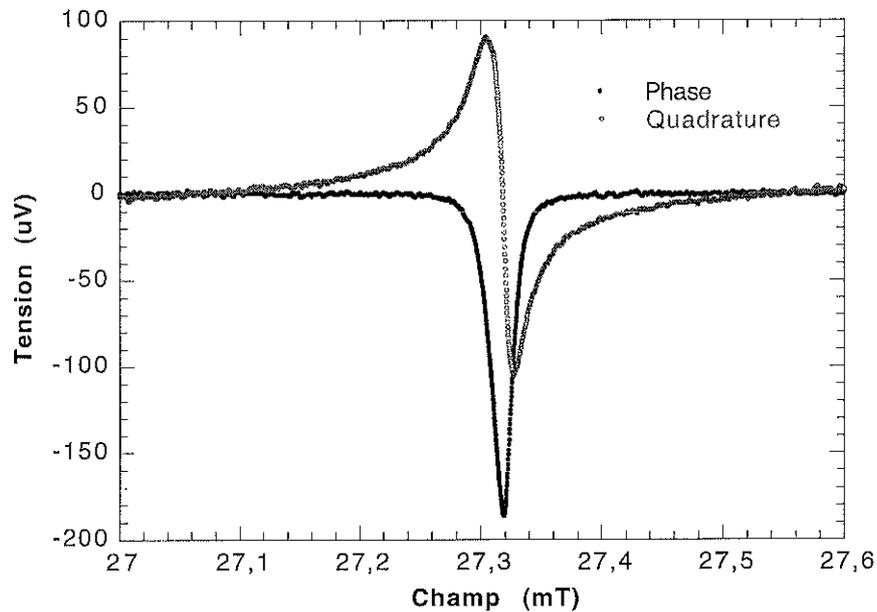


Figure 1.11: Exemple de raie RMN de  ${}^3\text{He}$  liquide massif. La tension reportée en ordonnée est la tension lue à l'entrée de la détection synchrone.

en général employer un schéma équivalent où l'on considère une résistance  $R$  en parallèle avec  $L$  et  $C$  et valant  $rQ^2$  (où  $Q$  est le facteur de qualité du circuit). De cette manière, à la résonance, l'impédance du circuit RLC se résume alors à la seule résistance  $R$ . Si l'on prend en compte la capacité d'injection, le schéma de notre circuit est le suivant :

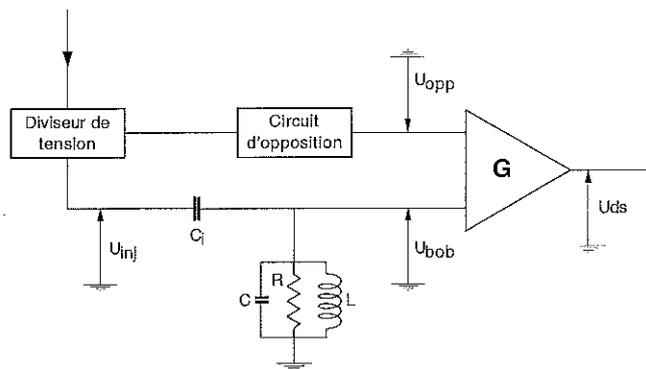


Figure 1.12: Schéma de notre circuit RLC.

Avec la condition de résonance :

$$L\omega_0^2 C = 1 \quad (1.3)$$

on déduit, pour  $\omega = \omega_0$ , dans l'hypothèse où la capacité d'injection a une forte impédance et bobinage. La longueur totale est d'environ deux mètres.

pour une valeur de champ éloignée du champ de résonance :

$$U_{bob} = i\omega_0 RC_i U_{inj} \quad (1.4)$$

Le principe de l'opposition consiste à injecter vers l'amplificateur différentiel de gain  $G$  cette même valeur de tension. De cette manière, la tension en sortie de l'amplificateur, c'est-à-dire à l'entrée de la détection synchrone,  $U_{ds}$ , est nulle. Supposons qu'on applique alors une faible variation  $\delta U_{inj}$  sélectivement sur la ligne d'injection. Ceci est obtenu simplement à l'aide de l'atténuateur étalon placé après le diviseur de tension (figure 1.10). On mesure alors en sortie de l'amplificateur :

$$\delta U_{ds} = i\omega_0 G RC_i \{\delta U_{inj}\} \quad (1.5)$$

Soit une quantité proportionnelle à  $Q$ .

Le déclenchement de l'atténuateur produit une variation de la tension de sortie schématiquement similaire à l'absorption radiofréquence des spins à la résonance<sup>4</sup>. Surtout, on dispose d'un signal de référence qui servira à normaliser l'intégrale du signal de RMN des spins nucléaires. Par ailleurs, comme le signal détecté en sortie est proportionnel au facteur de qualité du circuit, au gain de l'amplificateur et, dans notre cas, à l'injection, on est en mesure de détecter une variation de l'un quelconque de ces paramètres. Ainsi, on s'affranchit aussi bien d'une dérive temporelle de l'électronique d'amplification que d'un changement, par l'expérimentateur, de la tension d'injection.

### 1.3.3 Valeurs numériques

Pour les expériences sur l'<sup>3</sup>He massif, nous avons principalement travaillé avec les grandeurs suivantes :

Fréquence de résonance du circuit RLC :  $f_o = 885.5 \text{ KHz}$

Facteur de qualité du circuit :  $Q \simeq 80$

Gain de l'amplificateur :  $G \simeq 94$

Tension d'injection :  $U_{inj} \simeq 4 \text{ mV}$

Tension aux bornes de la bobine :  $U_{bob} \simeq 650 \text{ } \mu\text{V}$

Résistance équivalente :  $R \simeq 73 \text{ k}\Omega$  (on a  $R = QL\omega_0$  et  $L = 163 \text{ } \mu\text{H}$ )

Capacité d'injection :  $0,4 \text{ pF}$

Tension résiduelle à l'entrée de la détection synchrone après opposition :  $U_{ds} < 1 \text{ } \mu\text{V}$

Variation de la tension bobine après actionnement de l'atténuateur étalon :  $1,48 \text{ } \mu\text{V}$  (soit  $U_{ds} \simeq 139 \text{ } \mu\text{V}$ )

Hauteur, mesurée aux bornes de la bobine, de la raie RMN présentée figure 1.11 :  $1,98 \text{ } \mu\text{V}$  (soit  $U_{ds} \simeq 186 \text{ } \mu\text{V}$ )

<sup>4</sup>Dans le cas d'une absorption radiofréquence par les spins, la variation de tension est proportionnelle à  $Q^2$  [8]

Bruit de l'amplificateur :  $9,5 \text{ nV.Hz}^{-1/2}$  décomposé en  $6,8 \text{ nV.Hz}^{-1/2}$  pour le bruit en tension du spectromètre et  $0,1 \text{ pA.Hz}^{-1/2}$  pour le bruit en courant.

A propos du bruit de notre amplificateur, on peut signaler que, dans les mêmes conditions, on aurait relevé  $17,6 \text{ nV.Hz}^{-1/2}$  pour l'ancien amplificateur à chaud [6] et  $4,2 \text{ nV.Hz}^{-1/2}$  pour l'amplificateur à froid [6]. Notons que le bruit en tension de ces éléments peut paraître élevé, mais c'est au bénéfice d'un très faible bruit en courant, ce qui est particulièrement adapté à nos circuits de forte impédance. Concrètement, on mesure à l'entrée de la détection synchrone un bruit d'environ  $100 \text{ nV}$  pour la ligne de base de la figure 1.11. La hauteur de la raie est près de  $10^3$  fois plus importante. Si l'on n'effectuait pas d'opposition, on devrait repérer ces signaux superposés à la tension aux bornes de la bobine qui, ramenée à l'entrée de la détection synchrone, vaut alors environ  $10 \text{ mV}$  soit  $10^5$  fois plus que le bruit de fond.

Le dispositif expérimental décrit ci avant a été optimisé pour les mesures de RMN sur toute la gamme de température recherchée. Nous verrons que les cellules et le système d'acquisition ont permis la détection du signal de RMN avec une très bonne précision. Le cryostat et la platine expérimentale ont, quant à eux, permis un contrôle précis de la température, ainsi que l'étalonnage fin de thermomètres.



# Table des matières

<b>2</b>	<b>Thermométrie</b>	<b>21</b>
2.1	Thermomètre à courbe de fusion . . . . .	22
2.1.1	L'échelle provisoire de température PLTS2000 . . . . .	23
2.1.2	Description de notre thermomètre à courbe de fusion, mise en œuvre . . .	24
2.1.3	Stabilité du thermomètre à courbe de fusion . . . . .	27
2.1.4	Le minimum de la courbe de fusion . . . . .	29
2.2	Etalonnage de thermomètres secondaires . . . . .	32
2.2.1	Thermométrie de la tension de vapeur de l' <sup>4</sup> He . . . . .	33
2.2.2	Le thermomètre magnétique à CMN . . . . .	34
2.2.3	Les résistances de carbone . . . . .	36
2.3	Fil vibrant microfabriqué. . . . .	39
2.3.1	Principe . . . . .	39
2.3.2	Fil vibrant dans le régime balistique . . . . .	40
2.3.3	Intérêt de la microfabrication . . . . .	42
2.3.4	Processus de microfabrication . . . . .	44
2.3.5	Caractérisation des premiers fils microfabriqués . . . . .	47
2.3.6	Perspectives . . . . .	48



## Chapitre 2

# Thermométrie

Un réseau de laboratoires travaille depuis plusieurs années à l'extension de l'échelle internationale de température (ITS-90) dont la limite inférieure est de  $0,65\text{ K}$ . Dans son article d'introduction à la conférence de Leiden dédiée à ces travaux, M. Kühne [9] énumère les principales raisons pour cette extension. L'une d'elles est l'étude précise des propriétés de l' $^3\text{He}$  liquide, dans le but notamment de tester le modèle de Landau des liquides de Fermi. Etant donné que la plupart des paramètres de Landau sont déduits d'expériences où l'on représente une propriété physique en fonction de la température, on comprend l'intérêt d'une telle démarche. On comprend aussi que les mesures de susceptibilité nucléaire effectuées au cours de cette thèse doivent être associées à une thermométrie précise et reconnue par d'autres laboratoires.

Suite à ces travaux, le Comité Consultatif de Thermométrie a proposé en Avril 2000 [10] une échelle provisoire de température, l'échelle PLTS2000 (pour Provisional Low Temperature Scale). Cette dernière a été ratifiée par le Comité International des Poids et Mesures en Octobre 2000. Elle définit de manière provisoire l'échelle internationale entre  $0,9\text{ mK}$  et  $1\text{ K}$  en s'appuyant sur la relation pression-température de la courbe de fusion de l' $^3\text{He}$ .

Dans la mesure où nous disposons sur le cryostat à dilution d'un thermomètre à courbe de fusion, il nous a été possible de baser notre thermométrie sur cette nouvelle échelle. Nous avons alors pu étalonner des thermomètres secondaires et ainsi couvrir plus de deux ordres de grandeur en température avec une précision meilleure que le pour cent. Par ailleurs, nous avons développé un thermomètre pour les ultra basses températures, le fil vibrant microfabriqué.

Par la suite, nous serons amenés à parler de thermomètres primaires et secondaires. En principe, on distingue ces deux familles par le fait que la mesure d'une grandeur physique suffit à déterminer, ou non, la température thermodynamique. Dans le premier cas, dont l'exemple le plus simple est certainement la relation pression-température d'un gaz parfait, on parle de thermomètre primaire. Dans le second, dont les résistances de carbone forment l'exemple le plus répandu à basse température, on parle de thermomètres secondaires. En pratique, la distinction est bien moins marquée. Alors qu'un thermomètre primaire ne devrait être en théorie calibré

qu'en un seul point fixe, il est souvent nécessaire de l'étalonner sur une large gamme. La figure 2.1 mentionne quelques uns des thermomètres utilisés pour les basses températures, ainsi que leur domaine d'application.

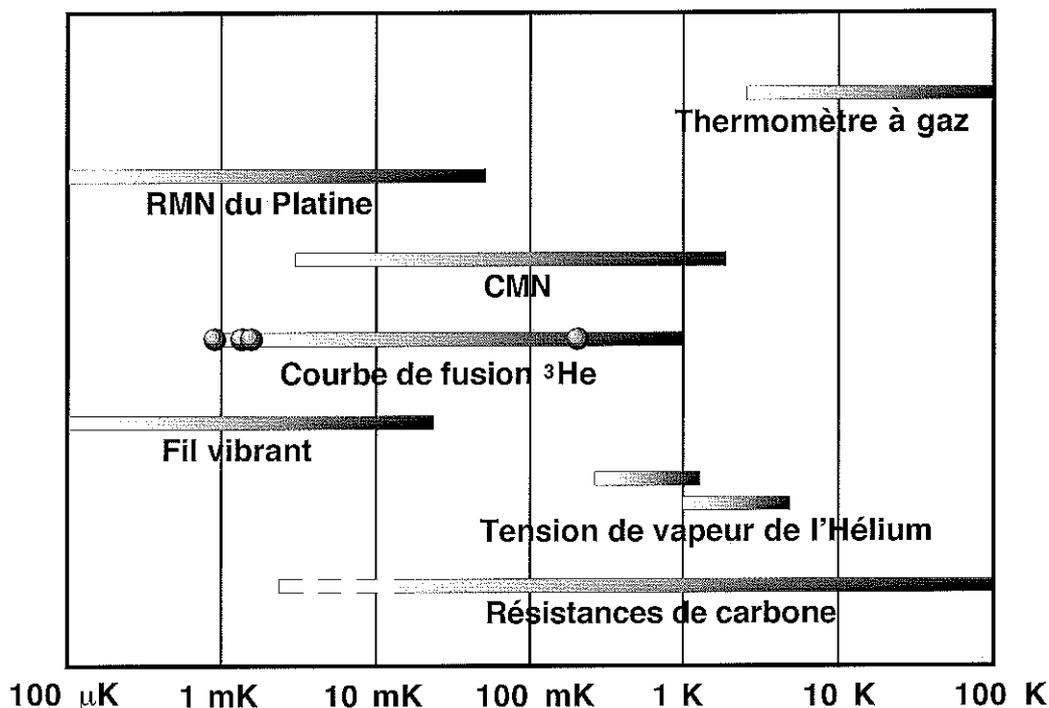


Figure 2.1: Quelques uns des thermomètres utilisés pour les basses températures. Le classement de haut en bas s'effectue du thermomètre le plus "primaire" au plus "secondaire". Notons que dans cette liste, seul le thermomètre à gaz est au sens strict un thermomètre primaire. Les ronds représentent des points fixes

## 2.1 Le thermomètre à courbe de fusion, un standard pour la thermométrie sub-Kelvin ?

Le diagramme P-T de la courbe de fusion de l'<sup>3</sup>He est représenté ci-dessous : on constate une forte dépendance de la pression avec la température sur une très grande gamme (on a typiquement une sensibilité de 3 kPa par mK) ainsi que la présence d'un point caractéristique vers 300 mK, le minimum. Un grossissement de la zone basse température montrerait trois autres points caractéristiques sous forme de changements rapides ou ruptures de pente. La grande précision que l'on sait mettre en œuvre pour des mesures de pression, y compris à froid, et la très faible influence du champ magnétique sur la courbe de fusion [11] expliquent en grande

partie le choix de ce thermomètre comme standard pour l'échelle temporaire.

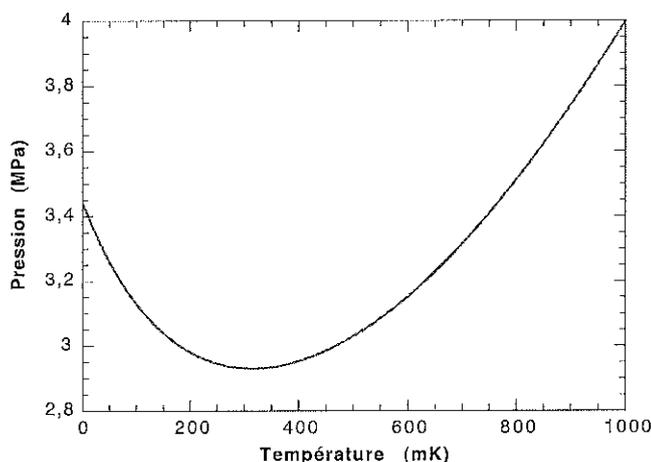


Figure 2.2: Diagramme Pression-température de la courbe de fusion de l' $^3\text{He}$ .

En fait, il s'agit a priori d'un thermomètre primaire puisque la température thermodynamique est reliée exactement à la pression par la relation de Clausius-Clapeyron :

$$\frac{dP}{dT} = \frac{\Delta S}{\Delta V} \quad (2.1)$$

où  $\Delta S = S_s - S_l$  et  $\Delta V = V_s - V_l$  représentent respectivement l'écart entre les entropies et l'écart entre les volumes molaires des phases solide et liquide.

Les tentatives de mesure d'entropie, de volume molaire et de pression le long de cette courbe [11] ont conduit à des incertitudes sur la température trop importantes pour songer à généraliser cette méthode. Le consensus actuel, dont on rend compte dans la section suivante, repose sur une mesure fine de la pression pour des températures déduites grâce à d'autres thermomètres, dont certains de type primaire (voir par exemple [12], [13]).

### 2.1.1 L'échelle provisoire de température PLTS2000

Le diagramme P-T ci-dessus a été obtenu par application de l'équation  $P(T)$  adoptée par le Comité Consultatif de Thermométrie. Cette équation résulte d'un compromis entre les divers laboratoires et se présente sous la forme d'une somme de termes en puissances  $i$  de  $T$ , termes allant de  $i = -3$  à  $i = 9$  (voir l'annexe A). Les principales caractéristiques de l'échelle PLTS2000 sont les suivantes :

- L'incertitude sur la température est estimée inférieure à 0,1 % pour  $T$  entre 500 mK et 1 K, inférieure à 0,2 % pour  $T$  entre 100 mK et 500 mK, elle croît jusqu'à 0,3 % pour  $T = 25$  mK et vaut 2 % pour  $T = 0,9$  mK. L'incertitude sur la pression est estimée à 60 Pa.

- La comparaison avec l'échelle internationale en vigueur actuellement sur la gamme  $0,65\text{ K} - 1\text{ K}$  fait apparaître des différences allant jusqu'à  $2\text{ mK}$  à  $0,65\text{ K}$ . Toutefois, aucune comparaison directe n'a été effectuée jusqu'à présent et il semble que l'échelle ITS-90 soit par ailleurs remise en cause sur cette même gamme (voir à ce sujet l'article de G. Schuster et al. [14]).
- La courbe de fusion de l' $^3\text{He}$  peut servir de référence pour d'autres thermomètres en quatre points dits "points fixes". Il s'agit du minimum, de la transition vers l'état superfluide A, de la transition entre les états superfluides A et B, et de la transition de Néel du solide. Les valeurs de pression et température pour ces points fixes sont données ci-dessous :

Nature du point fixe	Pression (MPa)	Température (mK)
minimum	2,93113	315,24
A	3,43407	2,444
A-B	3,43609	1,896
Néel	3,43934	0,902

L'utilisation de l'échelle PLTS2000 comme référence pour l'étalonnage de nos thermomètres secondaires nécessite de pouvoir associer les valeurs de température de cette échelle aux mesures de pression de notre thermomètre à courbe de fusion. Pour ce faire, nous avons ajusté la relation  $P(T)$ -PLTS2000 par morceaux pour en tirer des relations  $T(P)$  sur toute la gamme de pression. L'équation utilisée pour l'ensemble de ces relations  $T(P)$  et les paramètres de chaque ajustement sont donnés en annexe A.

### 2.1.2 Description de notre thermomètre à courbe de fusion, mise en œuvre

Un thermomètre à courbe de fusion est constitué d'un volume fermé contenant un mélange liquide-solide d' $^3\text{He}$ . Dans ce volume, on procède à une mesure de la pression d'équilibre du mélange biphasé à une température donnée. La figure 2.3 représente le thermomètre que nous avons utilisé pour nos expériences. Sa position sur la platine de régulation et sur le schéma d'ensemble du cryostat apparaît en figures 1.4 et 1.5.

La mesure de pression s'effectue au moyen d'une jauge capacitive composée d'une plaque fixe et d'un diaphragme mobile en Cu-Be de  $200\ \mu\text{m}$  d'épaisseur. En première approximation [6], la capacité varie comme  $1/(d_0 - \alpha P)$  où  $d_0$  est la distance entre électrodes à pression nulle,  $\alpha$  est une constante fonction des propriétés mécaniques de la membrane et  $P$  la pression. La détermination de la pression par cette relation est trop peu précise et l'on préfère étalonner le capteur en

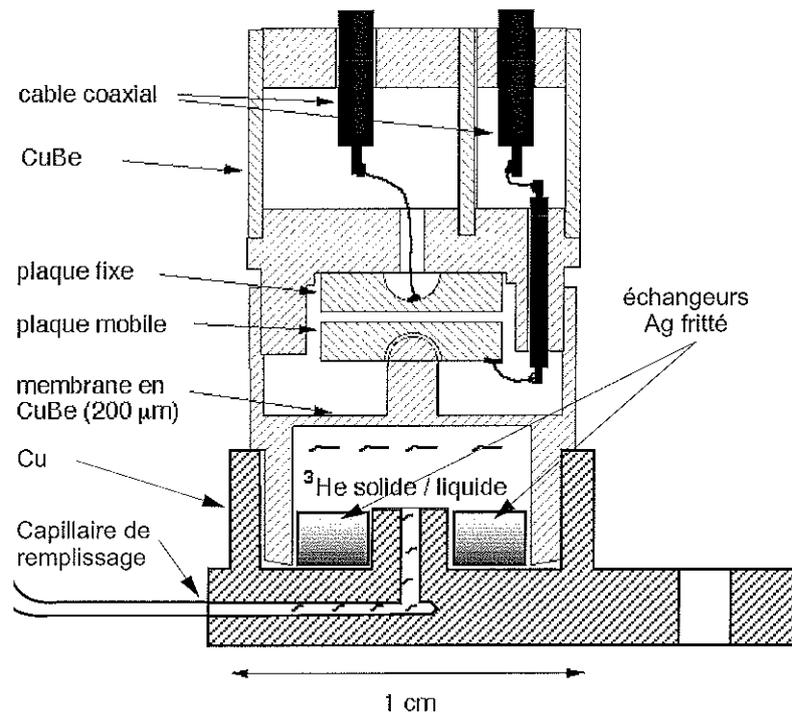


Figure 2.3: Schéma du thermomètre à courbe de fusion utilisé pour nos expériences.

associant aux valeurs de capacité des mesures de pression effectuées avec un manomètre placé sur le haut du cryostat. Cet étalonnage est réalisé avec de l' $^3\text{He}$  liquide à  $1,5\text{ K}$  environ, température en dessous de laquelle les caractéristiques mécaniques du thermomètre n'évoluent presque plus<sup>1</sup>. Après plusieurs cycles en pression entre  $2,6\text{ MPa}$  à  $3,8\text{ MPa}$  afin "d'exercer" le diaphragme, on relève les valeurs de pression et de capacité pour une vingtaine de points sur cet intervalle. La première est mesurée grâce à un Digiquartz  $0 - 6\text{ MPa}$  (Digiquartz Pressure Transducer Series 1000) précis à environ  $600\text{ Pa}$ . La capacité, dont la valeur se situe vers  $3\text{ pF}$ , est lue grâce à un pont développé au laboratoire utilisant un diviseur inductif et une capacité de référence  $C_o$  plongée dans l'azote liquide. La précision sur la lecture de capacité est estimée à quelques  $10^{-5}\text{ pF}$ . La relation pression-capacité ainsi obtenue est définie à une constante près. En effet, la lecture de pression s'effectue sur le haut du cryostat à température ambiante tandis que la capacité est mesurée sur la base en cuivre, au point le plus bas. Chaque étalonnage doit donc être corrigé par la valeur de pression hydrostatique de la colonne d' $^3\text{He}$  au moment de la mesure. Cette correction est estimée entre  $600$  et  $1200\text{ Pa}$ ,  $\pm 100\text{ Pa}$ , selon le niveau du bain d'hélium.

L'étape suivante consiste à mettre le thermomètre à courbe de fusion dans l'état d'équilibre liquide-solide désiré en vue de son utilisation à basse température, c'est-à-dire à fixer la pression

<sup>1</sup>G. Schuster [15] a réalisé une expérience où il a maintenu la pression constante dans sa cellule et relevé la pression apparente de son capteur pour des températures entre  $1\text{ mK}$  et  $800\text{ mK}$ . L'écart des pressions apparentes sur toute la gamme de température s'est révélé inférieur à  $40\text{ Pa}$ .

initiale. Le diagramme densité-température (figure 2.4) issu de l'article de Greywall et Busch [12] met en évidence l'importance du choix de cet état. Le système liquide-solide est amené à être isolé, la densité du mélange restera constante avec la température et sera égale à la valeur de densité au croisement de la courbe d'équilibre. Tant que le système restera isolé et sur la courbe d'équilibre, c'est la proportion entre les deux phases qui changera. Ceci est représenté par une ligne horizontale dans le diagramme où la règle des segments s'applique. Une pression initiale de 36 bars (3,6 MPa) nous permet de couvrir une vaste gamme de température, mais la proportion de solide au voisinage du minimum de la courbe de fusion, supérieure à 75 %, peut poser problème (voir section 2.1.4). A l'opposé, avec une pression de 32 bars (3,2 MPa), la proportion de solide n'est certes que de 30 % au minimum, mais on ne peut mesurer de température en dessous de 50 mK puisque l'on n'a alors plus que du liquide.

Pour la plupart de nos expériences, nous avons travaillé avec une pression initiale de 3,6 MPa. Pour les besoins de la thermométrie nous avons utilisé une fois une pression initiale de 3,05 MPa (dans le but de définir finement le minimum de la courbe de fusion) et une autre fois une pression initiale de 3,95 MPa (pour étendre la mesure de température avec le thermomètre à courbe de fusion jusqu'à 900 mK).

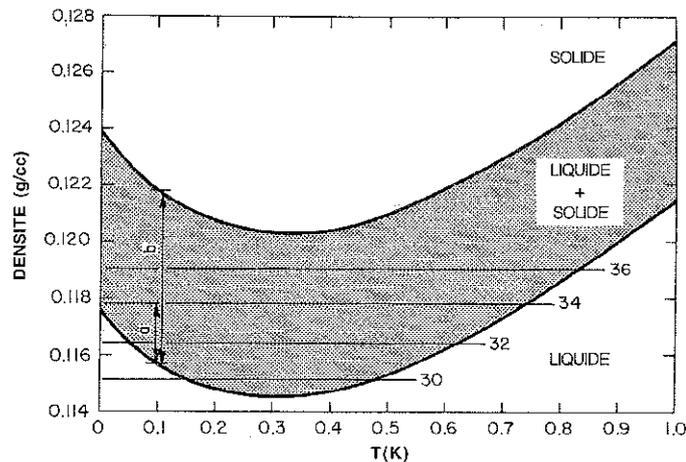


Figure 2.4: Diagramme densité-température de la courbe de fusion de l' $^3\text{He}$ . La proportion de solide à une température donnée,  $x_s$ , est déduite grâce à la règle des segments :  $x_s = a/b$ .

Il existe deux façons d'isoler le thermomètre à courbe de fusion. La première fait appel à une vanne à froid adaptée aux hautes pressions. L'autre, que nous employons, utilise les gradients thermiques du cryostat pour former et maintenir un bouchon d' $^3\text{He}$  solide dans le capillaire de remplissage du thermomètre. Afin d'initier le refroidissement du cryostat à dilution en dessous

de  $1,5 K$ , on pompe sur l'évaporateur (voir figure 1.1) qui devient alors le point le plus froid du cryostat. Quand la température de l'évaporateur croise la courbe de fusion, le solide germe en tout premier lieu à ce niveau. En poursuivant le refroidissement, le solide croît à partir de cette région et finit par obstruer complètement le capillaire. La partie inférieure, où se situe la membrane, est ainsi parfaitement isolée. Le capillaire demeure obstrué tant que la pression est maintenue élevée en haut du cryostat et que la partie basse du cryostat reste à une température plus faible que l'évaporateur. Cette technique, dite du capillaire bloqué, est la plus répandue.

Pour baser notre thermométrie sur l'échelle PLTS2000, nous avons dû vérifier la fiabilité de notre capteur de pression : par une étude de sa stabilité dans le temps et par une comparaison avec l'échelle PLTS2000 au voisinage du seul point fixe accessible avec le cryostat à dilution : le minimum de la courbe de fusion.

### 2.1.3 Stabilité du thermomètre à courbe de fusion

L'étalonnage pression-capacité réalisé au début des expériences de susceptibilité de l' $^3\text{He}$  massif est montré en figure 2.5 en même temps que son ajustement en puissances de  $C_0/C$  jusqu'à l'ordre trois<sup>2</sup>. L'écart entre l'ajustement et les valeurs mesurées, figure 2.6, est plus d'un ordre de grandeur inférieur aux  $600 Pa$  d'incertitude du capteur de pression.

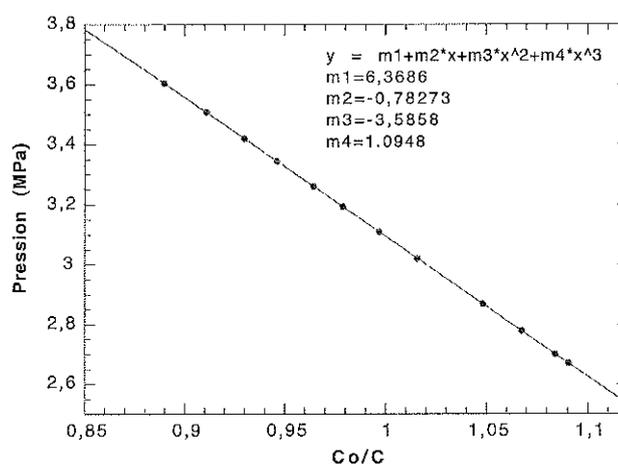


Figure 2.5: Etalonnage de la pression en fonction de la capacité pour le thermomètre à courbe de fusion. Equation et paramètres typiques d'un ajustement en puissances de  $C_0/C$  où  $C_0$  est la valeur de la capacité de référence plongée dans l'azote liquide.

Au cours des trois années de cette thèse, le cryostat a été ouvert de nombreuses fois. Vu la diversité des matériaux qui le composent, y compris des matières plastiques, il est peu probable

<sup>2</sup>Un ajustement de pression linéaire en  $C_0/C$ , comme suggéré en 2.1.2 donne un résultat correct mais on gagne sensiblement en précision en utilisant un ajustement d'ordre plus élevé.

que le thermomètre à courbe de fusion conserve exactement ses propriétés mécaniques après un cycle  $10\text{ mK} - 300\text{ K} - 10\text{ mK}$ . On effectue donc naturellement un nouvel étalonnage pression-capacité à chaque mise à froid. Par contre, la question de la stabilité se pose dans le cas d'une longue période à froid. Par exemple, les expériences de susceptibilité sur l' $^3\text{He}$  massif et de thermométrie ont duré plus de six mois, période pendant laquelle le cryostat n'a jamais été réchauffé au-delà de  $4,2\text{ K}$ . Les expériences sur l'aérogel ont, quant à elles, duré près de quatre mois. Entre ces deux séries d'expériences, le cryostat a été réchauffé à  $300\text{ K}$  pour changer la cellule expérimentale.

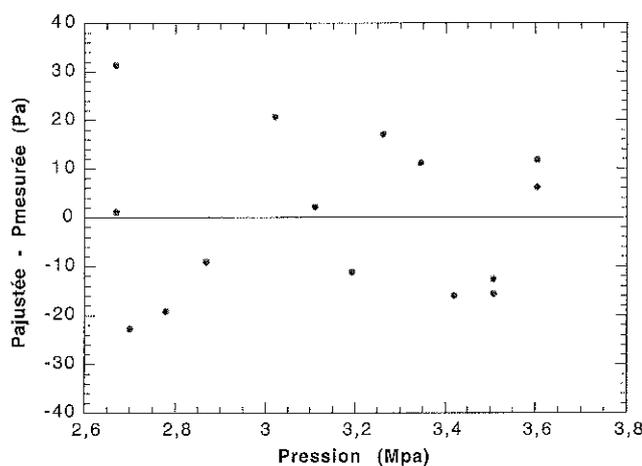


Figure 2.6: Ecart entre la pression déterminée par ajustement et la pression mesurée.

Une façon de rendre compte de la stabilité du capteur est de représenter et comparer divers étalonnages au cours du temps. Nous avons représenté ci-après (figure 2.7) sept étalonnages pression-capacité réalisés entre Juin 1999 et Juillet 2000. On a représenté l'écart entre chacun de ces étalonnages et un étalonnage de référence, celui de Janvier 2000. Si le capteur était stable même après un réchauffement à la température ambiante, on aurait un ensemble de courbes parallèles : mêmes paramètres d'ajustement, mais différence des pressions hydrostatiques au moment de l'étalonnage. Ce n'est pas le cas, mais on observe deux ensembles de courbes pour lesquels la différence entre ajustements est quasiment constante : ils correspondent à deux séries d'expériences avec un seul réchauffement entre les deux. La conclusion est que le capteur est effectivement stable au cours d'une longue période à froid mais que ses propriétés mécaniques changent sensiblement après un réchauffement.

En définitive, notre senseur possède une stabilité comparable aux capteurs utilisés pour définir l'échelle PLTS2000 [15]. Certes, notre incertitude absolue sur la détermination de pression est bien plus élevée :  $700\text{ Pa}$  ( $600$  pour le Digiquartz et  $100$  pour l'estimation de la colonne hydrostatique) contre  $60\text{ Pa}$  et il est clair qu'un système d'étalonnage en pression plus précis est nécessaire pour déterminer de manière absolue la courbe de fusion de l' $^3\text{He}$ . Toutefois, en

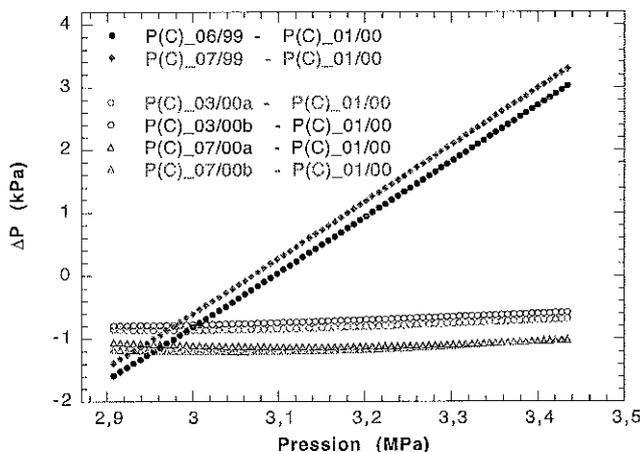


Figure 2.7: Stabilité du thermomètre à courbe de fusion dans le temps. L'étalonnage de référence, réalisé en janvier 2000, est celui utilisé pour les expériences de thermométrie et de susceptibilité de l' $^3\text{He}$  massif. La légende indique la date de réalisation de chaque étalonnage P(C).

recalant notre lecture de la pression au minimum de la courbe de fusion sur la valeur déterminée par l'échelle PLTS2000, on s'affranchit de cette difficulté et l'on parvient à une très bonne détermination de la température.

#### 2.1.4 Le minimum de la courbe de fusion

Repérer le minimum de la courbe de fusion est en apparence un exercice de routine : atteindre  $300\text{ mK}$  est aisé avec un cryostat à dilution et il suffit de relever la valeur minimale de la capacité. Le premier refroidissement du cryostat vers les plus basses températures ne permet certes pas une détermination fine car la traversée s'effectue rapidement. Néanmoins, le tracé de la capacité en fonction du temps montre déjà un minimum nettement identifiable. Pour mesurer le minimum avec précision, il suffit en fait de chauffer progressivement la base en cuivre. Un premier résultat surprenant est qu'il faut généralement plusieurs traversées pour bien repérer le minimum, celui-ci ayant tendance à se creuser au fur et à mesure des franchissements. On observe aussi parfois, même après plusieurs cycles, un minimum d'apparence légèrement trop plate. Il est arrivé que la correction à apporter à la pression déduite d'après notre étalonnage à  $1,5\text{ K}$  soit négative, ce qui requiert que l'erreur sur le calcul de la pression et l'erreur de détermination de la pression hydrostatique soient maximales. Dans le pire des cas, on est confronté à des constantes de temps excessivement longues, le minimum est singulièrement plat et les valeurs de correction, négatives, sont aberrantes. Ces comportements inattendus ne sont pas forcément reproductibles : deux traversées effectuées à des moments différents alors que le thermomètre à courbe de fusion est demeuré isolé peuvent donner des résultats très variés.

Pour éclaircir ces comportements, on peut analyser la nucléation de l' $^3\text{He}$  solide au cours d'un refroidissement depuis la température de  $1,5\text{ K}$ . Supposons qu'on impose une pression initiale de  $3,6\text{ MPa}$ . D'après la figure 2.4, le premier germe de solide se forme vers  $830\text{ mK}$ . Comme on l'a vu auparavant, il apparaît au niveau de l'évaporateur. Le volume total pour le mélange liquide-solide est ainsi fixé (la densité moyenne également), il se répartit entre le capillaire : environ 20% du volume total, les échangeurs en argent fritté : environ 18% du volume total en considérant un taux de remplissage de 0,5 et le volume libre au dessus du fritté : environ 62% du volume total<sup>3</sup>. A la température d'environ  $750\text{ mK}$ , avec 20% de solide, le capillaire est complètement obstrué. Quand on poursuit le refroidissement du cryostat, la proportion de solide augmente pour atteindre 78% au minimum de la courbe de fusion puis diminue jusqu'à 23% à  $1\text{ mK}$ .

Selon Eckstein et al. [16], le solide qui croît dans l'enceinte du thermomètre à courbe de fusion se forme d'abord dans les pores du fritté. Leurs interprétations suggèrent de plus que tant que les pores ne sont pas tous obstrués, la courbe de fusion apparente est décalée par rapport à la courbe réelle. Avec cette hypothèse, notre thermomètre ne serait sur la courbe de fusion réelle qu'entre  $60$  et  $650\text{ mK}$  (plus de 38% de solide). Une autre conséquence serait l'observation de constantes de temps de thermalisation très longues au dessus de  $60\text{ mK}$  : un fritté rempli de solide perd considérablement en surface spécifique. Un tel phénomène n'a jamais été observé dans notre cas. Enfin, on devrait parvenir à résoudre correctement le minimum puisque le solide occupe au maximum 78% du volume total, soit 65% de l'espace libre au dessus du fritté dans ces conditions.

Nos observations vont au contraire pleinement dans le sens de celles de D. S. Greywall [12] qui suggère que le solide ne parvient pas à croître dans le fritté. Dans cette hypothèse, le fritté permet une thermalisation rapide jusqu'aux plus basses températures, ce que nous observons. Également, au minimum, tout le solide se répartit entre le capillaire et l'espace libre au dessus du fritté, c'est à dire que l'espace libre est à 94% rempli de solide. Il est alors probable que l'on n'ait pas de continuité entre le liquide juste au dessus du fritté et le liquide à proximité de la membrane. Les comportements non reproductibles repérés vont dans le sens de cette hypothèse : on ne contrôle pas la croissance du solide dans la cavité et on ne peut donc prédire la présence de canaux de communication entre ces deux interfaces. Les constantes de temps très longues au voisinage du minimum sont également expliquées par cette hypothèse.

Il ressort que ce type de thermomètre ne peut être conditionné d'une manière unique pour couvrir toute la gamme de température. Si l'on veut pouvoir mesurer aux plus basses tempé-

---

<sup>3</sup>Cette estimation des volumes relatifs prend en compte un capillaire de deux mètres de long et 0,1 millimètre de diamètre. Ces dimensions sont incertaines et il se pourrait en définitive que le volume relatif du capillaire soit plus important. Toutefois, ceci ne modifie en rien le rapport entre les volumes dans le fritté et au dessus de ce dernier. Or, c'est principalement ce rapport qui fixe le comportement du thermomètre à courbe de fusion à l'approche du minimum.

ratures, on doit imposer une pression initiale d'au moins  $3,6 \text{ MPa}$  car avec une pression plus basse, on prend le risque que l'interface liquide-solide se situe dans le capillaire en un point correspondant à une température plus élevée. A l'opposé, si l'on veut définir précisément le minimum il est souhaitable que la proportion de solide soit supérieure à 20% (pour avoir du solide au dessus du fritté) et probablement inférieure à 50% (pour ne pas isoler la membrane du fritté). La figure 2.8 résume ces deux situations. Une pression initiale comprise entre  $3,1 \text{ MPa}$  et  $3,3 \text{ MPa}$  semble raisonnable.

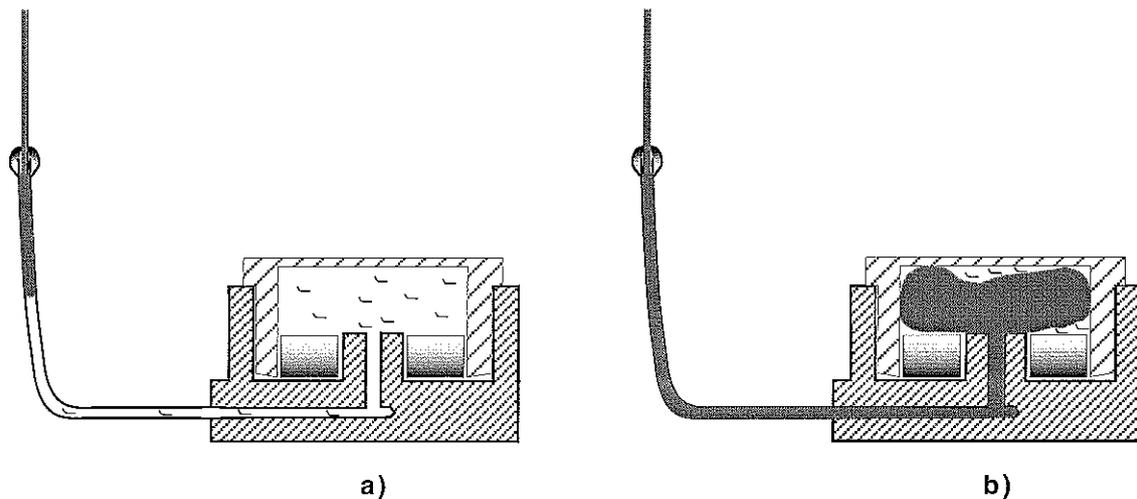


Figure 2.8: Deux situations où le thermomètre à courbe de fusion n'indique pas la température de la base en cuivre :

- a) L'interface solide-liquide se situe dans le capillaire de remplissage.
- b) La pression exercée sur la membrane n'est pas identique à la pression au niveau des échangeurs.

Nous avons effectué une traversée du minimum de la courbe de fusion en imposant une pression initiale de  $3,05 \text{ MPa}$ . Celle-ci peut paraître faible au regard des observations précédentes. Toutefois, l'aspect de la courbe semble indiquer, a posteriori, qu'il y avait bien du solide dans le volume libre au dessus du fritté. Et même si cela n'était pas le cas, on peut penser que l'interface liquide-solide dans le capillaire était à une température très proche de la base en cuivre car on ne régulait exceptionnellement pas cette dernière. Enfin, on cherche simplement à repérer un minimum en pression, ce qui n'impose pas une connaissance précise de la température de la base en cuivre. Le minimum ainsi obtenu est représenté sur la figure 2.9. Les barres d'erreur correspondent à l'erreur estimée pour l'échelle PLTS2000. Cette figure montre que notre minimum en pression est repéré expérimentalement avec une précision meilleure que  $100 \text{ Pa}$ . Cette précision est conservée quand on compare avec d'autres minima relevés dans des conditions de bon fonctionnement du thermomètre à courbe de fusion.

Finalement, sur la base des  $2,9311 \text{ MPa}$  définis par l'échelle PLTS2000 (section 2.1.1), la constante à ajouter à notre ajustement pression-capacité vaut  $+200 \text{ Pa}$ . L'erreur sur la

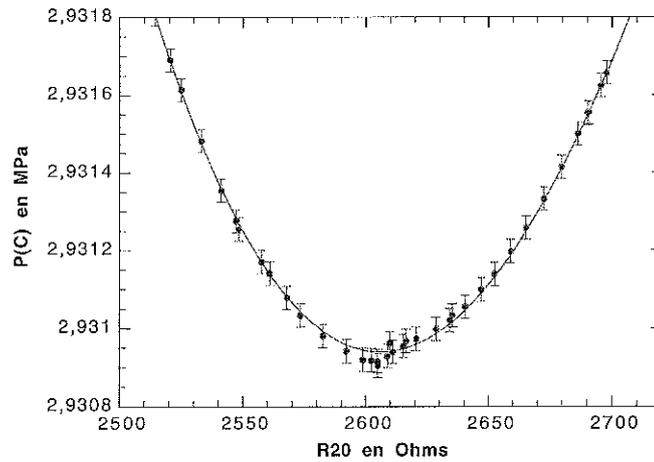


Figure 2.9: Traversée du minimum de la courbe de fusion avec une pression initiale de  $3,05 \text{ MPa}$ . Les barres d'erreur, de  $\pm 30 \text{ Pa}$ , correspondent à la résolution de l'échelle PLTS2000. On a représenté en abscisse la valeur d'une résistance de carbone située à proximité du thermomètre à courbe de fusion et appelée à être étalonnée par ce dernier. La parabole aide à repérer la valeur du minimum.

détermination de pression est alors de  $100 \text{ Pa}$  près du minimum et inférieure à  $700 \text{ Pa}$  sur le reste de la gamme. Notons que l'étalonnage à la température de  $1,5 \text{ K}$  a été réalisé avec un niveau d'hélium bas, suggérant une correction de l'ordre de  $+600 \text{ Pa}$ . L'écart entre les valeurs estimée et mesurée est inférieur à l'incertitude globale de  $700 \text{ Pa}$  sur la pression. Cette incertitude nous assure une résolution largement suffisante pour étalonner des thermomètres secondaires sur toute la gamme couverte par le thermomètre à courbe de fusion.

## 2.2 Etalonnage de thermomètres secondaires

Nous avons évoqué la nécessité de disposer de plusieurs thermomètres pour s'assurer de la température de la cellule expérimentale. Nous avons également abordé les risques de découplage thermique sur la base en cuivre. Pour satisfaire le premier point tout en s'affranchissant du deuxième, nous avons mesuré simultanément, pour 800 points compris entre  $5 \text{ mK}$  et  $2,17 \text{ K}$ , les indications de plusieurs thermomètres en contrôlant les variations de température du cryostat à puissance nulle comme décrit dans la section 1.1.4. Le but était d'étalonner sur la plus large gamme possible des résistances de carbone destinées à servir de référence de température. Pour cela, nous avons procédé en trois étapes :

- Le thermomètre à courbe de fusion nous permet de disposer d'une température de référence (PLTS2000) entre  $5 \text{ mK}$  et  $900 \text{ mK}$  environ.
- A plus haute température, entre  $1,4 \text{ K}$  et  $2,17 \text{ K}$ , nous avons fait appel à la thermométrie par tension de vapeur de l' $^4\text{He}$  qui constitue un standard de l'échelle ITS-90. Cette partie

de l'étalonnage a constitué une expérience spécifique, toujours dans le même cryostat et sans démontage.

- Un thermomètre magnétique est venu compléter l'échelle des températures de référence.

### 2.2.1 Thermométrie de la tension de vapeur de l' $^4\text{He}$

La thermométrie de la tension de vapeur de l' $^4\text{He}$  est très largement utilisée dans les laboratoires de basses températures. Sa mise en œuvre est aisée, la dépendance exponentielle de la pression avec la température assure une bonne sensibilité et la relation a été définie avec une grande précision pour servir de référence à l'échelle de température ITS-90 (l'équation et les coefficients sont donnés dans l'annexe A).

Sa mise en place dans notre cas a consisté à pomper sur le bain d'hélium entourant le calorimètre. Nous avons mis quelques centaines de  $\text{Pa}$  d' $^4\text{He}$  gazeux dans le calorimètre et à l'intérieur du cryostat afin d'assurer la thermalisation de nos divers thermomètres (gaz d'échange). Pour la mesure, on dispose un tube à quelques centimètres au dessus de l'interface liquide-gaz, tube qui est relié à un capteur de pression à la température ambiante; nous avons utilisé un MKS Baratron 100 *Torr*. Des corrections thermomoléculaire et hydrostatique doivent généralement être apportées aux mesures de pression [14], mais elles s'appliquent surtout pour les pressions inférieures à 100  $\text{Pa}$  (1,23  $\text{K}$ ). Compte tenu de l'évaporation de notre bain d'hélium, nous n'avons pas été en mesure de diminuer la pression en dessous de 350  $\text{Pa}$  (1,44  $\text{K}$ ). Côté hautes températures, la piètre conductivité thermique de l' $^4\text{He}$  normal limite les mesures à la température du point  $\lambda$ . Les valeurs des deux résistances de carbone ainsi relevées sont représentées sur la figure 2.10.

Le thermomètre magnétique a également été étalonné grâce à la tension de vapeur de l' $^4\text{He}$ . On a néanmoins constaté (figure 2.11) un léger décalage dans les mesures de résistances en fonction du thermomètre magnétique selon que ce dernier est mesuré avec du gaz d'échange dans la boîte à mélange (expériences basées sur la tension de vapeur de l' $^4\text{He}$ ) ou qu'il est plongé dans le liquide (expériences en contrôlant le réchauffement du cryostat). L'hypothèse d'une mauvaise thermalisation dans le gaz d'échange ne peut être retenue car les températures indiquées par le thermomètre magnétique sont alors toujours plus faibles. L'hypothèse de gradients thermiques dans le liquide n'est pas non plus satisfaisante car la conductivité de notre mélange  $^3\text{He}$  -  $^4\text{He}$ , comme le décalage entre les thermomètres, croît avec la température. Enfin, la présence d'hélium, quelle que soit sa densité, ne doit pas affecter la mesure du thermomètre magnétique. L'hypothèse retenue est celle d'une dérive du pont de mesure du thermomètre magnétique. Quoiqu'il en soit, l'influence sur l'étalonnage final du thermomètre magnétique et des résistances a été estimée, elle est négligeable.

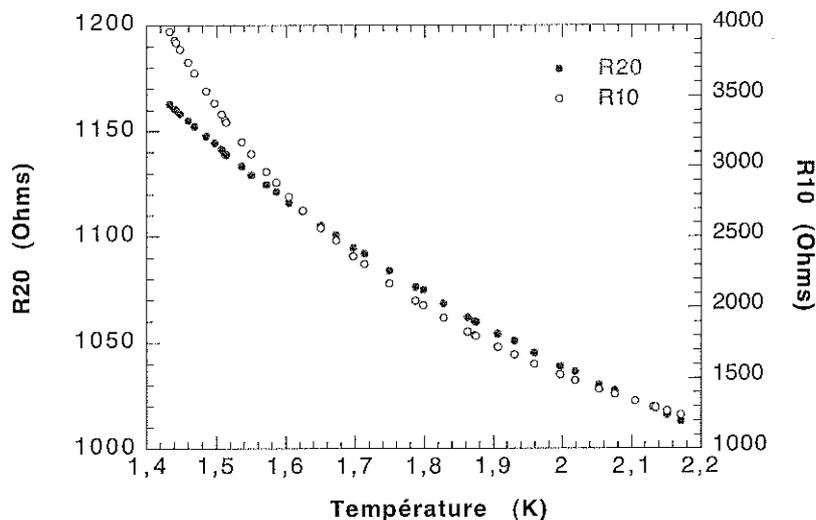


Figure 2.10: Etalonnage de résistances R20 (Speer  $100\ \Omega$ ) et R10 (Allen Bradley  $47\ \Omega$ ) de la base en cuivre à haute température par la mesure de la tension de vapeur de l' $^4\text{He}$ . On peut noter la plus grande sensibilité de R10 dans cette gamme.

## 2.2.2 Le thermomètre magnétique à CMN

Le thermomètre magnétique à CMN est particulièrement utile à basse température car la susceptibilité magnétique du Nitrate de Cérium Magnésium (CMN) qui le compose suit une loi simple :  $\chi = \chi_0 + C/T$  où  $C$  est la constante de Curie du CMN et  $\chi_0$  une constante (contribution diamagnétique). Ceci est généralement vérifié pour des températures supérieures à  $10\ \text{mK}$ . En dessous, le comportement paramagnétique du CMN est plus souvent décrit par une loi de type Curie-Weiss [14]. Sa réalisation ainsi que la mesure pratique de susceptibilité ont été largement traités dans d'autres manuscrits de thèse [6, 7] ou articles [14, 17].

L'étalonnage de notre CMN d'après les températures de référence définies par le thermomètre à courbe de fusion et la tension de vapeur de l' $^4\text{He}$  apparaît en figure 2.12. L'encart montre l'écart relatif entre la température déterminée par l'ajustement de la susceptibilité avec la loi de Curie et la température mesurée. Cet écart est inférieur à 1 % sur toute la gamme. On peut noter l'absence de points d'étalonnage pour les températures inférieures à  $180\ \text{mK}$ <sup>4</sup>, région normalement couverte par le thermomètre à courbe de fusion et sur laquelle nous avons mesuré la susceptibilité du CMN. La gamme des basses températures pose un problème dont l'origine est mal définie. Vers  $160\ \text{mK}$ , on observe un changement dans le comportement de la susceptibilité en fonction de la température. Pour tenter d'en saisir la nature, nous avons tracé  $T * (\chi - \chi_0)$  (figure 2.13). Cette représentation, qui donne directement accès à la constante de Curie, ne

<sup>4</sup>Rappelons qu'il reviendra au thermomètre magnétique de définir la température de référence sur la gamme,  $0,9\ \text{K} - 1,4\ \text{K}$  non couverte par le thermomètre à courbe de fusion et la tension de vapeur de l' $^4\text{He}$ .

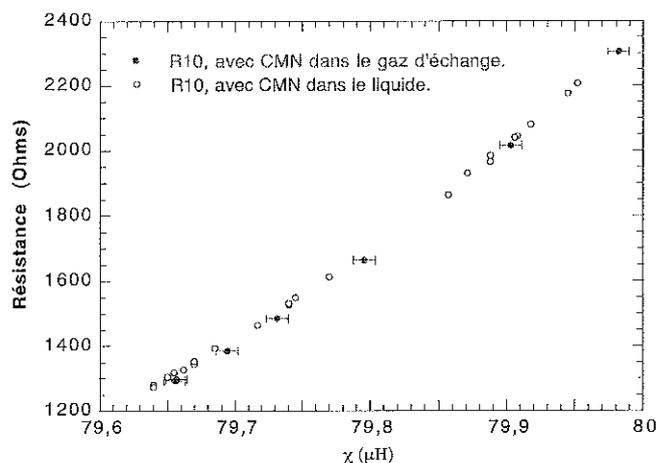


Figure 2.11: Décalage dans la mesure de résistance selon l'environnement du thermomètre magnétique. En abscisse, on a reporté l'erreur (0,01%) sur la lecture de susceptibilité du thermomètre magnétique. L'erreur sur la lecture de résistance est inférieure à la taille des points.

semble bien définie qu'au dessus de 200 *mK* environ. Cet effet est probablement associé à des inclusions supraconductrices dans le fil de la bobine de détection, modifiant l'environnement magnétique du CMN.

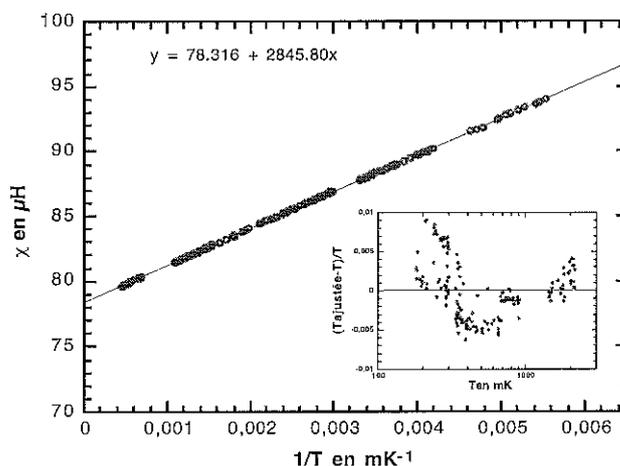


Figure 2.12: Susceptibilité du CMN en fonction de l'inverse de la température. L'équation a été retenue pour l'étalonnage des résistances de carbone.

En définitive, on pourrait disposer avec le CMN d'un capteur complémentaire pour la thermométrie en dessous du Kelvin. Néanmoins, il devient purement indicatif dès lors que l'on règle la base en cuivre puisque cette dernière et la boîte à mélange sont volontairement découplées.

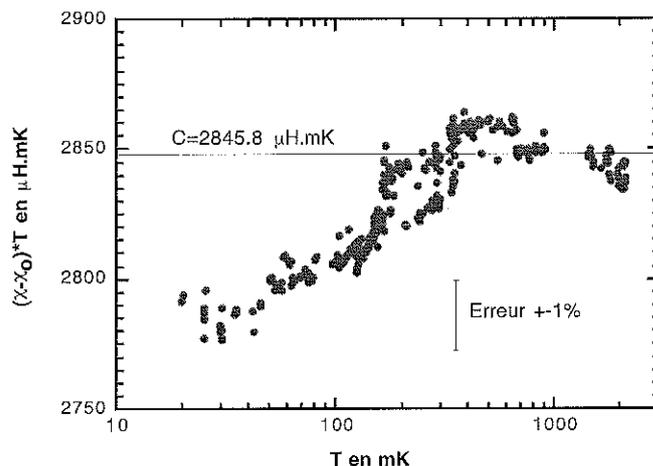


Figure 2.13: Problème de la mesure du CMN à basse température : le thermomètre présente une petite anomalie qui limite son utilisation à des températures supérieures à 200  $mK$ .  $\chi_0$  représente la susceptibilité de notre CMN à température infinie.

Qui plus est, il est difficilement utilisable dans le cadre de nos expériences de susceptibilité de  $^3\text{He}$  car le champ magnétique appliqué pour ces expériences affecte le CMN. En revanche, il constitue un excellent intermédiaire pour compléter l'étalonnage de nos résistances de carbone.

### 2.2.3 Les résistances de carbone

Les résistances de carbone constituent le capteur de température le plus répandu. Leurs principaux avantages sont leur facilité de mise en œuvre, leur faible encombrement, leurs constantes de temps très courtes pour atteindre l'équilibre thermique et la large gamme de température qu'elles peuvent couvrir : de quelques  $mK$  à 300  $K$  idéalement. Leurs principaux défauts sont l'absence de loi physique simple pour décrire leur dépendance en température et le manque de stabilité dans le temps pour certaines d'entre elles. On peut y ajouter les différences de sensibilité en fonction de la température : aucune résistance n'est véritablement adaptée pour couvrir à elle seule deux ordres de grandeur en température.

Pour nos expériences, nous avons étalonné deux résistances situées sur la base en cuivre. La première, R10, de type Allen Bradley  $47 \Omega$ , est particulièrement sensible entre 600  $mK$  et 2,2  $K$ . La seconde, R20, de type Speer  $100 \Omega$ , est surtout adaptée pour les températures inférieures à 500  $mK$ . L'utilisation répétée de ces résistances au laboratoire a montré qu'elles étaient relativement stables dans le temps.

Puisque ce type de capteur n'est associé à aucune loi<sup>5</sup>, nous ne pouvons pas, contrairement

<sup>5</sup>Cette affirmation est certainement abusive. Des modèles type "variable range hopping" prédisent un comporte-

au CMN, extrapoler leur comportement sur des intervalles pour lesquels on ne dispose pas de température de référence. C'est pourquoi nous avons limité leur étalonnage à 2,2 K.

Le tracé de ces résistances en fonction de la température pour R10 et R20 apparaît ci-dessous, une sélection de points ainsi qu'un ajustement sont proposés en annexe A :

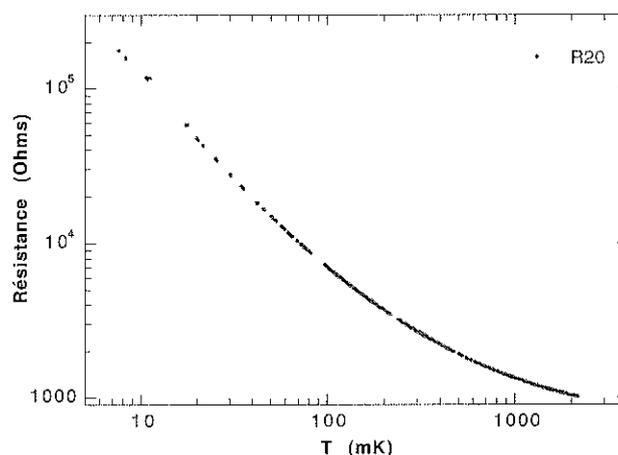


Figure 2.14: Etalonnage de la résistance de carbone R20 placée sur la base en cuivre.

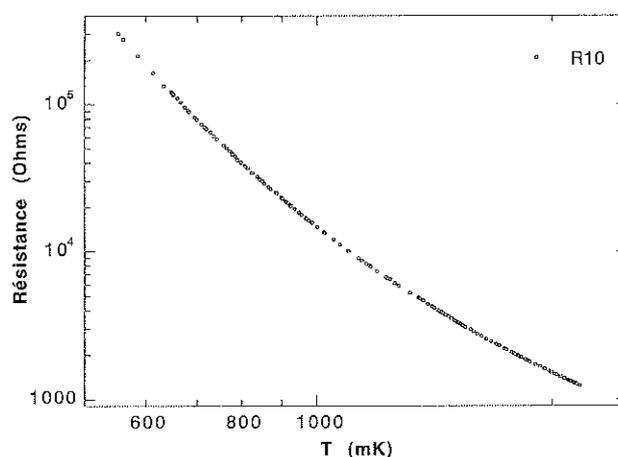


Figure 2.15: Etalonnage de la résistance de carbone R10 placée sur la base en cuivre. Noter que l'échelle de température diffère de la figure précédente.

On remarque que leur comportement limite est sensiblement différent. On a mesuré sans difficulté des résistances de l'ordre de 1 M $\Omega$  pour R10 tandis que R20 sature généralement vers 300 k $\Omega$ . Pour les fortes valeurs, R10 est peu sensible aux perturbations extérieures tandis que

ment de  $\ln R$  en  $T^{-1/2}$  (voir par exemple [14]), qui se vérifie expérimentalement. Mais ces modèles ne s'appliquent que sur une gamme restreinte et l'exposant déterminé par ajustement peut être significativement différent de  $-1/2$ . De notre côté, nous avons obtenu un très bon ajustement de R20 et R10 avec une équation de la forme  $1/T = (a * R^b - c)^d$ .

R20 subit des variations allant jusqu'à 10% de la lecture de résistance quand on déconnecte le pont de mesure de la table traçante. Le problème des entrées radiofréquence à l'intérieur du cryostat et des boucles de masse est à l'origine des problèmes observés. R20 fonctionnant à plus basse température, elle est plus sujette à ces perturbations. Au dessous de  $40\text{ mK}$ , on a mesuré des variations de R20 systématiquement supérieures à 2% pour un champ magnétique statique de  $27\text{ mT}$  correspondant sensiblement au champ appliqué pendant les expériences de susceptibilité de l' $^3\text{He}$  massif. Par exemple, d'après la figure 2.16, cet écart vaut 5% pour  $16,4\text{ mK}$  et  $25\text{ mT}$ . En termes de température, ces variations demeurent faibles mais comme on a effectué l'étalonnage à champ nul et compte tenu des autres incertitudes, on a préféré ignorer les mesures de R20 pour des températures inférieures à  $40\text{ mK}$ .

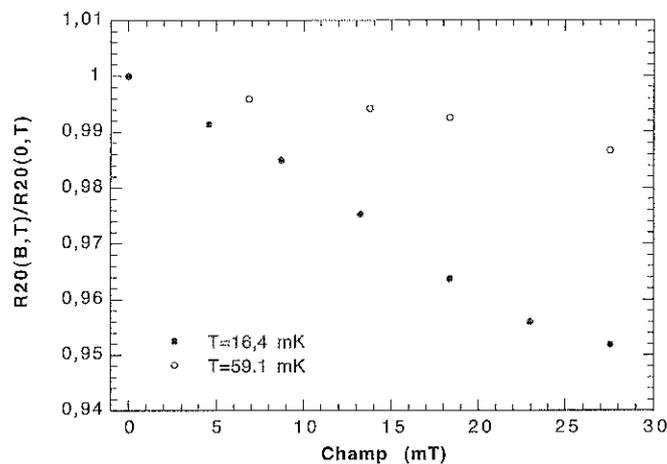


Figure 2.16: Effet de magnétorésistance sur la résistance R20 à  $16,4$  et  $59,1\text{ mK}$ .

Grâce à cette série d'expériences de thermométrie, nous avons obtenu un étalonnage des résistances avec une incertitude inférieure à 1% sur une très large gamme de température. Nous pouvons donc déterminer précisément la température de la base en cuivre.

L'échelle de température sur laquelle nous avons basé toute notre thermométrie constitue le standard actuel d'échelle internationale. Bien que nécessaire car elle couvre les performances de n'importe quel cryostat à dilution, elle apparaît toutefois déjà limitée pour les meilleurs appareillages à désaimantation actuels qui travaillent sous la barre du  $\text{mK}$ . Disposant nous mêmes d'un de ces cryostats, nous avons cherché à développer des thermomètres adaptés avec l'espoir qu'ils serviront de base de travail pour bâtir la prochaine échelle de température.

## 2.3 Fil vibrant microfabriqué pour la mesure des ultra basses températures

Quelques laboratoires dans le monde parviennent à refroidir des échantillons macroscopiques à moins de  $100 \mu K$ . Le cryostat à désaimantation nucléaire construit au CRTBT [18] entre dans cette catégorie mais, comme pour les réfrigérateurs des autres laboratoires, sa température limite est incertaine. La raison en est simple : il n'existe pas de thermomètre suffisamment bien couplé thermiquement dans cette nouvelle gamme.

L'équipe de Lancaster a été la première à suggérer l'utilisation des fils vibrants dans l' $^3\text{He}$  superfluide comme thermomètre pour les ultra basses températures [19]. Les développements successifs de cette technique ont permis de mieux comprendre le lien entre l'amortissement d'un fil vibrant et la température thermodynamique du milieu et d'abaisser la limite de la mesure précise de température vers  $120 \mu K$ . Toutefois, les fils traditionnels paraissent désormais limités en sensibilité d'où l'idée d'utiliser de nouvelles techniques de fabrication.

### 2.3.1 Principe

Un fil vibrant est constitué d'un élément conducteur parcouru par un courant alternatif et soumis à la force de Lorentz  $d\vec{f} = I(t)d\vec{l} \times \vec{B}$  lorsqu'il est placé dans un champ magnétique statique. Lors d'un balayage en fréquence du courant d'excitation, on obtient par mesure de la tension induite une courbe de résonance similaire à celle présentée ci-dessous :

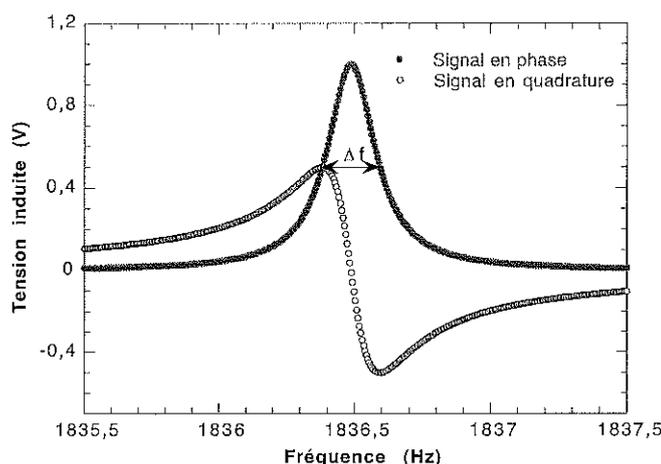


Figure 2.17: Courbe de résonance d'un fil vibrant en Nb de diamètre  $80 \mu m$ .

Si le fil est placé sous vide, le maximum de la courbe se situe à la résonance mécanique du système et sa largeur à mi-hauteur résulte des seules pertes intrinsèques, on la note  $\Delta f_i$ . Si ce même fil est placé dans un milieu visqueux, la fréquence et la largeur à la résonance seront modifiées : plus le milieu est visqueux, plus la résonance sera élargie. On peut déjà noter que les pertes intrinsèques seront une limite à la résolution de faibles variations de largeur.

### 2.3.2 Fil vibrant dans le régime balistique

- Equation du mouvement

Assimilons le fil vibrant à un cylindre uniforme en translation dans la direction  $x$ . L'équation du mouvement la plus générale pour ce fil soumis à la force de Lorentz (avec le champ statique dans la direction  $z$ ) s'écrit :

$$\ddot{x} + \lambda \dot{x} + \omega_0^2 x = \frac{\gamma B I_0 e^{i\omega t}}{m_l} \quad (2.2)$$

où  $\lambda \dot{x}$  ( $\lambda$  complexe) représente la force d'amortissement exercée par le fluide sur le fil,  $\omega_0$  est la pulsation de résonance en l'absence de force extérieure,  $\gamma$  est un paramètre prenant en compte la géométrie réelle du fil,  $m_l$  est la masse par unité de longueur de la partie vibrante.

- Largeur à mi-hauteur

En écrivant la solution de l'équation 2.2 sous la forme  $\dot{x} = \dot{x}_0 e^{i\omega t}$ , on obtient une solution de type Lorentzienne avec, pour la partie réelle :

$$Re\{\dot{x}_0\} = \frac{\gamma B I_0}{m_l} \left( \frac{\omega^2 Im\{\lambda\}}{(\omega_0^2 - \omega^2 - \omega Re\{\lambda\})^2 + \omega^2 Im\{\lambda\}^2} \right) \quad (2.3)$$

et, à la condition que  $Im\{\lambda\}$  soit négligeable devant la pulsation de résonance dans le fluide, on a en définitive pour expression de la largeur à mi-hauteur :

$$\Delta f = \frac{Im\{\lambda\}}{2\pi} \quad (2.4)$$

- Largeur de résonance dans l' $^3\text{He}$  à ultra basse température

Les travaux menés sur l' $^3\text{He}$  et les mélanges  $^3\text{He} - ^4\text{He}$  (voir par exemple [20] et [21]) ont permis de distinguer plusieurs régimes. Pour les plus basses températures, le libre parcours moyen des quasiparticules devient plus grand que les dimensions typiques d'une cellule si bien que les notions de viscosité et de vitesse locale ne sont plus adaptées. Ce régime se rencontre vers une température de  $0,4 T_c$  (l'échelle PLTS2000 donne  $T_c = 2,44 \text{ mK}$  sur la courbe de fusion) et l'on doit alors adopter un modèle balistique des interactions entre le fil et les quasiparticules. Autrement dit, à ultra basse température, le problème

consiste schématiquement à compter le nombre de quasiparticules qui viennent heurter le fil en oscillation. Une approche basée sur une théorie cinétique simple des collisions entre quasiparticules et fil [20] prédit la dépendance de  $\Delta f$  avec la température observée expérimentalement. Cependant, la force calculée est trois ordres de grandeur trop faible [19]. En fait, il est indispensable de considérer la réflexion d'Andreev des quasiparticules à l'approche du fil pour obtenir un résultat quantitatif correct [22, 23]. En supposant la vitesse de déplacement du fil suffisamment faible, l'équation de la force par unité de longueur du fil s'exprime<sup>6</sup> :

$$F = \frac{16\gamma'\pi p_f^4 d}{h^3} v \exp\left(-\frac{\Delta}{k_b T}\right) \quad (2.5)$$

où  $\gamma'$  est un paramètre proche de 1 déterminé par le détail des collisions,

$p_f$  est le moment de Fermi des quasiparticules,

$d$  est le diamètre du fil,

$v$  sa vitesse,

$h$  et  $k_b$  sont respectivement les constantes de Planck et de Boltzmann,

$\Delta$  est le gap superfluide ( $\Delta = 1,76k_b T_c$ ).

conduisant en définitive pour un cylindre à :

$$\Delta f = \Delta f_i + \frac{32p_f^4}{\pi\rho h^3 d} \gamma\gamma' \exp\left(-\frac{\Delta}{k_b T}\right) \quad (2.6)$$

où  $\Delta f_i$  est la largeur intrinsèque et  $\rho$  la densité du fil.

- Ordres de grandeur

Nous cherchons dans un premier temps à réaliser des fils à base de silicium de taille micrométrique. L'équation précédente permet de calculer les largeurs pour une température donnée en fonction des paramètres du fil. Ainsi, avec :

$$\rho = 2,32 \text{ g.cm}^{-3},$$

$$d \simeq 1 \mu\text{m},$$

$$p_f \simeq 9.10^{-25} \text{ Kg.m.s}^{-1} \text{ (calculé avec } v_f = 60 \text{ m.s}^{-1} \text{ et } m^* = 3m_3),$$

$$\gamma = \gamma' = 1 \text{ il vient :}$$

$$\text{- pour } T = 0,4 T_c : \Delta f = \Delta f_i + 1,2.10^5 \text{ Hz},$$

$$\text{- pour } T = 0,1 T_c : \Delta f = \Delta f_i + 0,22 \text{ Hz},$$

$$\text{- pour } T = 0,08 T_c : \Delta f = \Delta f_i + 2,8.10^{-3} \text{ Hz},$$

$$\text{- pour } T = 0,05 T_c : \Delta f = \Delta f_i + 5,1.10^{-9} \text{ Hz},$$

<sup>6</sup>Ces résultats issus d'un modèle à une dimension donnent le bon ordre de grandeur pour la force. Ils ont été par la suite généralisés à trois dimensions [24] mais l'expression exacte n'est pas exploitable analytiquement. On notera toutefois que la force calculée est en phase avec la vitesse. La conséquence principale est qu'il n'y a pas de décalage de la fréquence de résonance dans l'<sup>3</sup>He à ultra basse température.

Une valeur de  $\Delta f_i$  de l'ordre de  $10 \text{ mHz}$  (soit un facteur de qualité  $Q$  de l'ordre de  $10^5$  pour une fréquence de résonance de  $1 \text{ kHz}$ ) pour un fil en silicium de  $1 \mu\text{m}$  semble réalisable. Si l'on sait résoudre des variations de largeur  $\Delta f$  de 10 à 100 fois plus faibles que la largeur intrinsèque  $\Delta f_i$ , on devrait alors pouvoir mesurer des températures inférieures à  $80 \mu\text{K}$ . Néanmoins, un tel fil ne sera utilisable ni en dessous  $80 \mu\text{K}$  ( $\Delta f$  trop faible), ni au dessus de quelques centaines de  $\mu\text{K}$  ( $\Delta f$  trop élevé).

Il est facile d'estimer le signal (tension) fourni par le fil vibrant. En effet, la condition sur la vitesse du fil permettant d'obtenir l'équation 2.5 s'écrit  $p_f v \ll k_b T$  soit, à  $80 \mu\text{K}$  :  $v \ll 1,2 \text{ mm.s}^{-1}$ . Dans son travail de thèse [25], Shaun Fisher montre que pour des vitesses de l'ordre de  $1 \text{ mm.s}^{-1}$ , l'écart à l'équation 2.5 est faible<sup>7</sup>. On retient donc cette limite pour  $v_0$ , amplitude de la vitesse, dont on déduit la valeur maximale pour le courant d'excitation. En effet, à partir des équations 2.3 et 2.5 on peut écrire :

$$v_0 = \frac{Q I_0 B l}{m \omega_0} \quad (2.7)$$

où  $I_0$  est l'amplitude du courant exciteur,

$l$  est la dimension du fil perpendiculaire au champ.

En prenant  $l = 1 \text{ mm}$ ,  $B = 60 \text{ mT}$ ,  $m = 1 \mu\text{g}$  et  $Q = 10^5$ , on obtient :  $I_0 \leq 1 \text{ nA}$ .

L'amplitude de la tension aux bornes du fil vaut, à la résonance,  $e_0 = B l v_0$ . Avec les mêmes paramètres que ci-dessus, on s'attend donc à des tensions induites de l'ordre de  $60 \text{ nV}$ .

### 2.3.3 Intérêt de la microfabrication

Parmi tous les thermomètres envisagés dont la RMN du platine et l'orientation nucléaire, le fil vibrant est probablement le meilleur candidat pour les ultra basses températures. Avec ce capteur, le problème majeur de résistance thermique (Kapitza ou couplage spin-réseau) ne se pose pas. La mesure en elle même est simple, mais elle exige l'utilisation d'une détection synchrone et d'un transformateur à froid adapté à la fréquence de résonance afin d'offrir une sensibilité suffisante (de l'ordre du  $\text{nV}$ ). En définitive, si on travaille à faible vitesse d'oscillation, on a un thermomètre de type primaire puisque la grandeur mesurée est reliée théoriquement à la température thermodynamique par l'équation 2.6. En réalité, il doit être calibré car les préfacteurs ne sont pas connus précisément. A priori, si l'on connaît la largeur intrinsèque, un seul point de calibration suffit.

Toutefois, puisqu'ils ne permettent pas de mesure en dessous de  $0,11 T_c$  [22], les fils actuels les plus performants (des fils de NbTi de  $4,5 \mu\text{m}$  de diamètre) ne sont pas assez sensibles. Leur

<sup>7</sup>Shaun Fisher a également étudié le cas où la vitesse du fil est telle que des paires de Cooper du superfluide sont brisées par ce dernier. Ces vitesses, de l'ordre de  $9 \text{ mm.s}^{-1}$ , se situent bien au delà des limites qui nous sont imposées.

procédé de fabrication consiste à utiliser du fil supraconducteur multifilamentaire, à le mettre en forme dans la configuration requise, à dissoudre et ôter de la partie vibrante la matrice et tous les brins supraconducteurs excepté un. Un de ces fils, dits traditionnels, est montré ci-dessous :

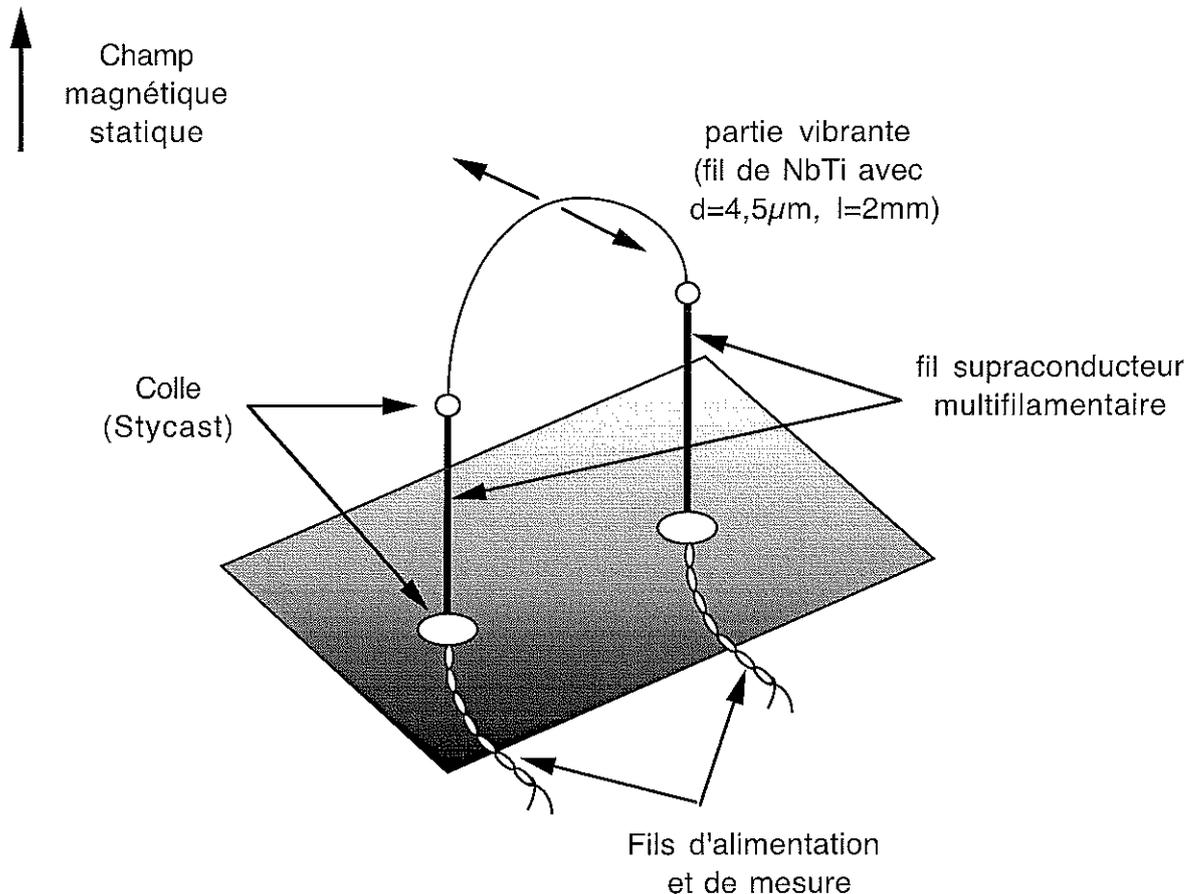


Figure 2.18: Schéma d'un fil vibrant traditionnel pour les ultra basses températures.

Avec Eddy Collin, nous avons mesuré [26] les propriétés intrinsèques d'un de ces fils sous vide à  $4,2\text{ K}$ . Sa fréquence de résonance  $f_0$  était de  $448,38\text{ Hz}$  et sa largeur intrinsèque  $\Delta f_i$  de  $160\text{ mHz}$  soit un facteur de qualité  $Q$  de 2800, près de deux ordres de grandeur inférieur à ce que l'on recherche. Pour gagner en largeur de raie, l'équation 2.6 suggère de considérer des fils moins dissipatifs, ou plus fins, ou encore moins denses. Le procédé traditionnel ne permet à l'évidence pas une telle souplesse. Les propriétés mécaniques du fil ne sont pas contrôlées. Le mode de fabrication, par étirages multiples, n'est pas compatible avec de très faibles  $\Delta f_i$ . Par ailleurs, on semble atteindre la limite de faisabilité avec ces fils de NbTi de  $4,5\mu\text{m}$  compte tenu des difficultés rencontrées pour leur réalisation (voir la discussion dans la référence [25]). Enfin,

le choix sur la densité des matériaux reste limité.

Au vu des nombreux capteurs sub-microniques de même nature déjà obtenus par microfabrication avec des facteurs de qualité jusqu'à  $10^6$  [27, 28], nous avons décidé de faire appel à cette technique pour dépasser les limites des fils traditionnels. La diversité des substrats généralement monocristallins donc à faibles pertes et des géométries envisageables, la possibilité d'y évaporer des matériaux supraconducteurs, la perspective d'obtenir des épaisseurs sub-microniques et enfin la reproductibilité des processus rendent cette voie très prometteuse.

### 2.3.4 Processus de microfabrication

Dans un premier temps, nous avons cherché à microfabriquer des fils comparables aux fils traditionnels. Le processus d'élaboration, dont les grandes étapes sont reprises en figure 2.19 est le suivant :

- A partir d'une plaque de silicium monocristallin recouverte des deux côtés d'un dépôt de nitrure de silicium ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) d'environ  $200\text{ nm}$ , on découpe une plaquette de  $10\text{ mm}$  par  $15\text{ mm}$  à la scie diamant. L'épaisseur totale est d'environ  $300\ \mu\text{m}$ .
- On lithographie (dépôt de résine, puis insolation U.V. et développement) un carré de  $5\text{ mm}$  de côté sur la face arrière (1).
- Par attaque RIE (Reactive Ion Etching) avec un plasma  $\text{SF}_6$ , on ouvre le  $\text{Si}_3\text{N}_4$  de la face arrière.
- Après nettoyage pour ôter la résine, on plonge la plaquette dans un bain de KOH pour une attaque anisotrope du Si en face arrière. La concentration du bain est de  $8\text{ mg}$  de KOH pour  $10\text{ cl}$  d'eau, sa température est de  $82^\circ\text{C}$ . La vitesse d'attaque est en moyenne de  $35\ \mu\text{m}$  par heure (2).
- Quand la membrane ainsi créée a une épaisseur de  $5$  à  $10\ \mu\text{m}$ , on retire le  $\text{Si}_3\text{N}_4$  de la face avant par RIE au  $\text{SF}_6$ . Si nécessaire, on peut amincir la membrane en face arrière par une attaque lente (quelques  $\mu\text{m}$  par heure) RIE au  $\text{SF}_6$ .
- Par pulvérisation magnétron, on dépose environ  $100\text{ nm}$  de NbTi sur cette même face.
- On lithographie le motif du fil vibrant en face avant (3).
- Par RIE au  $\text{SF}_6$ , on retire le NbTi de la face avant, puis le Si situé en dessous jusqu'à ouverture de la membrane.
- Enfin, on retire la résine du motif par RIE à l' $\text{O}_2$  (4).

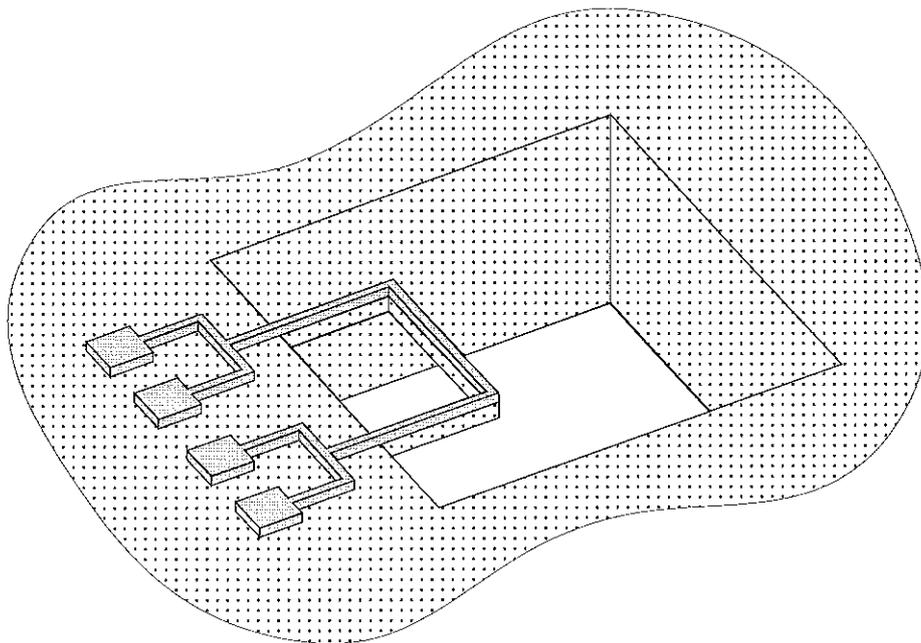
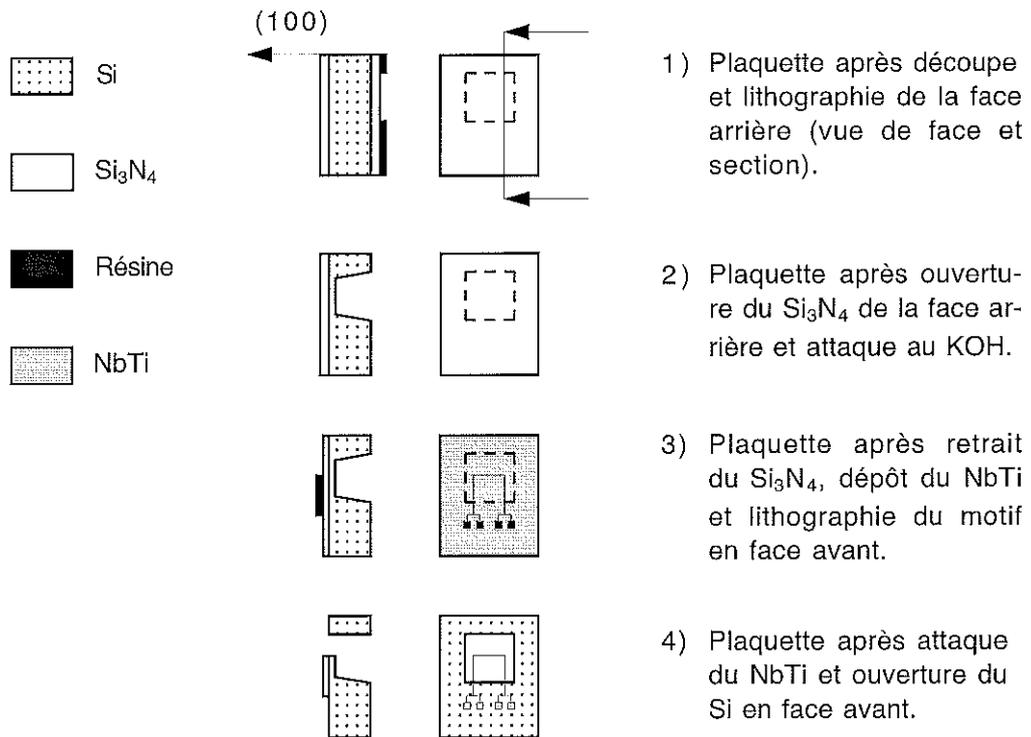


Figure 2.19: Principales étapes du procédé de microfabrication des premiers fils vibrants et vue générale.

Le premier fil testé a été photographié en fin du processus de microfabrication vu de dessus et par la tranche (figures 2.20 et 2.21). La vue de dessus renseigne sur la géométrie du fil et sur ses dimensions. Sur la vue de côté, on peut voir l'angle marqué de la structure par rapport au substrat ainsi que l'aspect très recourbé de la partie vibrante. Des calculs simples montrent que ces défauts résultent du processus de microfabrication et non de la flexion du fil sous son propre poids. Il est en effet difficile d'obtenir avec les traitements chimiques qu'on utilise un fil long, large et peu épais exempt de toute contrainte résiduelle. On peut dès lors craindre une rupture lors de la mise à froid ou une réponse mécanique complexe.

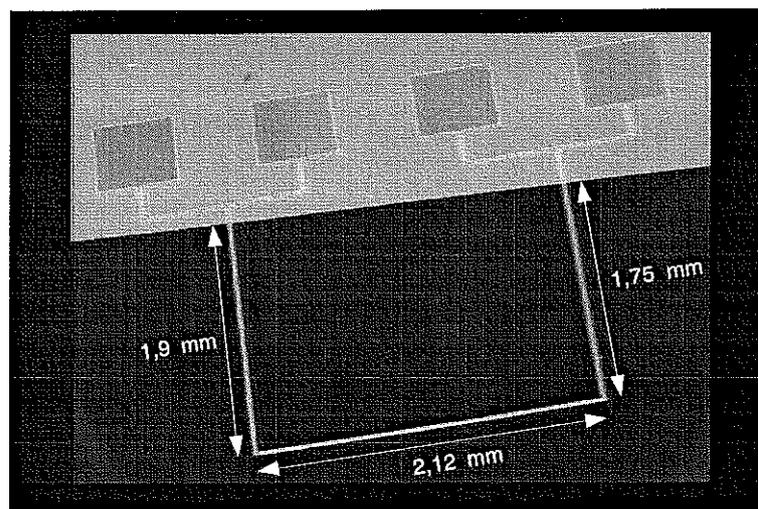


Figure 2.20: Fil vibrant microfabriqué vu de dessus. La largeur de la partie vibrante est d'environ  $20 \mu\text{m}$ , son épaisseur  $5,6 \mu\text{m}$ .

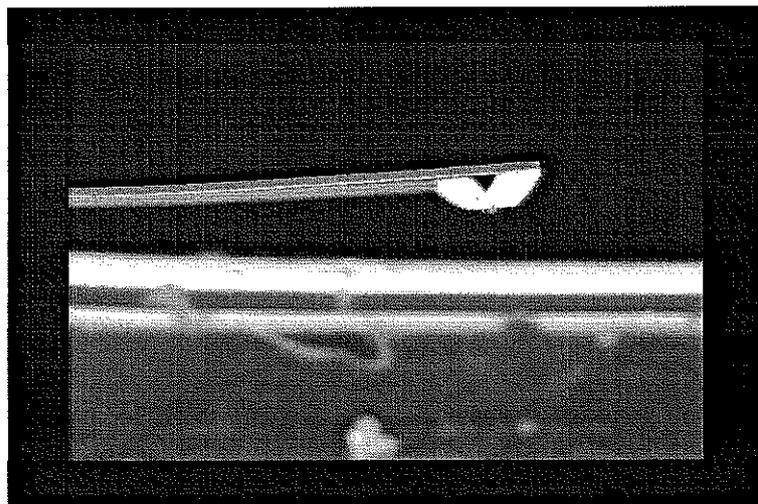


Figure 2.21: Fil vibrant microfabriqué vu de côté.

L'épaisseur est un autre paramètre délicat à contrôler puisqu'il s'agit d'obtenir des fils de dimension constante micronique voire sub-micronique à partir de plaquettes de  $300\ \mu\text{m}$ . L'attaque KOH, bien qu'anisotrope, n'offre pas une telle régularité et l'on constate des écarts de plusieurs microns en fin de traitement entre le centre et les bords du carré gravé (voir figure 2.19, étape 3).

Enfin, l'attaque RIE finale n'est pas suffisamment anisotrope en présence de la résine en guise de masque. La conséquence est que le NbTi du fil est endommagé et que les bords de ce dernier sont très irréguliers. Ceci multiplie les risques de rupture et de comportements indésirables telle la rupture de paires de Cooper du superfluide à cause de vitesses locales trop élevées.

### 2.3.5 Caractérisation des premiers fils microfabriqués

Avec une épaisseur de  $5,6\ \mu\text{m}$ , un espacement et une longueur de  $2\ \text{mm}$  environ, du NbTi pour la partie supraconductrice, le premier fil testé (figure 2.20) se rapproche des meilleurs fils traditionnels. Pour le caractériser mécaniquement, nous l'avons placé dans une enceinte sous un vide de  $10^{-6}\ \text{mbar}$  ( $10^{-4}\ \text{Pa}$ ) et thermalisé à  $4,2\ \text{K}$ . Un analyseur de spectre a servi de source de tension, transformée en source de courant à l'aide d'un jeu de résistances de forte valeur. La tension induite était mesurée par une détection synchrone puis renvoyée vers l'analyseur de spectre. Trois valeurs différentes de champ ont été appliquées :  $3,6$ -  $7,3$  et  $21,9\ \text{mT}$  pour des forces sur le fil, par ajustement du courant d'excitation, comprises entre  $11$  et  $1600\ \text{pN}$  et des déplacements du sommet de ce dernier compris entre  $8$  et  $240\ \mu\text{m}$ . L'ensemble d'enregistrements présenté figure 2.22 a été effectué avec un champ de  $7,3\ \text{mT}$ . Les amplitudes de déplacement déduites des mesures de tension ainsi que les forces appliquées apparaissent sur la figure.

On peut voir que, même pour la plus basse excitation, la courbe de résonance est asymétrique. Cette asymétrie, déjà rencontrée pour d'autres capteurs microfabriqués [29], est caractéristique d'un oscillateur anharmonique. Nous avons analysé nos courbes à l'aide des expressions classiques des oscillateurs non linéaires [30] et sommes parvenus à de très bons ajustements. Les paramètres ainsi déduits nous permettent, même pour de fortes non-linéarités, de remonter à la largeur intrinsèque du fil. Nous avons trouvé  $\Delta f_i \simeq 40\ \text{mHz}$  soit un facteur quatre mieux que les fils traditionnels (voir section 2.3.3). La fréquence de résonance,  $f_0 \simeq 1038\ \text{Hz}$ , était proche de la valeur estimée a priori.

De telles non-linéarités posent évidemment problème pour une utilisation en tant que thermomètre à très basse température. Nous pouvons les attribuer à notre processus de microfabrication et chercher à modifier ce dernier en conséquence, mais il est probable que le problème principal soit celui de la sensibilité de la chaîne d'acquisition. En effet, avec le premier montage pour l'étude des fils vibrants, nous n'avons pu mesurer des angles de déplacement inférieurs à  $0,25^\circ$  qui correspondent à une amplitude de la vitesse de  $52\ \text{mm.s}^{-1}$  environ (soit une tension

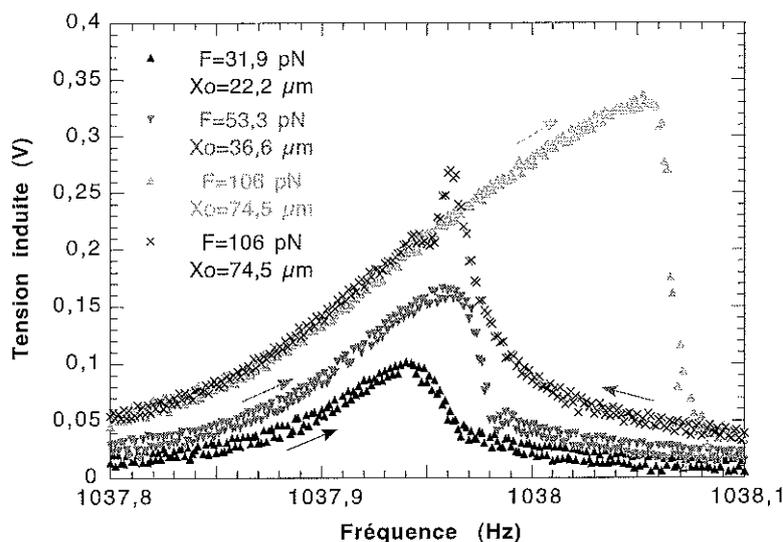


Figure 2.22: Courbes de résonance non linéaires pour une mesure sous vide à  $4,2 K$ . Pour chaque traversée de la résonance, on a indiqué le sens du balayage à l'aide des flèches ainsi que la force appliquée et l'amplitude du déplacement. On n'a représenté le balayage décroissant que pour la plus forte excitation.

induite de  $0,4 \mu V$ ). Même si l'angle semble raisonnable,  $v_0$  demeure bien en dessus des valeurs acceptables, de l'ordre de  $1 mm.s^{-1}$ , estimées précédemment (voir section 2.3.2).

Le procédé de microfabrication a été modifié, principalement pour améliorer l'état de surface. Comme évoqué auparavant, ce problème est dû à la présence de résine en dernière étape. On a choisi d'y remédier en évaporant une épaisse couche d'Al ( $400 nm$ ) sur du Nb ( $100 nm$ ) avant la dernière attaque RIE. Le fil obtenu est semblable au précédent, sauf pour l'épaisseur ( $10 \mu m$ ) et la composition de la couche métallique : Nb+Al. Notons que d'autres problèmes sont venus se greffer, dont l'apparition de cratères en surface et un fil demeuré résistif même à  $4,2 K$ . Un échauffement intense du fil en fin de processus est certainement à l'origine de ces défauts. Sa caractérisation sous vide à la température de  $4,2 K$  a montré, malgré des vitesses supérieures à nos critères limites, une réponse linéaire en fonction du courant d'excitation [26]. Nous avons relevé  $f_0 = 4692,7 Hz$  et  $\Delta f_i = 140 mHz$ .

### 2.3.6 Perspectives

Nous sommes parvenus à réaliser des fils microfabriqués qui, pour un test sous vide et à  $4,2 K$ , présentent de meilleures caractéristiques que les fils traditionnels. Les non-linéarités observées ne semblent pas de nature à empêcher leur fonctionnement dans l' $^3He$  superfluide puisque les forces d'excitation seront alors réduites d'un facteur dix ou plus. En l'état actuel, il est donc possible de tester ces fils à ultra basse température.

Ce travail, qui a déjà donné lieu à une publication [26], est actuellement poursuivi par

E. Collin [31] suivant deux axes :

- Le premier travail consiste à modifier les masques de lithographie. En effet, avec des bordures encore irrégulières et des angles vifs, on risque de briser des paires de Cooper du superfluide même pour de très faibles excitations. L'étape suivante consistera à réduire significativement l'épaisseur. Des substrats avec couche d'arrêt éviteraient d'avoir à effectuer l'attaque KOH sur une profondeur de  $300\ \mu m$  et ouvrent la perspective des épaisseurs sub-microniques.
- L'amélioration de l'électronique de mesure constitue le deuxième axe de recherche. Des systèmes cryogéniques adaptés à la détection de tensions induites très faibles sont en cours de développement au laboratoire.

A terme, on peut songer à des géométries très différentes (par exemple un capteur fonctionnant en torsion) qui, associées à des épaisseur sub-microniques, devraient alors permettre de mesurer des températures sensiblement inférieures à  $100\ \mu K$ .

Notons enfin que l'intérêt de ces fils microfabriqués ne se limite pas à la seule thermométrie. Leur extrême sensibilité aux flux de quasiparticules en fait d'excellents bolomètres et leur utilisation courante, notamment dans le domaine de la cosmologie a été proposée [32]. Des expériences visant à détecter des neutralinos (programme Mac<sup>3</sup>He [33]) qui prévoient de mettre en œuvre des matrices de bolomètres sont d'ailleurs aujourd'hui à l'étude. Les fils microfabriqués en constitueront alors un des éléments essentiels.



# Table des matières

<b>3</b>	<b>Susceptibilité de l'<math>^3\text{He}</math></b>	<b>51</b>
3.1	Aperçu des théories sur les liquides de Fermi . . . . .	52
3.1.1	Le gaz de Fermi idéal . . . . .	53
3.1.2	Théorie de Landau des liquides de Fermi . . . . .	54
3.1.3	Théories microscopiques . . . . .	55
3.1.4	Prédictions sur la susceptibilité à basse température . . . . .	57
3.2	Mesures de susceptibilité de l' $^3\text{He}$ dans l'aérogel . . . . .	58
3.2.1	Intérêt d'une mesure de l' $^3\text{He}$ normal dans l'aérogel . . . . .	58
3.2.2	Déroulement de l'expérience . . . . .	59
3.2.3	Résultats expérimentaux, signal du solide . . . . .	60
3.2.4	Comparaison avec les mesures de Ramm et al. . . . .	61
3.3	Mesures de susceptibilité de l' $^3\text{He}$ massif . . . . .	64
3.3.1	Thermalisation des spins nucléaires . . . . .	64
3.3.2	Étude des erreurs systématiques . . . . .	67
3.3.3	Susceptibilité de l' $^3\text{He}$ à haute température . . . . .	71
3.3.4	Détermination de $T_f^{**}$ à partir de la susceptibilité à $T \simeq 0$ . . . . .	73
3.3.5	Comparaison avec les mesures de Ramm et al. . . . .	75
3.4	Exploitation des données, comparaison avec les théories . . . . .	80
3.4.1	Le comportement à basse température . . . . .	81
3.4.2	La limite à $T = 0$ . . . . .	82



## Chapitre 3

# Susceptibilité de l' $^3\text{He}$

L'hélium est un élément chimique simple, mais doté d'une grande richesse physique. L'isotope  $^3\text{He}$ , dont le noyau est constitué de deux protons et un neutron, présente des propriétés particulièrement intéressantes. A des températures supérieures à  $1\text{ K}$  environ, l' $^3\text{He}$  liquide montre un comportement classique décrit par la statistique de Boltzmann. En dessous de cette température, ses propriétés s'approchent du gaz de Fermi idéal, mais leur étude détaillée révèle la présence d'interactions fortes dont la nature précise résiste encore à la théorie. A des températures de l'ordre du  $m\text{K}$ , on observe une transition vers un état superfluide. D'une manière similaire aux électrons d'un métal supraconducteur, les atomes d' $^3\text{He}$  forment des "paires de Cooper" [34] et acquièrent ainsi les caractéristiques d'un gaz de bosons. Dans le cas de l' $^3\text{He}$ , les moments orbital et de spin des paires sont non nuls et les propriétés du superfluide obtenu sont encore plus riches que celles d'un supraconducteur "classique".

Les théories élaborées pour tenter de décrire l' $^3\text{He}$  superfluide utilisent comme point de départ les propriétés du liquide de Fermi. Le modèle phénoménologique de Landau décrit très bien le comportement de l' $^3\text{He}$  dans le régime dégénéré, il introduit des paramètres qui sont quantifiés par l'expérience. On doit à Greywall [35, 36] la mesure de la capacité calorifique de l' $^3\text{He}$  en fonction de la température et donc la détermination du paramètre lié à la masse effective des quasiparticules. Ramm et al. [2, 3] ont fourni la détermination du principal paramètre lié aux propriétés magnétiques de l' $^3\text{He}$ .

De la même manière que Greywall a été amené à reprendre les mesures de Wheatley, il nous semble que celles de Ramm et al. peuvent être remises en cause trente ans après leur publication. Des mesures préliminaires sur l' $^3\text{He}$  dans l'aérogel [1] sont venues mettre en question le comportement magnétique réel de l' $^3\text{He}$  et nous ont conduit à mesurer avec les techniques actuelles la susceptibilité de l' $^3\text{He}$  massif. Tout au long de ce chapitre, nous sommes amenés à comparer nos résultats à ceux de Ramm et al. qui font référence depuis leur publication. Pour rendre explicites les comparaisons ultérieures, nous présentons ci-dessous une de leurs courbes de

référence. Il s'agit d'une mesure de la susceptibilité de  $l^3\text{He}$  massif en fonction de la température à volume molaire fixe<sup>1</sup>.

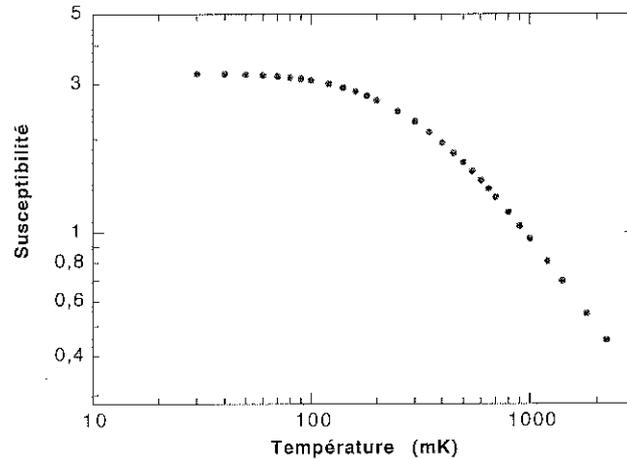


Figure 3.1: Mesure de la susceptibilité de  $l^3\text{He}$  en fonction de la température à la pression de 0,28 MPa d'après Ramm et al. [3]. La susceptibilité a été normalisée de sorte à avoir  $\chi T = 1$  à haute température.

### 3.1 Aperçu des théories sur les liquides de Fermi

Dans son état gazeux,  $l^3\text{He}$  suit un comportement de gaz classique, il obéit à la statistique de Boltzmann. Par exemple, sa susceptibilité suit la loi de Curie et sa capacité calorifique est constante. Ce comportement de gaz parfait est conservé pour  $l^3\text{He}$  liquide pour des températures supérieures à 1 K environ. En dessous de cette température, on s'oriente vers un régime nouveau. La susceptibilité tend vers une valeur constante tandis que la capacité calorifique tend vers un comportement linéaire en température. Ce régime est qualitativement bien décrit par le modèle de gaz idéal de Fermi. Le modèle de Landau, qui introduit phénoménologiquement l'effet des interactions entre atomes, permet d'obtenir une description plus fine. D'autres modèles, basés sur des descriptions microscopiques des interactions, peuvent être comparés au modèle de Landau.

<sup>1</sup>Il est d'usage de représenter les paramètres de Landau en fonction de la pression et non du volume molaire. On convient d'associer à chaque série de mesures à volume molaire fixe la pression correspondante à  $T = 0\text{ K}$ . Dans le cas de Ramm et al., les mesures ont été effectuées à pression fixe puis corrigées, pour chaque température, par interpolation afin d'être ramenées à volume molaire fixe.

### 3.1.1 Le gaz de Fermi idéal

Nous rappelons ci-après les équations fondamentales du gaz de Fermi idéal.

La distribution de Fermi :

$$n(E) = \frac{1}{1 + \exp \beta(E - \mu)} \quad (3.1)$$

caractérise le nombre de Fermions occupant l'état d'énergie  $E$ . On note  $\beta = 1/k_b T$  où  $k_b$  est la constante de Boltzmann ;  $\mu$  est le potentiel chimique.

Cette expression permet de calculer l'ensemble des propriétés thermodynamiques d'un gaz de Fermions indépendants et sans interactions. En pratique, on ne sait résoudre analytiquement que des cas particuliers. A  $T = 0$ , la fonction de distribution est une simple marche centrée sur une valeur particulière du potentiel chimique appelée énergie de Fermi. Notée  $E_f$ , elle définit le dernier état occupé et s'écrit :

$$E_f = \frac{\hbar^2}{2m} \left( \frac{3\pi^2 N}{V} \right)^{2/3} \quad (3.2)$$

pour l' $^3\text{He}$  de spin  $1/2$  en considérant  $N$  atomes d' $^3\text{He}$  de masse  $m$  dans un volume  $V$ .

De cette définition, on obtient l'expression de la température de Fermi qui caractérise le passage d'une statistique de Boltzmann (gaz non dégénéré) à une statistique de Fermi (gaz dégénéré):

$$T_f = \frac{2E_f}{3k_b} = \frac{\hbar^2}{3mk_b} \left( \frac{3\pi^2 N}{V} \right)^{2/3} \quad (3.3)$$

Notons que  $T_f$  est une fonction croissante de la densité  $N/V$ . On calcule  $T_f \simeq 3,3 \text{ K}$  à pression nulle et  $T_f \simeq 4 \text{ K}$  à  $2 \text{ MPa}$ .

Toujours à température nulle, et en présence d'un champ magnétique tel que  $\mu_n B \ll k_b T_f$  (où  $\mu_n$  est le moment magnétique nucléaire et  $B$  l'induction magnétique), on calcule la susceptibilité magnétique idéale molaire pour cette assemblée de fermions :

$$\chi_{0,m}^{id} = \frac{N_a \mu_n^2}{V k_b T_f} \quad (3.4)$$

où  $N_a$  est la constante d'Avogadro.

Cette dernière expression peut s'écrire en fonction de la constante de Curie molaire  $C_m = \frac{N_a \mu_n^2}{V k_b}$  sous la forme:

$$\chi_{0,m}^{id} = \frac{C_m}{T_f} \quad (3.5)$$

qui rappelle l'expression de la susceptibilité à haute température :  $\chi_m^{id} = C_m/T$ .

L'expression 3.5, dite susceptibilité de Pauli, est aisément comparable aux mesures expérimentales. Dans le cas de l' $^3\text{He}$  liquide, ces dernières semblent bien tendre vers une constante à basse température, mais à une valeur environ 10 fois plus grande que la valeur calculée. Par ailleurs, la température de Fermi déduite des mesures est une fonction décroissante de la pression.

On doit à Sommerfeld le développement du modèle de liquide de Fermi idéal pour des températures proches de 0. Ainsi, la capacité calorifique à volume constant est linéaire en  $T$  :

$$C_v^{id} = \frac{\pi m k_b^2}{3\hbar^2} \left( \frac{3N}{\pi V} \right)^{1/3} VT \quad (3.6)$$

ce qui est observé expérimentalement. Par contre, on relève un écart d'un facteur 5 environ entre théorie et expérience.

Il résulte donc que ce modèle de gaz idéal offre une bonne description du comportement de  $L^3\text{He}$  liquide, sans toutefois être suffisant quantitativement, notamment pour la température de Fermi.

### 3.1.2 Théorie de Landau des liquides de Fermi

L'idée de base de la théorie de Landau [37, 38] est d'introduire les interactions entre fermions sans modifier fondamentalement la distribution des états d'énergie ; c'est une approche phénoménologique. Par branchement adiabatique de l'interaction à partir de l'état de gaz idéal, on fait correspondre à chaque état de particule indépendante un nouvel état (unique) dont l'énergie dépend de la distribution des fermions sur les autres états. Le système est alors décrit comme une assemblée de particules "habillées" par l'ensemble de cette distribution. Landau introduit le nom de quasiparticules. Notons que cette dernière définition n'a de sens qu'au voisinage du niveau de Fermi dans la mesure où seuls ces états ont une durée de vie significative.

En conséquence, la fonction de distribution 3.1 n'est pas modifiée et on peut redéfinir simplement les grandeurs physiques accessibles par l'expérience. Ainsi, la capacité calorifique peut s'écrire :

$$C_v^{id} = \frac{\pi m^* k_b^2}{3\hbar^2} \left( \frac{3N}{\pi V} \right)^{1/3} VT \quad (3.7)$$

soit la même forme que dans le cas idéal après substitution de la masse  $m$  par une masse effective  $m^*$  qui tient compte des interactions. De la même manière, on définit la température de Fermi effective  $T_f^{**}$  à partir de l'expression de la susceptibilité de Pauli modifiée :

$$\chi_{0,m} = \frac{C_m}{T_f^{**}} \quad (3.8)$$

Dans sa théorie, Landau définit une fonction d'interaction entre quasiparticules. Par des considérations de symétrie, il développe cette dernière en polynômes de Legendre et aboutit à un jeu de paramètres sans dimensions qui sont reliés aux grandeurs effectives. Ces paramètres sont notés  $F_s^l$  ou  $F_a^l$ , avec  $l = 0, 1, \dots, \infty$ <sup>2</sup>, selon qu'ils sont respectivement symétriques ou

<sup>2</sup>Se reporter à la discussion de Halperin et Varoquaux [39] sur la règle de somme des paramètres de Landau et le nombre d'indices à considérer.

antisymétriques vis à vis du spin. On a ainsi :

$$\frac{C_v}{C_v^{id}} = \frac{m^*}{m} = 1 + \frac{1}{3} F_1^s \quad (3.9)$$

et

$$\frac{\chi_{0,m}}{\chi_{0,m}^{id}} = \frac{T_f}{T_f^{**}} = \frac{m^*}{m} \frac{1}{1 + F_0^a} \quad (3.10)$$

L'approche phénoménologique de Landau suggère que c'est l'expérience qui détermine la valeur des paramètres, et donc de l'interaction. Dans le cas de la susceptibilité, l'expérience nous apprend que l'interaction entre Fermions tend à renforcer la susceptibilité et que, contrairement au cas idéal, la température de Fermi effective décroît avec la pression. En définitive, bien que phénoménologique, l'approche de Landau offre une description qualitativement et quantitativement fidèle à l'expérience. La découverte du mode de son zéro montre qu'elle est également prédictive.

### 3.1.3 Théories microscopiques

Des théories alternatives, dont on trouvera une discussion plus détaillée dans le manuscrit de Vollhardt et Wölfle [40], tentent de déterminer les propriétés de l'<sup>3</sup>He à partir d'une description microscopique des interactions entre fermions.

- Le modèle des paramagnons

Proposé par Berk et Schrieffer [41], le modèle des paramagnons fait l'hypothèse d'une interaction de contact,  $I(\vec{r}, \vec{r}') = I\delta(\vec{r} - \vec{r}')$ , entre des fermions itinérants. Le développement du Hamiltonien intégrant cette interaction par un calcul de RPA (approximation de la phase aléatoire) suggère que le renforcement de susceptibilité est dû à la présence de fluctuations de spin à longue distance : les paramagnons. Le facteur de renforcement est donné par :

$$\frac{\chi_{0,m}}{\chi_{0,m}^{id}} = \frac{1}{1 - \bar{I}} \quad (3.11)$$

où  $\bar{I} < 1$  est le potentiel d'interaction normalisé :  $\bar{I} = In(E_f)$ .

Dans le cadre de cette théorie, le renforcement de susceptibilité est interprété comme la conséquence du voisinage d'une instabilité ferromagnétique du liquide, on parle de liquide presque ferromagnétique. En effet, dans le cas limite d'une forte corrélation ( $\bar{I} \rightarrow 1$ ) on obtient une divergence de la susceptibilité.

D'autre part, le renforcement de la masse effective s'écrit [42]<sup>3</sup> :

$$\frac{m^*}{m} = 1 + \frac{9}{2} \bar{I} \ln \left( 1 + \frac{\bar{p}^2 \bar{I}}{12(1 - \bar{I})} \right) \quad (3.12)$$

<sup>3</sup>Notons que le pré facteur 3 de l'expression donnée à l'origine [43] a été remplacé par 9/2 conformément aux calculs de Brenig et al. [44].

où  $\bar{p} = p/p_f$  est une coupure arbitraire en moment introduite pour des raisons de convergence [43]. On s'attend à ce que ce paramètre soit proche de 1 et indépendant de la pression [45].

On peut s'affranchir de l'interaction en combinant les équations 3.11 et 3.12 :

$$\frac{m^*}{m} = 1 + \frac{9}{2} \left(1 - \frac{\chi_{0,m}^{id}}{\chi_{0,m}}\right) \ln \left\{ 1 + \frac{\bar{p}^2 \left(1 - \frac{\chi_{0,m}^{id}}{\chi_{0,m}}\right)}{12 \frac{\chi_{0,m}^{id}}{\chi_{0,m}}} \right\} \quad (3.13)$$

Cette expression peut être confrontée à l'expérience.

- Modèle des fermions presque localisés

Ce modèle fait l'hypothèse d'un réseau fictif pour le système de fermions, c'est un modèle de type Hubbard. La répulsion de type cœur dur entre atomes d' $^3\text{He}$  est alors assimilée à une interaction, notée  $U$ , qui s'exerce sur un site doublement occupé du réseau. La notion de réseau pour un liquide peut paraître étrange, elle est néanmoins justifiée par la nature de l'interaction qui s'exerce à très courte portée dans l' $^3\text{He}$ . Gutzwiller [46] propose une approche variationnelle qui fait apparaître une transition vers un état localisé pour une interaction critique  $U_c$ . Bien que cette transition soit un artefact de son approximation [40], les résultats pour  $U \leq U_c$  décrivent le comportement observé expérimentalement et peuvent s'exprimer en fonction des paramètres de Landau :

$$\frac{m^*}{m} = \frac{1}{1 - I^2} \quad (3.14)$$

et

$$F_0^a = p \left( \frac{1}{(1 + I)^2} - 1 \right) \quad (3.15)$$

où  $I = U/U_c$  et  $p$ , qui dépend du choix de la densité d'états [47], est proche de 1.

Ce développement conduit à une divergence de la masse effective à l'approche de la transition vers l'état localisé ( $U \rightarrow U_c$ ). Le paramètre  $F_0^a$  tend vers une valeur constante proche de  $-3/4$  pour  $p = 1$ . Notons que l'on peut à nouveau combiner les expressions 3.14 et 3.15 pour obtenir une expression de  $F_0^a$  indépendante de  $I$  :

$$F_0^a = p \left( \frac{1}{\left(1 + \sqrt{1 - m/m^*}\right)^2} - 1 \right) \quad (3.16)$$

Cette expression peut également être comparée directement à l'expérience.

On peut finalement signaler que ce modèle a été complété en considérant que le réseau sous-jacent est légèrement compressible [48]. L'artefact de la transition localisée disparaît alors, tandis que les expressions des propriétés physiques gardent la même dépendance avec la pression.

### 3.1.4 Prédications sur la susceptibilité à basse température

Les théories abordées ci-dessus ont été développées pour tenter de rendre compte du comportement de la susceptibilité dans la limite des basses températures.

- Cas idéal

Dans le cas idéal, par le développement de Sommerfeld, on détermine que la dépendance de la susceptibilité avec la température s'exprime comme une déviation en  $T^2$  par rapport à la susceptibilité de Pauli idéale :

$$\chi_m^{id} = \chi_{0,m}^{id} \left( 1 - \frac{\pi^2 T^2}{12 T_f^{*2}} + O(T^4) \right) \quad (3.17)$$

- Modèle des paramagnons

Béal-Monod et al. [49] proposent le développement suivant :

$$\chi_m = \frac{C_m}{T_f^{**}} \left\{ 1 - \frac{3,2 \pi^2}{24} \frac{4}{9} \left( \frac{T}{T_f^{**}} \right)^2 + O(T^4 \log T) \right\} \quad (3.18)$$

où la valeur de 3,2 est estimée avec une incertitude de 15% [3] et est indépendante de la pression. Le pré-facteur du terme en  $T^2/T_f^{**2}$  vaut alors environ 0,58.

- Modèle des fermions presque localisés

Seiler et al. [50], ont proposé un développement directement comparable à l'équation ci-dessus :

$$\chi_m = \frac{C_m}{T_f^{**}} \left\{ 1 - \frac{3,2 \pi^2}{24} \frac{4}{9} 7,9 \left( \frac{T}{T_f^{**}} \right)^2 \right\} \quad (3.19)$$

Notons que dans cette expression, l'incertitude porte sur le facteur 7,9 [50]. Ce modèle suggère une plus forte dépendance de la susceptibilité avec la température, sans exclure toutefois l'influence de termes d'ordre supérieurs pour réduire cet écart. En considérant l'expression ci-dessus, le pré-facteur du terme en  $T^2/T_f^{**2}$  vaut environ 4,6.

- Approche de Dyugaev

Enfin, on peut citer l'approche phénoménologique de Dyugaev [51] qui propose une expression de la susceptibilité pour toute la gamme de température du liquide :

$$\chi_m = \frac{C_m}{\sqrt{T^2 + T_f^{**2}}} \quad (3.20)$$

dont le développement pour  $T \ll T_f^{**}$  conduit à :

$$\chi_m = \chi_{0,m} \left( 1 - 0,5 \frac{T^2}{T_f^{**2}} + O(T^4) \right) \quad (3.21)$$

A nouveau, la mesure de la susceptibilité de l' $^3\text{He}$  permettra de comparer ces approches.

## 3.2 Mesures de susceptibilité de l'<sup>3</sup>He dans l'aérogel

Les aérogels, des verres de silice dont la porosité peut atteindre 99%, sont des matériaux bien adaptés à l'étude du désordre dans le superfluide. Ils sont constitués de particules de silice qui forment des agrégats sous forme de réseaux de filaments dont le diamètre moyen vaut environ 5 nm. Entre deux de ces filaments, la distance moyenne est de l'ordre de 200 nm (voir figure 3.2). Plusieurs études sur l'hélium confiné dans l'aérogel ont été effectuées au CRTBT. Des mesures neutroniques [52] ont révélé l'existence d'excitations de surface dans des films d'<sup>4</sup>He adsorbés sur l'aérogel. Des études thermodynamiques ont été conduites afin de mieux comprendre l'influence du désordre au voisinage du point critique et dans l'<sup>4</sup>He superfluide [53]. L'effet du désordre sur l'<sup>3</sup>He superfluide dans l'aérogel a fait l'objet d'une thèse dans notre équipe [1].

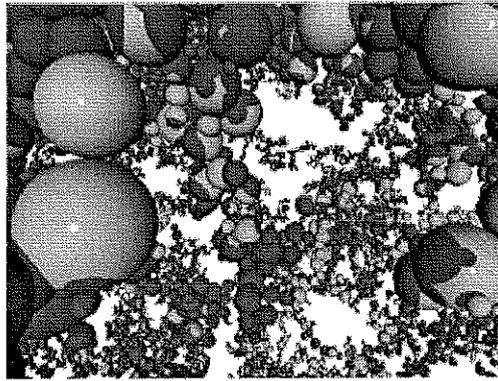


Figure 3.2: Structure spatiale d'un aérogel de silice obtenue par simulation numérique [54].

### 3.2.1 Intérêt d'une mesure de l'<sup>3</sup>He normal dans l'aérogel

Dans le cas de l'<sup>3</sup>He normal, il y aura confinement si le libre parcours moyen  $\ell$  des quasi-particules est comparable à une longueur caractéristique du milieu, longueur qui est de l'ordre de la distance moyenne entre filaments dans l'aérogel. On a  $\ell = v_f \tau$ , avec  $v_f \simeq 60 \text{ m.s}^{-1}$  et  $T^2 \tau \simeq 3.10^{-7} \text{ s.m.K}^2$ . A  $T = 10 \text{ mK}$ ,  $\ell$  vaut environ 150 nm. On s'attend donc à observer des effets de l'aérogel sur les propriétés de transport du fluide normal en dessous de cette température (voir par exemple [55, 56, 57]). Par contre, les propriétés thermodynamiques telles que la capacité calorifique ou la susceptibilité magnétique pour lesquelles la distance caractéristique à considérer est de l'ordre de  $k_f^{-1} \approx 0,1 \text{ nm}$  ne devraient pas être affectées. La présence de couches solides adsorbées peut cependant compliquer l'interprétation des résultats. En pratique, les mesures de susceptibilité de l'<sup>3</sup>He liquide confiné dans un milieu poreux sont analysées en considérant une simple addition d'un terme de surface, paramagnétique, à la contribution du liquide massif contenu dans les pores.

Pourtant, les études réalisées par A.S. Chen lors de sa thèse [1] avaient permis de constater des écarts significatifs à cette règle empirique. Quatre hypothèses étaient alors permises pour expliquer cette observation surprenante :

- Un problème expérimental : la thermométrie du cryostat à désaimantation nucléaire qu'elle a utilisé est optimisée pour la mesure des ultra basses températures. Basée sur le fil vibrant, elle devient moins fiable au dessus de quelques  $mK$  (voir section 2.3).
- Une contribution anormale à la susceptibilité provenant de l'<sup>3</sup>He liquide au voisinage de l'aérogel.
- Une modification de la susceptibilité de l'<sup>3</sup>He par l'effet du désordre induit par l'aérogel. Cet effet est cependant peu vraisemblable car  $E_f$  est associée à l'échelle microscopique  $k_f^{-1}$  et les interactions sont à courte portée.
- Une valeur fautive, utilisée depuis trente ans, des paramètres de Landau de l'<sup>3</sup>He liquide.

Afin de mieux comprendre la nature de cet effet, nous avons mis en place une contre expérience sur le cryostat à dilution, dans des conditions plus adaptées à la régulation et à la mesure de température sur la gamme  $5 mK - 2 K$ .

### 3.2.2 Déroulement de l'expérience

Pour les expériences avec l'aérogel, nous avons utilisé la cellule décrite dans la section 1.2.3. Après l'étalonnage du thermomètre à courbe de fusion à la température de  $1,5 K$ , de l'<sup>3</sup>He ultra pur est transféré depuis une réserve à température ambiante jusqu'à la cellule expérimentale. Les expériences ont été réalisées en maintenant la pression fixe dans la cellule et en faisant varier la température de la base en cuivre par pas successifs. La pression est maintenue fixe malgré les variations de niveau du bain et de température de la cellule grâce à un volume de  $1 l$  environ placé à température ambiante et faisant office de ballast. Elle est mesurée par un manomètre à aiguille de précision, dont on a vérifié l'étalonnage au moyen du Digiquartz décrit auparavant (section 2.1.2).

Les expériences ont généralement été réalisées en augmentant la température de la base en cuivre. Nous avons vérifié que le mode de régulation, depuis les basses températures ou les hautes, en régulant sur une résistance ou sur le thermomètre à courbe de fusion, n'influait pas les mesures de RMN pour peu que l'équilibre thermique soit atteint dans la cellule.

Les temps de thermalisation et de relaxation magnétique peuvent être très longs avec l'<sup>3</sup>He massif (ce problème sera étudié plus en détail dans la section 3.3.1). On a vérifié la bonne thermalisation des spins nucléaires pour plusieurs pas en température en suivant l'évolution de l'intégrale du signal de RMN en fonction du temps (figure 3.3). Dans tous les cas de figure, une heure après la stabilisation de la température de la base en cuivre, les spins nucléaires sont à l'équilibre thermodynamique.

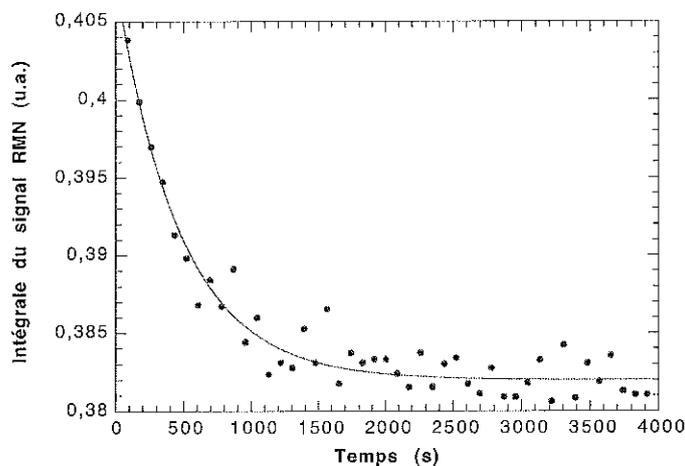


Figure 3.3: Thermalisation des spins nucléaires de  $l^3\text{He}$  en présence d'aérogel après un pas de la température de régulation  $10\text{ mK}$  à  $14\text{ mK}$ . La dépendance en température provient du signal paramagnétique des spins de surface, qui sont en situation "d'échange rapide" [58] avec ceux du liquide. L'ajustement exponentiel conduit à un temps caractéristique de  $500\text{ s}$ .

A une température donnée, on commence par effectuer une dizaine de étalonnages à l'aide de l'atténuateur étalon (voir section 1.3.2), puis on acquiert une vingtaine de raies de résonance dont l'aspect est sensiblement le même que la raie de la figure 1.11. Après un traitement informatique des données, on trace la raie moyenne dont on calcule l'intégrale. L'unité de cette intégrale est évidemment arbitraire et dépend du spectromètre ainsi que du choix des grandeurs intégrées. Néanmoins, en utilisant l'atténuateur étalonné, on assure la consistance interne de nos résultats d'une expérience à l'autre. Notons qu'il est possible d'obtenir un étalonnage absolu du spectromètre en s'appuyant sur les données à haute température, car le nombre d'atomes de  $l^3\text{He}$  présents dans la cellule et leur moment magnétique sont connus.

Les courbes de susceptibilité représentées ci-après ont été mesurées à pression constantes. Les données ont été corrigées pour tenir compte de la dépendance du volume molaire avec la température à pression fixe<sup>4</sup>.

### 3.2.3 Résultats expérimentaux, signal du solide

La figure 3.4 représente nos mesures de susceptibilité en fonction de la température pour les différentes pressions que nous avons appliquées. La présence d'aérogel explique la nette différence d'allure entre nos courbes et celles de Ramm et al. (figure 3.1). En effet, de  $l^3\text{He}$  solide est adsorbé à la surface de l'aérogel. Sa contribution en susceptibilité suit une loi de type Curie-Weiss avec une température caractéristique  $\Theta_{cw}$  de l'ordre de  $0,4\text{ mK}$  [59].

<sup>4</sup>Ce point est repris plus en détail dans la section 3.3.2

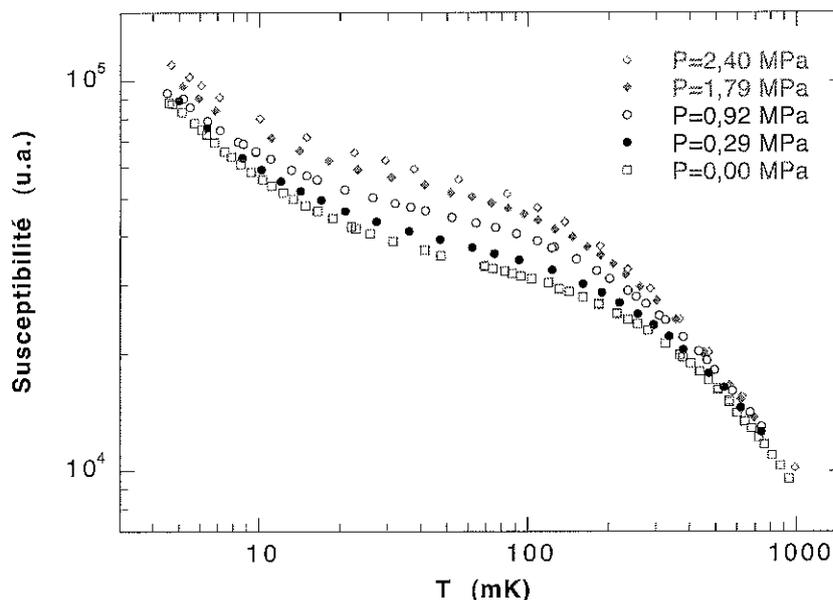


Figure 3.4: Susceptibilité de  $L^3\text{He}$  dans l'aérogel en fonction de la température pour 5 valeurs de pression entre 0 et 2,4  $\text{MPa}$ . Les données présentées sont les données "brutes", nous n'avons effectué aucune normalisation.

La proportion d'atomes en phase solide peut être estimée par des isothermes d'adsorption sur l'aérogel à 4,2  $\text{K}$  et 1,5  $\text{K}$ . Les résultats que nous avons obtenus (par la méthode BET régulièrement utilisée en physique des surfaces) suggèrent une proportion de solide  $n_s$  proche de 2,5%.

### 3.2.4 Comparaison avec les mesures de Ramm et al.

Sur la figure 3.5, nous avons représenté nos mesures à 2,9  $\text{MPa}$  conjointement à celles de Ramm et al. Les pressions de travail ne sont pas rigoureusement les mêmes, 2,8  $\text{MPa}$  pour Ramm et al. contre 2,9  $\text{MPa}$  pour nous, mais l'influence de la pression est suffisamment faible pour qu'on puisse négliger cette différence.

Dans un premier temps, nous sommes venus normaliser nos résultats à ceux de Ramm et al. à haute température puisque dans cette gamme, les deux représentations doivent rejoindre le comportement paramagnétique.

Nous avons alors choisi d'analyser l'ensemble des courbes en nous basant sur l'expression phénoménologique proposée par Dyugaev qui donne une assez bonne représentation de la susceptibilité de  $L^3\text{He}$  en fonction de la température. Dans le cas de Ramm et al., elle se résume à l'expression 3.20. Dans notre cas, il faut considérer l'expression suivante, qui rend compte de la

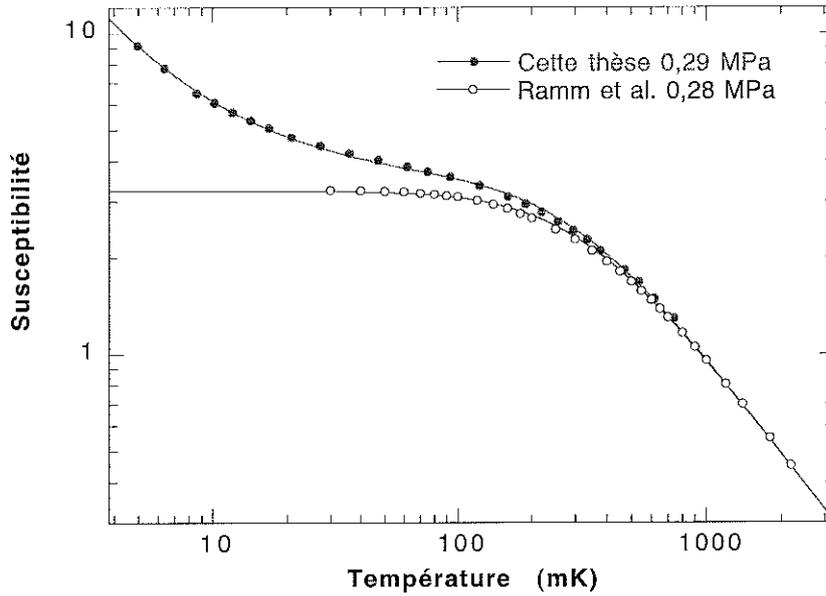


Figure 3.5: Comparaison, par ajustement de type Dyugaev, de la susceptibilité de l'<sup>3</sup>He massif mesurée à 0,28 MPa par Ramm et al. et de la susceptibilité de l'<sup>3</sup>He en présence d'aérogel d'après nos mesures à 0,29 MPa.

susceptibilité globale du liquide massif confiné et des couches adsorbées<sup>5</sup> :

$$\chi_m = C_m \left( \frac{n_s}{T - \Theta_{cw}} + \frac{1 - n_s}{\sqrt{T^2 + T_f^{**2}}} \right) \quad (3.22)$$

où  $n_s$  est la proportion de solide.

Le fait d'appliquer un ajustement de type Dyugaev sur les données de Ramm et al. nous permet de valider son utilisation. En effet, Ramm et al. ont considéré les limites de la susceptibilité à haute et basse température pour déterminer le paramètre  $T_f^{**}$  et aboutissent à une valeur de 308 mK parfaitement compatible avec cet ajustement compte tenu des barres d'erreur.

Les paramètres obtenus sont résumés dans le tableau ci-après. Dans le cas de Ramm et al., les valeurs de  $T_f^{**}$  pour les pressions autres que 2,8 MPa ont été déterminées à partir de l'expression polynomiale  $T_f^{**} = f(P)$  proposée Halperin et Varoquaux [39]. La proportion de solide telle que déterminée par ajustement sur nos mesures est de l'ordre de 2,6 %. Ce paramètre ne peut pas être déterminé avec précision<sup>6</sup>, mais nous avons vérifié que sa valeur influence peu la détermination de  $T_f^{**}$ .

<sup>5</sup> Les susceptibilités que nous représentons sur les différentes courbes sont toujours proportionnelles à la susceptibilité molaire, la constante de proportionnalité dépendant de la chaîne d'acquisition ou du choix de la normalisation. Dans notre cas, le choix de la normalisation sera guidé par un souci de comparaison avec les autres expériences.

<sup>6</sup> Des mesures à plus basse température sont nécessaires pour obtenir simultanément la température de Curie-Weiss et la proportion de solide.

Pression <i>MPa</i>	$T_f^{**}$ Ramm <i>mK</i>	$T_f^{**}$ Cette thèse <i>mK</i>	Ecart entre les $T_f^{**}$ %
0 (p.v.s.)	359,1	314,0	14,4
0,29	307,0	280,5	9,4
0,92	254,6	230,9	10,3
1,72	212,4	194,1	9,4
2,40	197,7	174,0	13,6

La température de Fermi que nous déterminons est inférieure de près de 10 % à celle de Ramm et al. sur toute la gamme. Nous avons vérifié qu'un tel écart ne pouvait être attribué au choix de l'ajustement. En effet, comme le montre la figure 3.6, quand on impose les paramètres obtenus par Ramm et al. pour l'<sup>3</sup>He massif, on ne parvient pas à ajuster correctement nos données. Ce graphe montre également que l'ajustement de type Dyugaev ne parvient pas à décrire parfaitement le comportement de l'<sup>3</sup>He liquide sur toute la gamme de température.

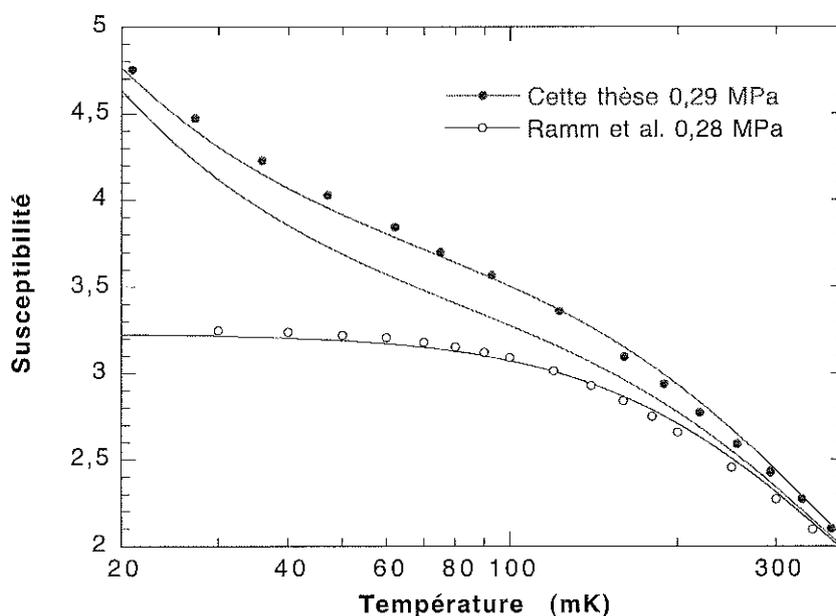


Figure 3.6: Utilisation des paramètres de Ramm et al. pour l'analyse de nos données : pour la courbe du milieu, le paramètre  $T_f^{**}$  a été imposé à 307 *mK*.

Parmi les hypothèses évoquées auparavant, nous sommes donc amenés à retenir soit un effet important de l'aérogel sur les propriétés de l'<sup>3</sup>He normal, soit un écart significatif dans la mesure du paramètre  $T_f^{**}$  entre les deux expériences.

### 3.3 Mesures de susceptibilité de l'<sup>3</sup>He massif

Les mesures de susceptibilité en présence d'aérogel ne nous permettent pas de déterminer séparément, et de manière très précise, les contributions de surface et de l'<sup>3</sup>He liquide confiné. Surtout, il subsiste un doute quant à la nature des différences observées par rapport à Ramm et al. Ces mesures ont toutefois constitué un travail préparatoire utile pour les expériences sur l'<sup>3</sup>He massif car elles ont permis de recueillir des informations sur les temps de thermalisation, les sources d'erreurs systématiques et sur le comportement de la chaîne d'acquisition (atténuateur programmable, traitement des données, etc). Notamment, un effort particulier a été mené pour s'affranchir des problèmes de temps de thermalisation de l'<sup>3</sup>He massif, de temps de relaxation des spins, et de couplage thermique.

#### 3.3.1 Thermalisation des spins nucléaires

- Temps de relaxation spin-réseau

Dans le cas de l'<sup>3</sup>He massif, le temps de relaxation spin-réseau  $T_1$  évolue en  $1/T^2$  à basse température et atteint typiquement  $10^3$  s à  $100$  mK [60, 58]. En revanche, en présence d'une surface à courte distance un processus d'échange rapide entre le liquide et le solide adsorbé, dont le  $T_1$  est de l'ordre de la ms, permet une réduction considérable du  $T_1$  du liquide.

Dans les expériences, précédentes, l'aérogel assurait cette fonction d'échange. Pour une mesure dans l'<sup>3</sup>He massif, il faut adapter notre géométrie à cette contrainte. Nous allons voir que des calculs simples de temps de thermalisation suggèrent que la présence de fils métalliques dans notre cellule d'<sup>3</sup>He massif améliore les temps de thermalisation. Ces mêmes fils nous assureront des  $T_1$  courts.

- Temps de thermalisation de l'<sup>3</sup>He massif

Le problème de thermalisation de l'<sup>3</sup>He massif peut être séparé en deux parties. D'un côté, on regarde la constante de temps de thermalisation d'un élément de capacité calorifique  $C$  couplé à la source froide via une résistance thermique  $R$ . La capacité calorifique considérée est l'<sup>3</sup>He de la cellule tandis que la résistance thermique est la résistance de Kapitza (voir section 1.2.3) à l'interface entre l'<sup>3</sup>He liquide et les parois de la cellule. La constante de thermalisation  $\tau$  s'exprime par [60] :

$$\tau = RC \tag{3.23}$$

Pour l'<sup>3</sup>He on peut estimer :

$$C = 22T J.mol^{-1}.K^{-1} \tag{3.24}$$

pour  $T < 0,12 K$  et, pour  $0,12 < T < 0,6 K$ , on utilise l'expression approchée :

$$C = 2,35 + 1,35T J.mol^{-1}.K^{-1} \quad (3.25)$$

A ces températures, la résistance de Kapitza varie comme  $1/AT^3$  où  $A$  est la surface de contact entre la source froide et l'<sup>3</sup>He à refroidir<sup>7</sup>. Pour de l'argent ou du cuivre, on peut considérer [5] :

$$R_k = \frac{5.10^{-2}}{AT^3} K.W^{-1} \quad (3.26)$$

D'autre part, on s'intéresse à la diffusion thermique dans la cellule via les quasiparticules. Si l'on considère une cellule de longueur  $2L$  avec une source frigorifique à chaque extrémité, la température au centre de la cellule vaut, d'après Carslaw et Jaeger [61] 97% (90%) de la température aux extrémités après un temps :

$$t = 1,5L^2/D \quad (t = L^2/D) \quad (3.27)$$

où  $D$  est le coefficient de diffusion exprimé en  $m^2.s^{-1}$ .

Pour l'<sup>3</sup>He, on peut estimer, d'après Wilks [60]<sup>8</sup>:

$$D(T) \simeq \frac{1,6.10^{-10}}{T^2} + 6.10^{-9} \quad (3.28)$$

où  $T$  est exprimée en Kelvin.

Nous sommes partis de ces équations pour étudier deux cas de cellule expérimentale. Les résultats apparaissent sur la figure 3.7. Dans le premier cas, nous avons considéré que la thermalisation s'effectuait à l'aide de deux frittés d'argent. Dans le second, elle s'effectue à l'aide d'un grand nombre de fils.

On constate que dans le premier cas de figure, le refroidissement est assez rapide à basse température et que facteur limitant est le temps de diffusion à  $300 mK$ . A l'opposé, dans le deuxième cas, les temps de diffusion sont très courts, mais le facteur limitant est la résistance de Kapitza à basse température.

Sur cette même figure, nous avons représenté en trait continu, le cas d'une cellule qui combinerait les deux cas de figure précédents. A l'évidence, il s'agit d'une situation confortable. Notre cellule expérimentale est basée sur ce principe : elle combine un fritté d'argent et un grand nombre de fils. Un bon compromis entre les exigences de thermalisation et de surface d'adsorption (une trop grande surface pourrait poser le problème d'une forte contribution du solide à la susceptibilité totale) a été trouvé avec une matrice de 4500 fils

<sup>7</sup>On se place ici dans un cas défavorable car, pour  $T < 80 mK$  environ, la dépendance de la résistance de Kapitza est en  $1/T$  seulement.

<sup>8</sup>La courbe représentant  $D$  en fonction de  $T$  est en fait de forme parabolique avec un minimum relativement plat vers  $500 mK$ . L'équation 3.28 rend surtout compte de l'allure de  $D$  à basse température. Au dessus de  $300 mK$ , on peut raisonnablement estimer que le problème de thermalisation ne se pose pas.

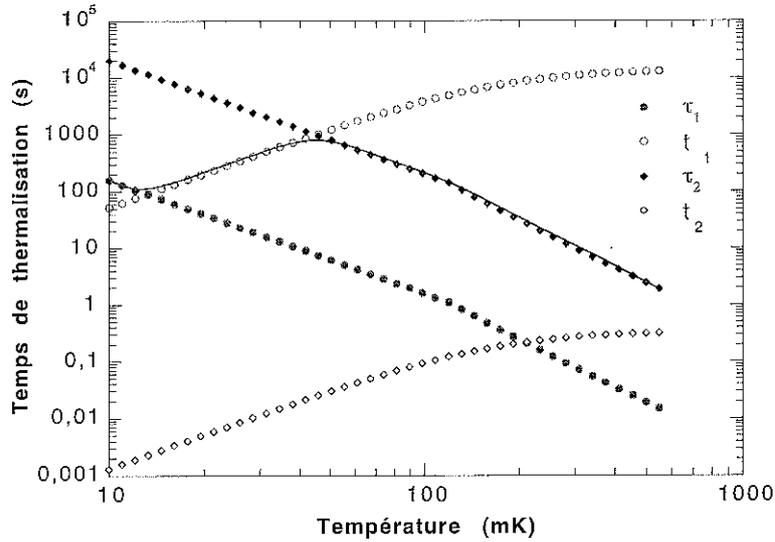


Figure 3.7: Deux cas de figure de thermalisation de l'<sup>3</sup>He massif. Pour le calcul, on a considéré les dimensions de la cellule contenant l'aérogel : diamètre intérieur 5 mm, longueur 30 mm.

Cas 1 ( $\tau_1, t_1$ ) : deux frittés d'argent de diamètre 5 mm et de longueur 7,5 mm sont placés aux extrémités de la cellule. On estime environ 11 mmol d'<sup>3</sup>He dans la cellule et  $A \simeq 0,74 \text{ m}^2$ .  $L = 7,5 \text{ mm}$ .

Cas 2 ( $\tau_2, t_2$ ) : la cellule est traversée par 4500 fils de cuivre de diamètre 25  $\mu\text{m}$ . On estime 19,4 mmol d'<sup>3</sup>He, une surface d'échange de  $1,1 \cdot 10^{-2} \text{ m}^2$  et  $L = 3,7 \cdot 10^{-5} \text{ m}$ .

de platine. Nous avons usiné la cellule de manière à ne laisser qu'un minimum d'espace entre ces fils et la paroi intérieure de la cellule externe. L'intérêt est double : d'un côté, on obtient effectivement un  $L$  petit et de l'autre on diminue la quantité d'<sup>3</sup>He à refroidir donc  $\tau$ . Notons que même si la distance entre les fils et la paroi est de 0,5 mm, le temps de diffusion n'excède pas 50 s à 300 mK.

Cette combinaison impose des dimensions de cellule différentes de celles retenues pour les expériences en présence d'aérogel (diamètre 5 mm et longueur 30 mm), mais la cellule obtenue se révèle proche de celle de Ramm et al. (cellule cylindrique de diamètre 3 mm et de longueur 10 mm) tout en étant certainement mieux adaptée aux exigences de thermalisation de l'<sup>3</sup>He massif puisque ces derniers n'ont pas utilisé de fritté.

En définitive, la nécessité de disposer de surfaces de relaxation nous a conduit à optimiser la cellule d'<sup>3</sup>He massif y compris pour la thermalisation. Dans le cas de l'aérogel, nous ne disposons pas de ce dispositif, mais les temps de thermalisation étaient raisonnables, la situation ne pouvait être que meilleure dans le cas présent. Notons enfin que les temps de thermalisation mesurés pendant les expériences sur l'<sup>3</sup>He massif se sont révélés proches, par leur dépendance en température et leur amplitude, des temps estimés à l'aide de cette approche simplifiée.

### 3.3.2 Etude des erreurs systématiques

Les expériences sur l'<sup>3</sup>He massif ont été menées dans des conditions similaires à celles sur l'<sup>3</sup>He en présence d'aérogel. Après avoir ouvert le cryostat pour y disposer la nouvelle cellule, nous avons utilisé le même circuit de pressurisation de l'<sup>3</sup>He, muni d'un capteur supplémentaire de pression (de type Digiquartz) pour compléter et affiner la lecture du manomètre à aiguille. L'ensemble de la chaîne de mesure, à l'exception de l'ordinateur, était identique. Le changement d'ordinateur a permis d'acquérir plus de données et donc d'améliorer la précision des mesures par simple effet de moyenne. Chaque point de susceptibilité des courbes présentées ci-après résulte d'au moins deux séries d'une soixantaine de raies. Une phase de mesures préparatoires a consisté à étudier les sources d'erreur systématiques possibles et quantifier leur importance:

- Chaîne d'acquisition

Nous avons vérifié la stabilité du gain des chaînes d'acquisition. Nous avons également vérifié que le facteur de qualité  $Q$  de notre circuit de résonance ne dépendait pas de la température de manière significative. Il est en effet important que la sensibilité du spectromètre reste stable sur toute la gamme de température  $4\text{ mK}-2\text{ K}$ . La courbe 3.8 montre un écart inférieur à 0,5% sur toute la gamme de température avec un très léger affaissement du  $Q$  à haute température. Comme l'effet est inférieur à l'erreur sur une mesure de raie RMN, nous n'avons pas cherché à le corriger finement : une correction de 0,5% a été appliquée aux plus hautes températures.

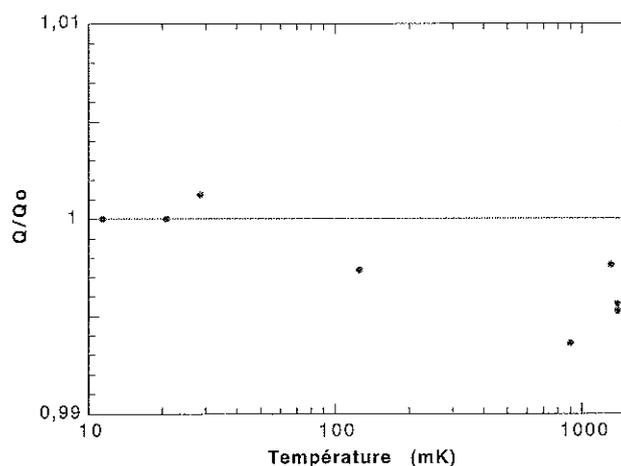


Figure 3.8: Etude de la stabilité du facteur de qualité  $Q$  du circuit de résonance en fonction de la température. On a représenté  $Q/Q_0$  où  $Q_0$  est la facteur de qualité à  $T = 0$ .

- Influence de la largeur de balayage

Nous avons étudié la dépendance de l'intégrale de la raie RMN avec la largeur du

balayage en champ magnétique pour différentes valeurs de pression et de température. L'ordre de grandeur de l'encadrement que l'on détermine à partir de la figure 3.9 est applicable à l'ensemble de nos mesures.

Pour un balayage inférieur à 50 fois la largeur à mi-hauteur de la raie, la valeur d'intégrale est systématiquement sous estimée et cet écart devient significatif en dessous de 40 fois la largeur balayée. A l'opposé, si le balayage est trop important, le pic de résonance tend à ne représenter qu'une faible proportion de l'ensemble des points acquis. Le résultat d'intégration devient alors sensible aux fluctuations de la ligne de base et le bruit tend à croître comme le montre la dispersion pour des largeurs supérieures à 80 fois la largeur intrinsèque. Au cours de nos expériences, les largeurs de balayages effectives se situaient toutes entre 40 et 70 fois la largeur intrinsèque. Aucune correction n'a donc été apportée.

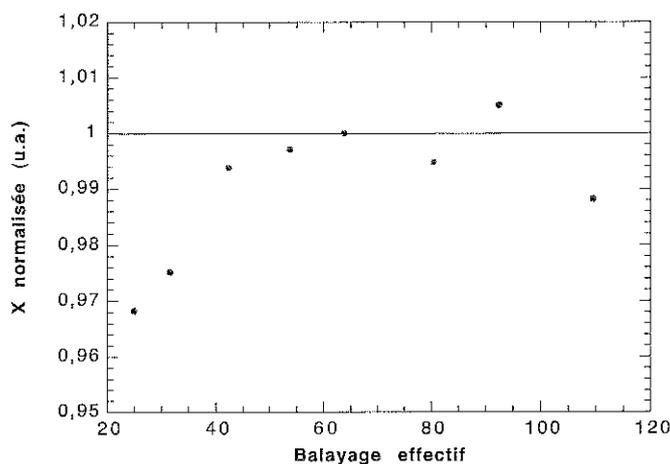


Figure 3.9: Influence de la largeur de balayage en champ magnétique sur la mesure de susceptibilité, exemple à 0, 29 MPa et 2,1 K. La susceptibilité a été normalisée par rapport à la valeur de susceptibilité retenue. Le balayage effectif est exprimé en nombre de fois la largeur à mi-hauteur de la raie de RMN.

- Signal du solide

Les 4500 fils de thermalisation représentent une surface importante pour l'adsorption d'atomes d' $^3\text{He}$ . On cherche à évaluer la contribution des couches solides à la susceptibilité totale. D'après la figure 1.8, on calcule  $0,34\text{ cm}^2$  de surface théorique pour l'araldite et  $14,10\text{ cm}^2$  pour les 4500 fils de platine. En supposant l'adsorption d'une monocouche, quelle que soit la pression, soit une densité d'atomes de l'ordre de  $10^{19}\text{ m}^{-2}$ , on aboutit à une susceptibilité du solide de  $2,4 \cdot 10^{-8}\text{ C}_m/T$ . Pour le signal du liquide, à 0 MPa, on estime  $0,4\text{ mmol}$  d' $^3\text{He}$  dans le volume de résonance, soit une contribution de  $4 \cdot 10^{-4}\text{ C}_m/T_f^{**}$  à  $T = 0$ . Ainsi, pour  $T = 5\text{ mK}$ , soit pour  $T_f^{**}/T \simeq 70$  à  $P = 0$ , la contribution du solide est de l'ordre de 0,4 % de celle du liquide malgré une proportion d'atomes égale à  $6 \cdot 10^{-5}$

fois celle du liquide.

La figure 3.10 donne une estimation de la contribution du signal du solide en fonction de la pression à la température de 5 mK. Cette estimation représente probablement une limite inférieure car la surface effective doit être plus importante que la surface géométrique calculée. De même, le nombre de couches de solide peut être plus élevé, en particulier à haute pression. Nous verrons que cette correction ne s'impose pas pour estimer la température de Fermi de notre système dans une première approche, mais qu'elle peut être prise en compte dans une étude détaillée de la susceptibilité à basse température.

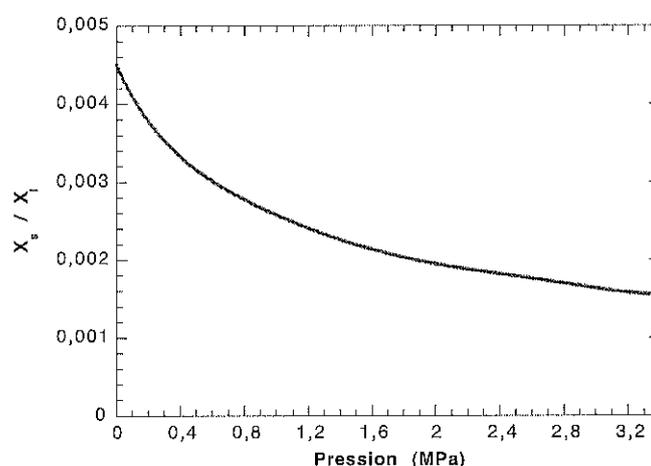


Figure 3.10: Calcul du rapport des susceptibilités du solide et du liquide à la température de 5 mK. Le nombre d'atomes adsorbé est supposé constant. La surface d'adsorption considérée est la surface géométrique.

- Mesure à pression fixe

Le fait de maintenir la pression constante dans la cellule est pratique pour l'expérimentateur, mais, du fait de la dilatation thermique de l'<sup>3</sup>He liquide, le nombre d'atomes dans le volume sondé par RMN n'est pas constant quand on fait varier la température. On est donc amené à corriger les mesures "brutes" de susceptibilité en se ramenant à un nombre constant d'atomes (une mole par exemple). Il faut cependant s'assurer que cette correction n'induit pas elle-même une erreur supplémentaire.

La valeur de susceptibilité que nous obtenons après une série de mesures à pression fixe et volume fixe en faisant varier la température peut toujours s'écrire sous la forme très générale :

$$\chi = n(T)f(T, n) \quad (3.29)$$

où  $n$  le nombre de moles de liquide à la température  $T$  dans le volume  $V_c$  de notre cellule participant à la résonance.

Dans un récent article [62], Kollar et Vollhardt résument les propriétés thermodynamiques

de l'<sup>3</sup>He, y compris la dépendance du volume molaire en fonction de la température pour toutes les pressions entre 0 et 2,9 MPa. A partir des données de  $V_m(T)$  pour une pression donnée, telles que celles présentées sur la courbe 3.11, on peut calculer la susceptibilité molaire :

$$\chi_m = \frac{\chi}{n} = \frac{\chi V_m(T)}{V_c} = f(T, n) \quad (3.30)$$

En pratique, à une température et une pression données, on calcule le produit  $\chi V_m(T)$  et on ignore  $V_c$ . En fait, comme nos données sont appelées à être normalisées, il est inutile de chercher à prendre en compte cette constante et on assimilera  $\chi V_m$  à  $\chi_m$ . On note d'ailleurs que, pour peu que la constante de normalisation soit unique, toutes les valeurs de susceptibilité calculées seront proportionnelles à la susceptibilité molaire.

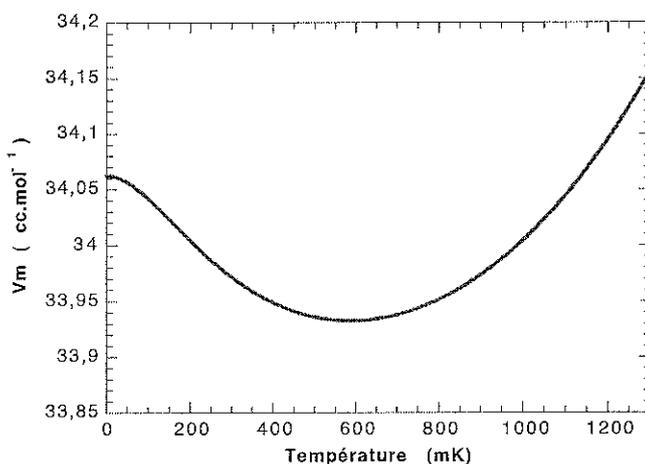


Figure 3.11: Courbe  $V_m(T)$  pour  $P = 0,29 \text{ MPa}$ . La variation de  $V_m$  est de l'ordre de 0,5 % sur toute la gamme considérée.

Malgré cette correction qui tient compte du nombre réel d'atomes dans la cellule, la représentation choisie ( $P$  et  $V$  constants), peut conduire à une erreur :  $f$  est une fonction de  $T$  et  $n$ , mais  $n$  dépend également de  $T$ . Une mesure à volume molaire fixe ( $n$  et  $V$  constants) lèverait cette incertitude mais elle est difficile à mettre en œuvre. Elle nécessiterait par exemple l'utilisation d'une vanne à froid. Par ailleurs, nos séries de mesures à pression fixe sont effectuées à des températures chaque fois différentes et ne nous permettent donc pas, contrairement à Ramm et al., d'effectuer des interpolations. On doit donc vérifier que l'erreur résiduelle est faible, autrement dit que, sur toute la gamme de température,  $f(T, n)$  et  $f(T, n')$ , où  $n'$  est le nombre réel d'atomes dans la cellule, sont proches.

Dans le cas particulier du gaz de Boltzmann, c'est à dire à température suffisamment élevée, on a :

$$\chi_m = \frac{C_m}{T} \quad (3.31)$$

soit  $f(T, n) = C_m/T$  indépendante de  $n$ . On ne commet donc aucune erreur.

À basse température, le problème est différent car  $f$  est une fonction de  $T_f^{**}$  notamment (avec comme cas particulier  $f = C_m/T_f^{**}$  à  $T = 0$ ) et  $T_f^{**}$  dépend de  $n$ . Toutefois, la figure 3.12, dont l'allure générale n'est pas remise en cause par nos nouvelles mesures, montre que la dépendance de  $T_f^{**}$  avec  $V_m$  est faible : dans le cas présent, un écart de 0,5 % sur  $V_m$  conduit à une variation de l'ordre de 1 % sur  $T_f^{**}$ . Dans la mesure où nous déterminerons le paramètre  $T_f^{**}$  sur une étroite gamme de température, c'est à dire sur une gamme de volume molaire bien inférieure à 0,5 %, la correction à apporter sur  $T_f^{**}$  et donc sur la susceptibilité en dehors de la correction de volume molaire paraît donc négligeable.

Compte tenu de l'ensemble des observations ci-dessus, il nous semble réaliste de considérer une erreur systématique de l'ordre du pour cent sur nos mesures de susceptibilité.

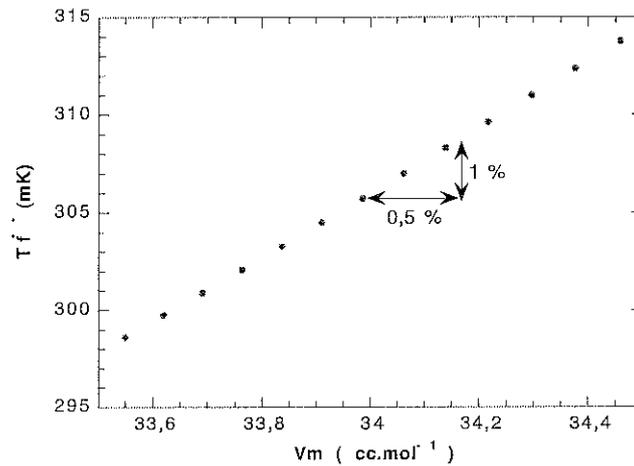


Figure 3.12: Estimation de l'erreur commise sur  $T_f^{**}$  pour une mesure à pression fixe. Les valeurs de  $T_f^{**}$  sont celles de Ramm et al. [3].

### 3.3.3 Susceptibilité de l'<sup>3</sup>He à haute température

La détermination précise de la température de Fermi à partir des mesures de susceptibilité à  $T = 0$  ( $T_f^{**} = C_m/\chi_m$ ), dépend étroitement de la détermination de la constante de Curie effective de notre système. Cette dernière est proportionnelle à  $C_m$  et est égale, dans le régime de Boltzmann, au produit  $\chi V_m T$ , où  $\chi$  est la susceptibilité que nous mesurons.

Pour une pression de 1,1 MPa, nous avons tracé, figure 3.13, ce produit  $\chi_m T$  en fonction de  $1/T^2$ . Dans un premier cas, on peut considérer qu'à la température maximale, 1,8 K pour cette expérience, les fermions sont dans un régime non dégénéré. On retient alors 2,094 pour la constante de Curie effective. Si l'on se base sur un développement en  $1/T^2$  à haute température,

comme le suggère par exemple l'expression de Dyugaev, cette dernière vaut alors 2,113. L'écart de près de 1 % entre ces deux valeurs a également été reporté par Ramm et al. et suggère que le régime paramagnétique n'est pas tout à fait atteint. La comparaison aux autres pressions et à cette même température conduit à des écarts de près de 1,5 % à 0,29 MPa et inférieurs à 0,3 % pour 1,85 et 2,9 MPa également compatibles avec les données de Ramm et al.

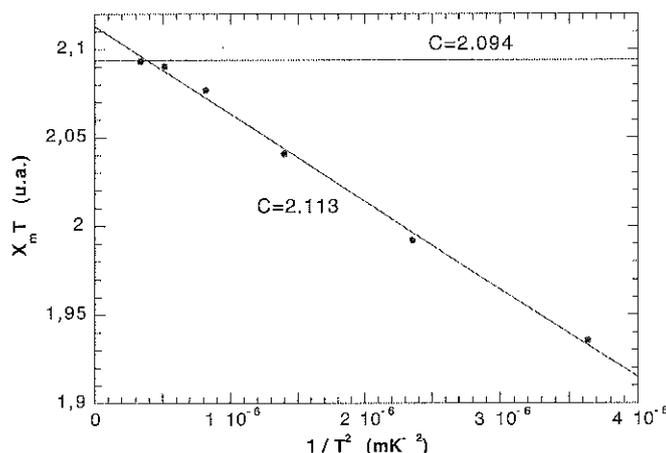


Figure 3.13: Détermination de la constante de Curie effective de notre système à partir des mesures à pression fixe. Exemple pour  $P = 1,1 \text{ MPa}$ .

La figure 3.14 apporte une confirmation dans ce choix de la constante de Curie effective. Elle représente le produit  $\chi_m T$  pour des pressions de 0 à 3,4 MPa à une température fixe de 2,09 K. Le graphe indique que ce produit est constant pour  $P > 1 \text{ MPa}$  et que la valeur de 2,11 peut être retenue pour notre système. La déviation à basse pression est corrélée à la valeur de la température de Fermi qui ne peut être considérée comme négligeable devant 2,09 K.

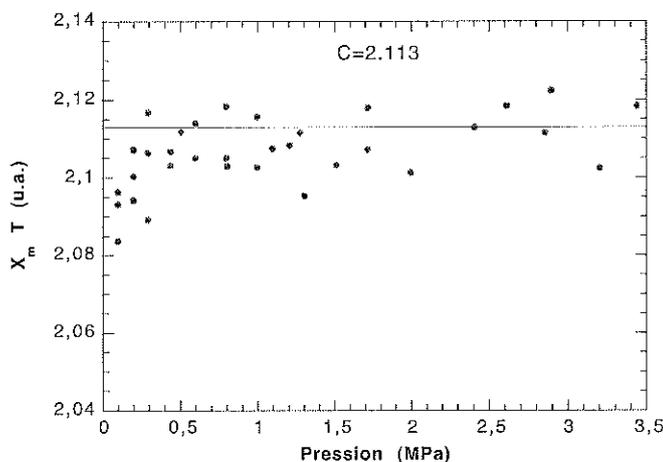


Figure 3.14: Produit  $\chi_m T$  en fonction de la pression à  $T = 2,09 \text{ K}$ .

Notons que la dispersion des points nous donne une erreur statistique inférieure à 0,5 % pour le produit  $\chi_m T$ . Comme la température est très bien déterminée dans cette région, les thermomètres ayant été étalonnés par rapport à la tension de vapeur de l'<sup>4</sup>He, cette incertitude est attribuée à la mesure de susceptibilité. Elle constitue la borne supérieure de l'incertitude statistique dans la mesure où le signal RMN décroît avec la température. En prenant en compte l'ensemble des erreurs systématiques (section 3.3.2), on retiendra une valeur de 1 % pour l'incertitude globale de nos mesures.

Finalement, pour simplifier la comparaison avec les mesures de Ramm et al., nous avons normalisé nos données selon le même modèle, c'est à dire de sorte à avoir  $\chi_m T = 1$  à  $T$  infinie<sup>9</sup>. La constante de normalisation est notée  $f$  et vaut 473,9 (1000/2,11) pour l'ensemble des mesures. La figure 3.15 représente l'ensemble de nos expériences à pression fixe après normalisation.

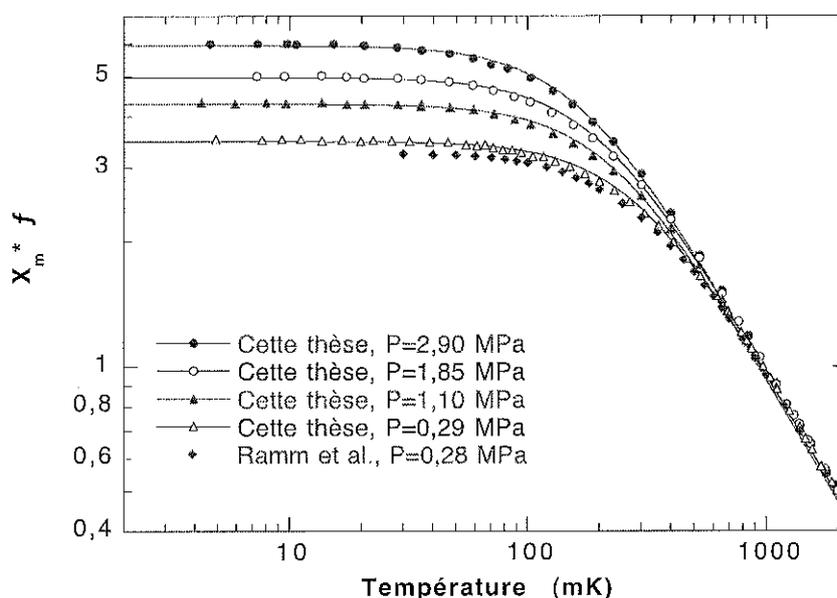


Figure 3.15: Courbes de susceptibilité normalisée de l'<sup>3</sup>He massif en fonction de la pression. Les lignes pleines correspondent à un ajustement de type Dyugaev. Pour indication, on a reporté la courbe de Ramm et al. à  $P = 0,28 \text{ MPa}$

### 3.3.4 Détermination de $T_f^{**}$ à partir de la susceptibilité à $T \simeq 0$

Aucun des modèles théoriques présentés plus haut ne remet en cause l'expression de la susceptibilité à  $T = 0$  (équation 3.8) et tous suggèrent une faible dépendance de cette dernière avec la température près de  $T = 0$ . On ne fait alors aucune hypothèse particulière sur les différents modèles et on commet une erreur négligeable en considérant les valeurs de susceptibilité aux plus basses températures pour déterminer directement la température de Fermi.

<sup>9</sup>Sur nos graphes, où  $T$  est exprimée en  $mK$ , on aura  $\chi T = 1000$ .

La figure 3.16 regroupe les susceptibilités normalisées pour nos quatre séries de mesures à pression fixe et pour des températures telles que  $T < 15T_f^{**}$ . Nous avons déterminé la valeur des  $T_f^{**}$  à partir des moyennes de susceptibilité sur les points représentés<sup>10</sup>.

Le critère  $T < 15T_f^{**}$  peut paraître arbitraire, il présente toutefois un double intérêt. D'un côté, les températures sont toujours suffisamment basses pour qu'on puisse estimer que l'erreur par rapport à la valeur de  $T_f^{**}$  à  $T = 0$  est inférieure au pour cent.

Par ailleurs, le fait de moyenniser sur des points à des températures différentes dans la gamme allant de 5 à 20  $mK$  réduit l'influence d'effets systématiques tels que la contribution du signal du solide à la susceptibilité. On remarque d'ailleurs que cette contribution est indissociable du bruit de mesure (voir figure 3.16), confirmant ainsi qu'une soustraction du signal du solide n'est pas nécessaire pour cette cellule expérimentale.

L'incertitude sur nos mesures de susceptibilité à basse température est estimée à 1%. Ajoutée à l'incertitude sur la valeur de la constante de Curie effective de notre système, elle conduit à une incertitude maximale de 2% sur notre température de Fermi.

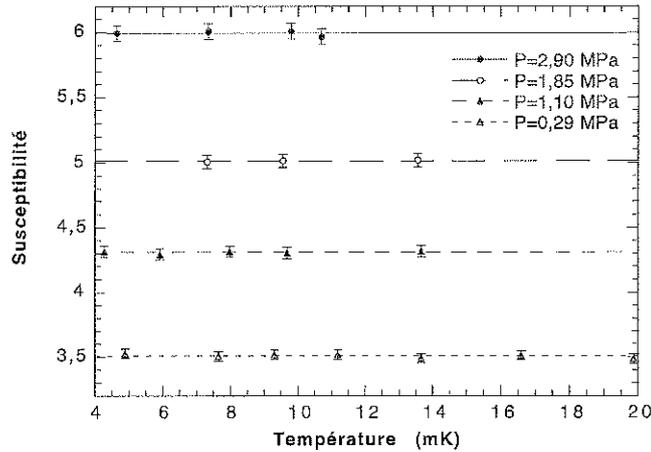


Figure 3.16: Détermination de la température de Fermi à partir des susceptibilités aux plus basses températures pour quatre séries de mesures à pression fixe. Les susceptibilités sont normalisées via la constante  $f$ . Les barres d'erreur sont de  $\pm 1\%$ .

Les valeurs de  $T_f^{**}$  ainsi estimées sont données ci-après conjointement avec les valeurs déterminées par des mesures à température fixe. Ces dernières ont été effectuées en faisant varier la pression à une température de 7  $mK$ . On suppose à nouveau qu'à cette température les susceptibilités normalisées sont très proches de leur valeur à  $T = 0$ , et donc que leur inverse donne directement  $T_f^{**}$  exprimée en kelvin. Ces résultats sont repris et complétés en annexe (annexe B).

<sup>10</sup>Rappelons que chacun de ces points est déjà le résultat d'une moyenne sur toutes les mesures à température identique.

Mesures à pression fixe :

Pression (MPa)	0,29	1,10	1,85	2,90
$T_f^{**}$ (mK)	284,9	232,0	199,5	166,8

Mesures à température fixe :

Pression (MPa)	0,50	0,80	1,21	1,51	1,71	1,97	2,23	2,41	2,71	2,89
$T_f^{**}$ (mK)	267,0	247,1	224,4	210,5	202,5	193,3	185,0	179,5	171,6	167,4

### 3.3.5 Comparaison avec les mesures de Ramm et al.

La figure 3.17 représente les températures de Fermi pour l'ensemble de nos mesures, ainsi que celles de Ramm et al. d'après l'article d'origine.

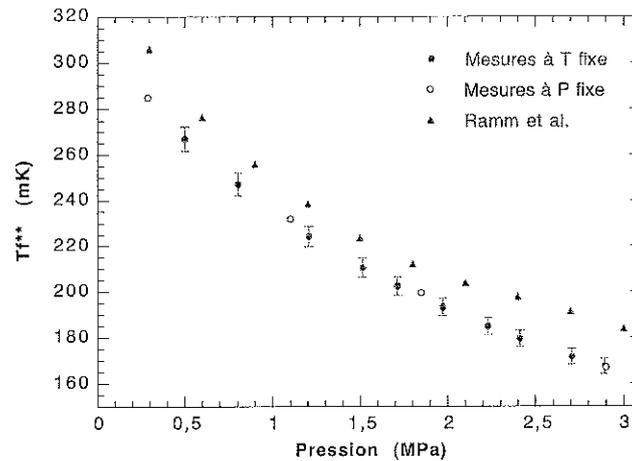


Figure 3.17: Valeurs de  $T_f^{**}$  pour nos mesures à température fixe et à pression fixe représentées conjointement aux valeurs de  $T_f^{**}$  de Ramm et al. Les barres d'erreur sont de  $\pm 2\%$ .

L'écart relatif entre les deux séries de points est systématiquement supérieur à 5 % et dépasse 10 % aux pressions extrêmes. Pour comprendre l'origine de cet écart, on peut analyser plusieurs hypothèses :

- Erreur dans nos mesures

Cette hypothèse est la première à prendre en compte, mais la plupart des observations

vont à son encontre. En effet, nous avons vérifié pour plusieurs températures que le signal RMN n'était pas saturé pour les tensions que nous appliquions. Le fait que nos courbes expérimentales sont systématiquement "au dessus" de celles de Ramm et al. renforce alors nos mesures.

On peut difficilement soupçonner une mauvaise thermalisation de l' $^3\text{He}$  dans notre cellule. A basse température cela aurait pour conséquence d'abaisser le signal RMN. A haute température, un découplage thermique entre la platine de régulation et l' $^3\text{He}$  est très peu probable. Enfin, une erreur de thermométrie à basse température ne modifie pas la valeur maximale de susceptibilité. Dans le domaine des hautes températures, qui sert à déterminer la constante de Curie effective, nous disposons d'un étalonnage des résistances avec une incertitude inférieure au pour cent (voir section 2.2.3).

Par ailleurs, nous pensons avoir identifié et traité les principales sources d'erreur systématique. Surtout, le fait que ni l'écart absolu, ni l'écart relatif entre nos mesures et celles de Ramm et al. n'est constant semble repousser l'hypothèse d'une erreur systématique triviale.

- Mode de détermination de  $T_f^{**}$

Ramm et al. font a priori l'hypothèse d'un développement de la susceptibilité en  $T^2$  à basse température, leur température minimale étant de  $35\text{ mK}$ , soit plus de sept fois la nôtre. L'extrapolation de leur ajustement à  $T = 0$  leur sert alors à déterminer les valeurs de  $T_f^{**}$ . Notre approche pour déterminer les températures de Fermi de l' $^3\text{He}$  diffère, mais le graphe ci-dessous (figure 3.18) montre que l'application de leur mode de détermination sur nos données conduit bien à un résultat différent.

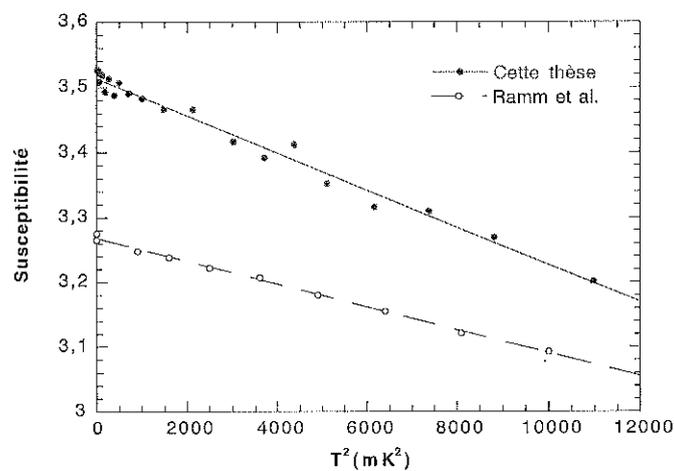


Figure 3.18: Détermination de  $T_f^{**}$  d'après nos mesures et celles de Ramm et al. selon la même méthode. La pression est de  $2,9\text{ MPa}$  dans notre cas et de  $2,8\text{ MPa}$  dans le cas de Ramm et al. Le bruit de mesure est lissé dans le cas de Ramm et al. car leurs données sont issues d'une interpolation.

Par ailleurs, nous verrons ultérieurement qu'un développement en  $T^2$  à basse température appliqué à nos mesures donne des valeurs de  $T_f^{**}$  comparables à nos premières estimations.

- Thermométrie et thermalisation dans l'expérience de Ramm et al.

Le cas d'une erreur de thermométrie dans les mesures de Ramm et al. doit pouvoir être écarté rapidement. Ces derniers ont basé leur thermométrie sur la tension de vapeur de l'<sup>3</sup>He et sur la dépendance en  $1/T$  de la susceptibilité du solide. On peut se fier à leur incertitude expérimentale sur la thermométrie, estimée inférieure au pour cent, grâce au signal du solide. Par ailleurs, l'évolution de l'échelle internationale de tension de vapeur de l'<sup>3</sup>He est nettement inférieure pour cent. On ne parvient donc pas à reconstruire l'écart nécessaire pour accorder les observations : au moins 5 % à haute température ou beaucoup plus près de  $T = 0$ .

L'hypothèse d'une erreur de thermalisation de la cellule de Ramm et al. semble plus consistante, mais on ne parvient pas à rendre compte de l'écart par ce biais. En effet, pour que les susceptibilités soient identiques, il faut parvenir à superposer toute leur échelle de température sur la nôtre. Parmi les lois de découplage thermique habituelles, nous n'en avons trouvé aucune qui réussisse cette pirouette.

Par exemple, on peut supposer que la résistance de Kapitza est prédominante. La figure 3.15 nous indique que la température minimale de Ramm et al. doit être de 80 *mK* au lieu de 35. La puissance parasite sur la cellule est estimée par les auteurs à une trentaine de nanoWatts à basse température. Dans ces conditions, la surface d'échange entre l'<sup>3</sup>He et les fils de thermalisation<sup>11</sup> que l'on calcule est de 1,2 *cm*<sup>2</sup>. Ceci correspondrait par exemple à une quarantaine de fils de diamètre 100 *μm* seulement. Cet ordre de grandeur est plausible, mais on observe que ce type de découplage, avec les mêmes paramètres, ne s'applique alors à aucune autre température.

Il est probable que la résistance de Kapitza ait joué un rôle dans les mesures de Ramm et al. et que, par conséquent, l'erreur avancée sur leurs valeurs de susceptibilité,  $\pm 1$  %, soit sous estimée. Néanmoins, l'hypothèse d'une mauvaise thermalisation de leur cellule ne paraît pas justifier à elle seule les écarts que nous observons.

- RMN Pulsée / RMN continue

Nos mesures ont été réalisées par RMN continue (à une fréquence proche de 0,9 *MHz*) et celles de Ramm et al. par RMN pulsée (à une fréquence de 4,6 *MHz*). Au même titre que la méthode continue, la méthode pulsée est sujette aux effets de chauffage ou de saturation radio fréquence. Nous manquons d'information dans l'article de Ramm et al. pour valider

---

<sup>11</sup>Ramm et al. ont, a priori, disposé de nombreux fils de cuivre à travers leur cellule. Il est intéressant de noter que ni leur nombre, ni leur diamètre n'est spécifié. D'autre part, le volume d'<sup>3</sup>He indiqué dans l'article est exactement égal au volume interne de la cellule. Il ne tient compte d'aucune soustraction de volume pour un élément placé à l'intérieur.

cette hypothèse. Toutefois, en supposant environ  $1 \text{ cm}^2$  de surface d'échange, une quantité d'<sup>4</sup>He de l'ordre de  $0,1 \text{ ppm}$  suffirait à occuper toute la surface des fils de thermalisation. La relaxation de surface serait alors impossible sur ces fils et le temps de relaxation spin-réseau se rapprocherait de celui de l'<sup>3</sup>He massif. Cet effet aurait pour conséquence un découplage du système de spins nucléaires. A nouveau, cette seule explication ne rend pas compte des écarts observés.

La détermination de la susceptibilité à partir des mesures brutes de RMN diffère significativement entre les deux méthodes. Dans le cas de la RMN continue, il s'agit d'intégrer une raie de résonance. Les difficultés proviennent alors principalement de la soustraction de la ligne de base à cause de possibles dérives et du rapport signal/bruit. Dans le cas de la RMN pulsée telle que pratiquée par Ramm et al., la difficulté majeure consiste à reconstruire le signal à  $t = 0$  à partir de la décroissance exponentielle de l'aimantation transverse. Bien que cela n'apparaisse pas explicitement dans leur article, il nous semble que Ramm et al. ont considéré un temps de relaxation spins-spins,  $T_2^*$ , constant pour l'ensemble de leurs expériences. Comme le montre la figure 3.19, nos mesures dans l'<sup>3</sup>He massif suggèrent au contraire une dépendance non négligeable de  $T_2^*$ , inverse de la largeur de raie, avec la température. Comme la largeur de raie dépend étroitement de l'environnement magnétique, on ne peut à nouveau pas apporter de conclusion définitive.

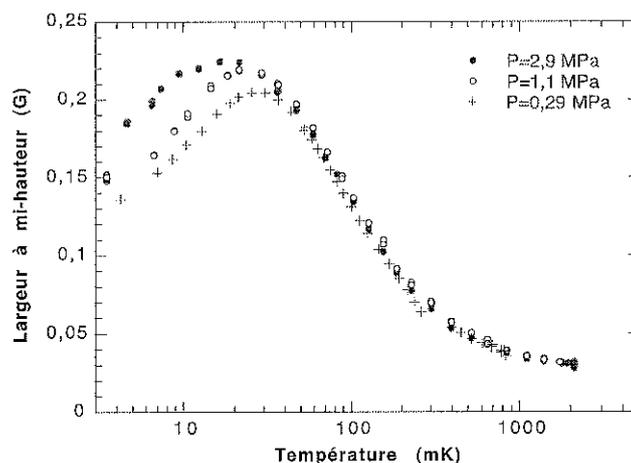


Figure 3.19: Variation de la largeur de raie à mi-hauteur en fonction de la température pour trois pressions différentes.

- Autres mesures du magnétisme de l'<sup>3</sup>He liquide

Un aperçu de l'historique des mesures de susceptibilité de l'<sup>3</sup>He liquide apporte un éclairage complémentaire, sans toutefois permettre une remise en cause évidente des mesures de Ramm et al. ou des nôtres. Les expériences de Ramm et al. sont les plus complètes jusqu'à ce jour et leur incertitude estimée est bien inférieure aux expériences préalables, no-

tamment grâce à la comparaison systématique avec le signal du solide. Dans les expériences précédentes, Thomson et al. [63] (1962) et Beal et Hatton [64] (1965) ont eu recours à une normalisation par rapport au signal du liquide à haute température, généralement autour de 1 K seulement. A basse température, comme le relèvent Ramm et al., l'écart entre toutes les séries de mesure peut atteindre 15 %. Nous avons normalisé et tracé sur une même courbe (figure 3.20) l'ensemble des données pour des pressions comparables. On remarque que Thomson et al. présentent des amplitudes de la susceptibilité aux basses températures supérieures à celles de Ramm et al. et comparables aux nôtres. Celles de Beal et Hatton se situent bien en dessous, mais leurs mesures ont du être fortement corrigées à cause d'effets de saturation radio fréquence.

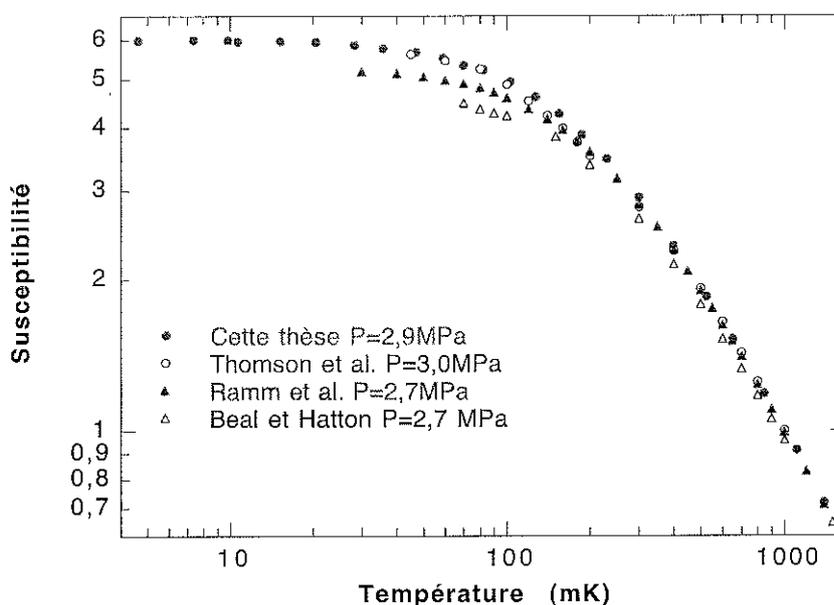


Figure 3.20: Historique des mesures de susceptibilité dans l'<sup>3</sup>He liquide pour  $P \simeq 2,8 \text{ MPa}$ . Les données d'origine ont été normalisées de sorte que :  $\chi T = 1$  à haute température.

Plus récemment, Hensley et al. [65] sont venus confirmer les résultats de Ramm et al. par de nouvelles mesures de RMN pulsée. Cependant, leur démonstration peut être remise en cause : les mesures ont été réalisées à deux températures seulement, 3 et 600 mK, avant d'être normalisées à celles de Ramm et al. pour vérification.

Nacher et al. [66], ont mesuré par RMN pulsée la susceptibilité de solutions d'<sup>3</sup>He - <sup>4</sup>He pour différentes concentrations en fonction de la température. Leur données sur l'<sup>3</sup>He pur à  $P = 0$  ont été reportées sur la figure 3.21. Nous ne disposons pas d'autres mesures à  $P = 0$  permettant une comparaison directe. Nous avons donc choisi de leur appliquer un ajustement de type Dyugaev. Cet ajustement conduit à une température de Fermi de 334 mK soit 7,5 % plus faible que celle de Ramm et al. extrapolée à la même pression.

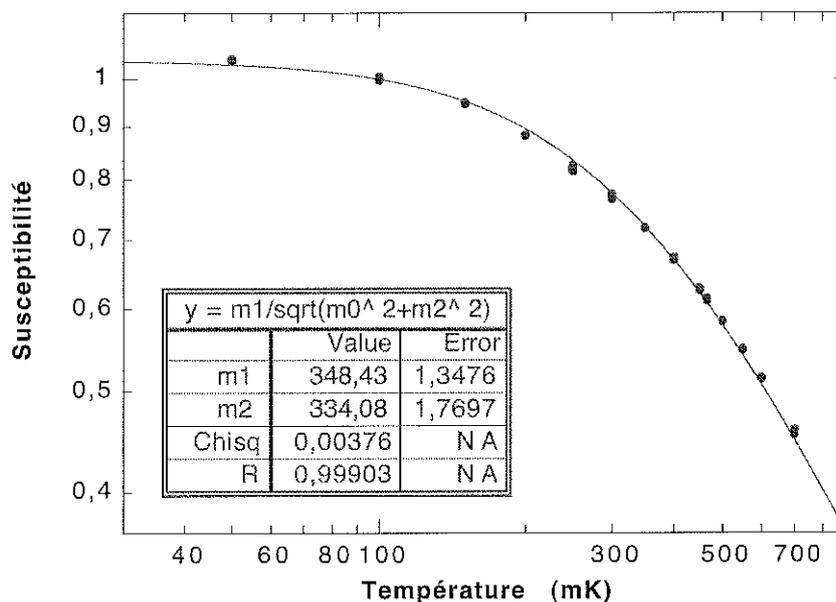


Figure 3.21: Susceptibilité de l'<sup>3</sup>He liquide d'après Nacher et al. à  $P = 0$  (1990). Les données d'origine sont normalisées par rapport à la susceptibilité à  $T = 0,1 K$ .

Enfin, Mikhalchuk et al. [67] mentionnent un écart dans leurs mesures par SQUID de la susceptibilité à pression nulle par rapport aux mesures de Ramm et al. sans en préciser l'amplitude. Ils retiennent alors deux interprétations. La première fait l'hypothèse d'un changement dans les échelles de température, une éventualité que nous avons écartée. La deuxième est basée sur l'observation de la variation du  $T_2^*$  mais aussi de la forme de raie avec la température, effet indétectable pour Ramm et al.

En définitive, on peut dresser le bilan suivant :

- Nous obtenons des valeurs de  $T_f^{**}$  avec une précision meilleure que 2%. Cette précision tient compte de l'erreur sur la détermination de la constante de Curie à haute température.
- Nos valeurs de  $T_f^{**}$  sont systématiquement plus faibles que celles de Ramm et al. L'écart est supérieur à 6% sur toute la gamme de pression.
- Un panorama de la littérature sur ce sujet fait apparaître des différences significatives. Bien que l'on ne puisse déterminer avec précision l'origine des écarts par rapport à Ramm et al., de nombreux éléments viennent appuyer nos mesures.

### 3.4 Exploitation des données, comparaison avec les théories

Les théories que nous avons introduites auparavant (section 3.1) prédisent le comportement de la susceptibilité à basse température et pour la limite  $T = 0$ . Nous les comparons ici à nos mesures expérimentales.

### 3.4.1 Le comportement à basse température

Si l'on se réfère aux équations de la section 3.1.4, il apparaît qu'une représentation de la grandeur  $\chi_m T_f^{**}/C_m$  en fonction de  $T^2/T_f^{**2}$  doit donner une droite (la même quelle que soit la pression) dont l'ordonnée à l'origine vaut 1 et dont la pente est le pré facteur associé au terme en  $T^2$ .

Pour effectuer cette représentation, nous devons connaître les valeurs de  $T_f^{**}$ . Nous les avons déterminées dans la limite  $T = 0$  (section 3.3.4) et devons vérifier qu'un autre mode de détermination, par exemple un développement en  $T^2$  comme dans le cas de Ramm et al., donne des valeurs similaires. Sur la figure 3.22, nous avons représenté la susceptibilité à basse température en fonction de  $T^2$  pour  $T < T_f^{**}/5$  et pour une pression de  $0,29 MPa$ . En appliquant un ajustement linéaire, la valeur extrapolée à  $T = 0$  vaut  $3,516$ . On a donc  $T_f^{**} = 284,4 mK$  ( $1000/3,516$ ), que l'on peut comparer aux  $284,9 mK$  déterminés par la moyenne des susceptibilités à basse température. Notons que le choix d'une gamme de température plus restreinte pour l'ajustement en  $T^2$  ne modifie pas significativement la valeur de  $T_f^{**}$  qui varie dans une fourchette inférieure à  $\pm 0,5\%$ . Nous avons ainsi vérifié que, pour nos mesures qui s'étendent en dessous de  $5 mK$ , la valeur de  $T_f^{**}$  ne dépendait pas du type d'ajustement, et ce quelle que soit la pression.

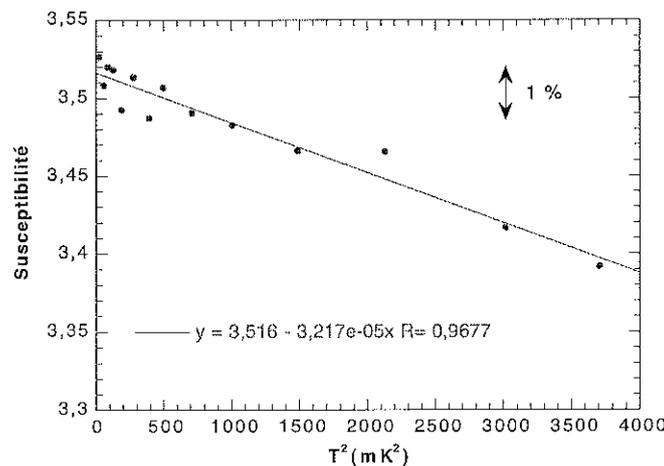


Figure 3.22: Détermination de la température de Fermi par ajustement en  $T^2$  à basse température pour une pression de  $0,29 MPa$ .

Nous avons donc considéré les valeurs de  $T_f^{**}$  déterminées précédemment pour en tirer la courbe universelle  $\chi_m T_f^{**}/C_m$  en fonction de  $T^2/T_f^{**2}$  (figure 3.23). L'ensemble de ces points peut être ajusté par une droite. Le coefficient directeur pour l'ensemble des points vaut  $-0,63$ .

On peut ajouter plusieurs remarques à cette représentation. Tout d'abord, il ne semble pas

que le coefficient directeur ait une dépendance spécifique avec la pression : l'ensemble des courbes est réparti de manière homogène autour de la valeur moyenne. Par ailleurs, la dépendance linéaire s'applique sur une large gamme de température puisque l'on a ici au maximum  $T \simeq T_f^{**}/3$ .

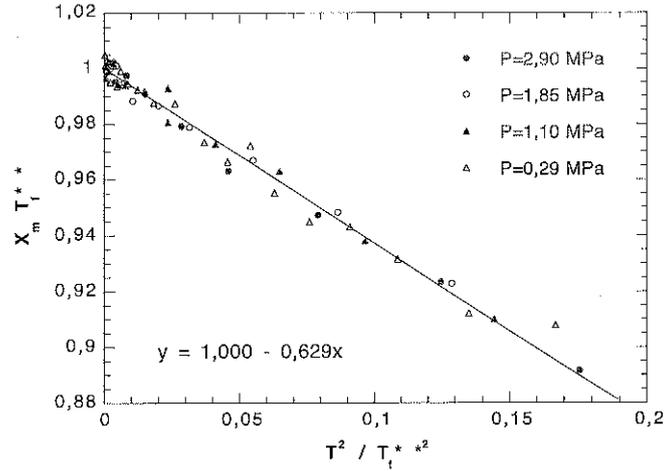


Figure 3.23: Courbe universelle  $\chi_m T_f^{**} / C_m$  en fonction de  $T^2 / T_f^{**2}$ .

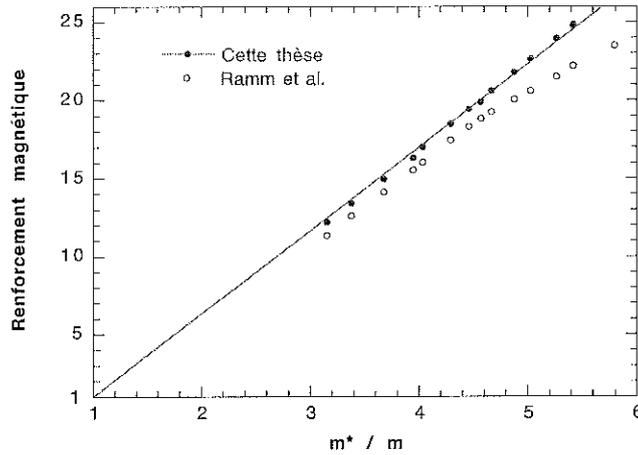
Toutefois, la valeur du coefficient directeur dépend légèrement de la gamme de température sélectionnée, comme l'ont également relevé Ramm et al. [3]. Notre thermométrie, qui est moins précise aux plus basses températures peut également induire une erreur supplémentaire. On retiendra donc la valeur de 0,63 avec une incertitude de  $\pm 13\%$ .

Le modèle des paramagnons fournit une valeur compatible avec ces résultats compte tenu des incertitudes respectives de l'expérience et des calculs théoriques. On ne peut cependant écarter le modèle des fermions presque localisés, étant donné l'incertitude sur les paramètres ajustables de ce modèle. Notons que Ramm et al. avaient estimé une valeur de 0,53 indépendante de la pression.

### 3.4.2 La limite à $T = 0$

On peut dans un premier temps s'intéresser à l'effet des interactions dans l'<sup>3</sup>He liquide indépendamment de tout modèle théorique. Nous avons tracé pour cela la courbe 3.24 représentant le facteur de renforcement magnétique, c'est à dire le rapport  $\chi_{0,m} / \chi_{0,m}^{id}$  en fonction du facteur de renforcement de la masse  $m^*/m$  tel que déterminé par Greywall [36].

On observe alors qu'un ajustement linéaire incluant le point de coordonnées (1,1), que l'on impose pour sa signification physique, semble bien adapté à nos mesures, ce qui suggérerait une

Figure 3.24: Facteur de renforcement magnétique en fonction de  $m^*/m$ .

équation de la forme :

$$\frac{\chi_{0,m} - \chi_{0,m}^{id}}{\chi_{0,m}^{id}} = \alpha \frac{m^* - m}{m} \quad (3.32)$$

avec  $\alpha = 5,33$  dans le cas présent.

L'obtention d'un résultat aussi simple à partir de deux expériences différentes (les mesures de  $C_v$  par Greywall et nos mesures de  $\chi$ ) fournit un argument supplémentaire en faveur de nos résultats. En effet, les mesures de Ramm et al. paraissent inadaptées à une telle interprétation.

Pour comparer les divers modèles théoriques, nous calculons le paramètre  $F_0^a$  à partir des valeurs de  $T_f^{*+}$  de la section 3.3.4, des valeurs de masse effective de Greywall [36] ajustées par Halperin et Varoquaux [39] et de l'équation 3.10. La représentation de  $F_0^a$  en fonction du renforcement de la masse est donnée ci-dessous<sup>12</sup> :

Cette représentation nous permet de prolonger l'observation ci-dessus. On peut en effet combiner les équations 3.10 et 3.32 et obtenir une équation de  $F_0^a$  en fonction de  $m^*/m$  dépendant du seul paramètre  $\alpha$  :

$$F_0^a = \frac{m^*/m}{1 + \alpha(m^*/m - 1)} - 1 \quad (3.33)$$

Il s'agit à nouveau d'une équation phénoménologique simple, mais la qualité de l'ajustement de la figure 3.25 tend à lui conférer un certain crédit.

Par ailleurs, cette même figure met à nouveau en lumière un décalage systématique entre nos mesures et celles de Ramm et al. Si cet écart est de l'ordre de 2% seulement, la dépendance en pression prend toute son importance lorsque l'on s'attache à l'étude de l'effet des interactions. Notamment, il semble difficile d'attribuer un sens physique à la cassure de pente et à la saturation

<sup>12</sup>On trouvera en Annexe B une représentation de  $F_0^a$  en fonction de la pression, ainsi que son ajustement polynomial.

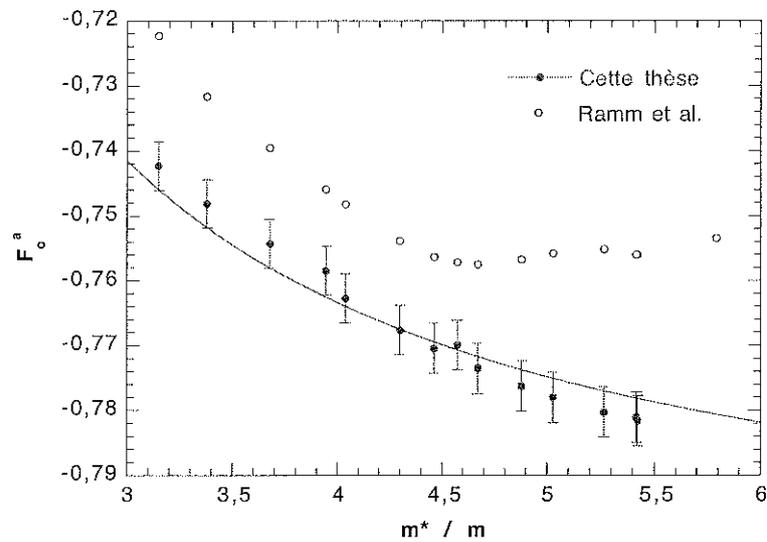


Figure 3.25: Le paramètre de Landau  $F_0^a$  d'après Ramm et al. et nos mesures en fonction de  $m^*/m$ . L'ajustement découle de l'identification des équations 3.10 et 3.32 avec  $\alpha = 5,33$ . Les barres d'erreur sont de  $\pm 0,5\%$ .

de  $F_0^a$  vers  $-0,75$  observée chez Ramm et al. pour de fortes interactions. Cette saturation, bien que trop rapide, a souvent été avancée comme un support considérable au modèle des fermions presque localisés, ce qui ne nous semble pas justifié.

Nous montrons ci-dessous (figure 3.26) nos résultats exprimés en fonction de la masse effective obtenue par Greywall dans le diagramme  $1 + F_0^a$  en fonction de  $m/m^*$ .

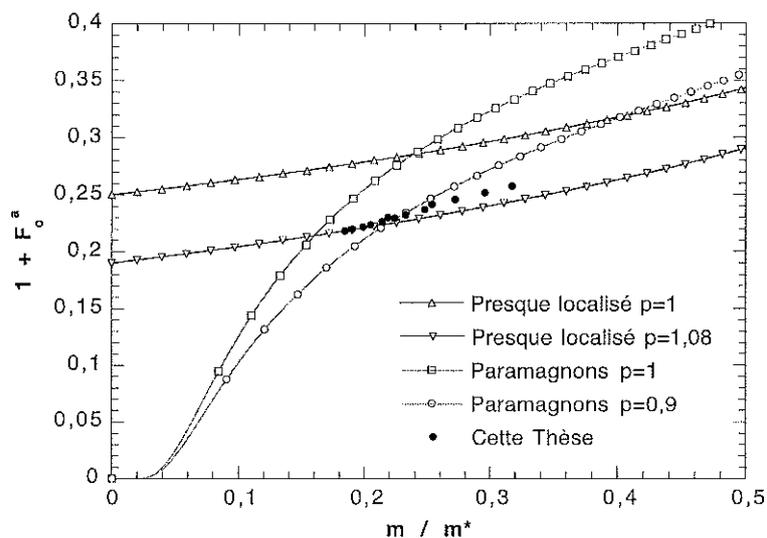


Figure 3.26: Courbe  $1 + F_0^a$  en fonction de  $m/m^*$  pour nos données et les différents modèles théoriques.

Ce diagramme est habituellement utilisé pour mettre en évidence l'évolution des propriétés entre un gaz de Fermi sans interactions ( $1 + F_0^a = 1$ ,  $m/m^* = 1$ ) et le régime très fortement corrélé. Chaque point correspond à un volume molaire, quantité qui devient un paramètre implicite. Cette représentation permet également d'inclure les prévisions théoriques, puisque le paramètre d'interaction peut être éliminé comme nous l'avons montré dans la section 3.1.3.

Nos données conduisent à une représentation pratiquement linéaire, comme le montre l'agrandissement ci-après (figure 3.27) pour la gamme de volumes molaires étudiés.

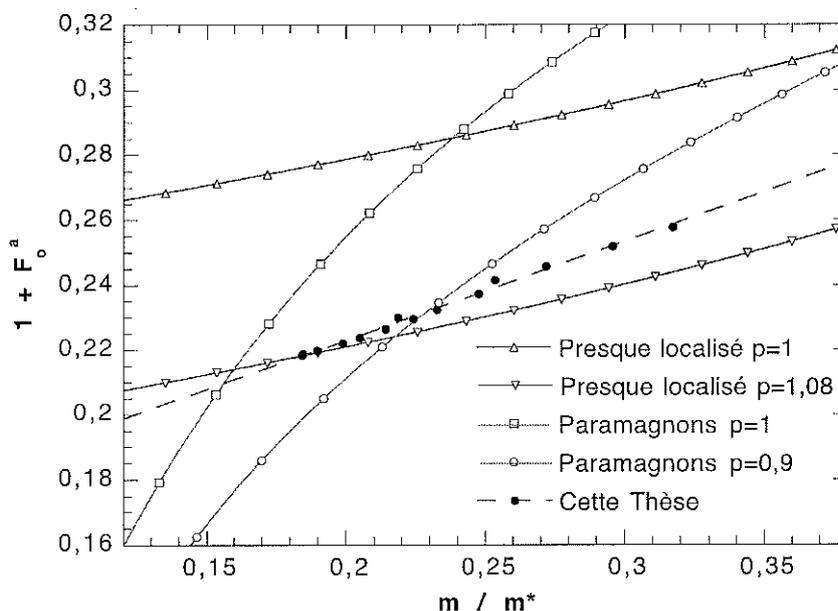


Figure 3.27: Agrandissement de la courbe  $1 + F_0^a$  en fonction de  $m/m^*$  autour de nos valeurs. Un ajustement linéaire a été appliqué à nos données pour information.

Sur ces dernières figures, nous avons également représenté les calculs pour le modèle des fermions presque localisé et le modèle des paramagnons. Dans les deux cas, l'incertitude sur les paramètres<sup>13</sup> nous permet d'ajuster le facteur  $p$ . On observe malgré tout qu'ils ne parviennent pas à reproduire avec précision les résultats expérimentaux. Ceux-ci semblent presque suivre un comportement intermédiaire entre les deux modèles au point que l'on est tenté de conclure que les deux mécanismes jouent un rôle dans le processus d'interaction.

Finalement, nos données semblent faire état d'une dépendance simple des paramètres d'interaction entre eux. Surtout, elles soulignent qu'il manque encore une théorie microscopique complète pour décrire l' $^3\text{He}$  liquide à basse température, mais leur précision devrait encourager le développement d'une telle théorie tout en offrant un moyen de la valider.

<sup>13</sup>Dans le cas du modèle presque localisé, la valeur de  $p$  est reliée à la densité d'état des quasiparticules. Pour une densité en demi ellipse, on a  $p = 1,08$  [47].



## Conclusion

Nous avons présenté des résultats de mesures de la susceptibilité nucléaire de l' $^3\text{He}$  liquide qui remettent clairement en cause les expériences reconnues jusqu'à présent comme référence. Ceci est le fruit d'un effort important sur le degré de précision de nos mesures et sur les conditions de l'expérience.

Nous avons ainsi pu voir que le système d'acquisition a été optimisé pour cette application particulière. L'utilisation d'une électronique bas bruit, d'un système d'amplification permettant l'application de signaux excitateurs faibles, d'un atténuateur étalonné, mais également le choix du mode de RMN continue ont assuré la fiabilité des raies de résonance qui constituent notre matière première.

Bien sûr, les cellules expérimentales répondent aux contraintes spécifiques des basses températures et de l' $^3\text{He}$  liquide : leur géométrie ainsi que leur thermalisation ont fait l'objet d'une étude poussée.

La thermométrie constitue une autre pierre angulaire de ce travail. Elle est basée sur l'échelle la plus récente et s'appuie sur plusieurs techniques qui viennent se compléter pour finalement permettre l'étalonnage précis de nos deux résistances de carbone. Le thermomètre à courbe de fusion est le pivot de la future échelle internationale et offre une large gamme d'étalonnage. Surtout, grâce au minimum de la courbe de fusion, il nous permet de disposer d'un point fixe. Dans le domaine des hautes températures, la tension de vapeur de l' $^4\text{He}$  permet d'étendre l'étalonnage et offre également un point fixe avec la transition superfluide. Enfin, nous avons vu que le thermomètre à CMN recouvrait parfaitement les étalonnages des deux thermomètres précédents. Notre précision sur la température est alors inférieure au pour cent sur toute la gamme requise pour une détermination fine des paramètres de Landau.

Dans le domaine de la thermométrie de précision, les efforts menés sur des techniques nouvelles nous assurent une position privilégiée dans la recherche de thermomètres pour une future échelle internationale. Ces techniques, basées sur la microfabrication, abaisseraient la limite inférieure de l'échelle actuellement en discussion de plus d'un ordre de grandeur.

Bien sûr, une thermométrie encore plus sensible permettrait notamment de mieux définir les

écarts à la susceptibilité de Pauli dans la limite des basses températures, c'est à dire l'ajustement en  $t^2$ , et donc d'affiner le facteur 0,63. Toutefois, pour gagner ne serait qu'un facteur deux en précision, il faudrait disposer d'appareils de niveau métrologique et modifier en profondeur le montage expérimental : mise en place d'une vanne à froid pour le thermomètre à courbe de fusion, ajout de points fixes supraconducteurs sur la platine expérimentale, etc. Il est peu probable qu'une telle prouesse soit possible dans un avenir proche.

Forts de ce dispositif expérimental et d'une thermométrie fine, nous avons pu étudier avec précision la susceptibilité nucléaire de l' $^3\text{He}$ . Nous avons d'abord vérifié qu'un milieu désordonné tel qu'un aérogel ne modifiait pas les propriétés magnétiques de l' $^3\text{He}$ .

Nous avons également pu déduire les valeurs du paramètre de Landau  $F_0^a$  en fonction de la pression, et donc des interactions. Nos résultats montrent une dépendance très différente de celle reportée par Ramm et al. La représentation du renforcement de la susceptibilité nucléaire en fonction du renforcement de la masse effective paraît, dans notre cas, extrêmement simple. Lorsqu'on représente la quantité  $1 + F_0^a$  en fonction de l'inverse de la masse effective, nos données présentent encore une dépendance simple, qu'aucun des modèles proposés n'arrive à reproduire et qu'une théorie microscopique de l' $^3\text{He}$ , qui fait actuellement défaut, se doit d'expliquer.

La réalisation de mesures encore plus précises est possible, mais elle nécessiterait des mesures de RMN à bien mieux que 0,5 %, ce qui représente un pas considérable. Il serait toutefois envisageable d'utiliser le dispositif actuel pour des mesures à plus forte pression afin d'étendre quelque peu la gamme des interactions étudiées.

Il serait désormais souhaitable de réaliser simultanément des mesures de capacité calorifique et de susceptibilité nucléaire dans l' $^3\text{He}$  massif, mais surtout, avec un même niveau de précision, sur des systèmes d' $^3\text{He}$  à deux dimensions. Dans ces derniers en effet, la gamme de densités accessibles est remarquablement étendue, ce qui fournit plus d'éléments pour l'établissement d'une théorie de l' $^3\text{He}$  liquide à basse température.

# Table des matières

<b>A</b>	<b>Éléments de thermométrie</b>	<b>89</b>
A.1	Ajustement $T(P)$ d'après l'échelle PLTS2000 . . . . .	89
A.2	Tension de vapeur de l' $^4\text{He}$ . . . . .	92
A.3	Résistances de type Speer $100\ \Omega$ et Allen Bradley $47\ \Omega$ . . . . .	93
<b>B</b>	<b>Paramètres de Landau de l'<math>^3\text{He}</math> liquide</b>	<b>95</b>



## Annexe A

# Eléments de thermométrie

### A.1 Ajustement $T(P)$ d'après l'échelle PLTS2000

L'échelle PLTS200 est définie à partir de l'équation suivante [10] donnant la pression de fusion de l' $^3\text{He}$  en fonction de la température entre  $0,9 \text{ mK}$  et  $1 \text{ K}$  :

$$P = \sum_{n=-3}^9 a_n T^n \quad (\text{A.1})$$

avec  $P$  en  $\text{MPa}$ ,  $T$  en  $\text{K}$  et :

$$\begin{aligned} a_{-3} &= -1,3855442.10^{-12} \\ a_{-2} &= +4,5557026.10^{-9} \\ a_{-1} &= -6,4430869.10^{-6} \\ a_0 &= +3,4467434.10^{+0} \\ a_1 &= -4,4176438.10^{+0} \\ a_2 &= +1,5417437.10^{+1} \\ a_3 &= -3,5789853.10^{+1} \\ a_4 &= +7,1499125.10^{+1} \\ a_5 &= -1,0414379.10^{+2} \\ a_6 &= +1,0518538.10^{+2} \\ a_7 &= -6,9443767.10^{+1} \\ a_8 &= +2,6833087.10^{+1} \\ a_9 &= -4,5875709.10^{+0} \end{aligned}$$

Afin d'accéder à la température à partir d'une mesure de la pression, on a tracé la courbe représentant  $T$  en fonction de  $P$  selon l'équation précédente, puis effectué un ajustement selon

l'équation suivante :

$$T = \sum_{n=-3}^5 a_n P^n \quad (\text{A.2})$$

avec  $T$  en  $mK$  et  $P$  en  $MPa$ .

Dans le cas présent, un seul jeu de paramètres ne peut suffire pour balayer toute la gamme de température. Premièrement, l'application associant  $T$  à  $P$  n'est pas bijective, ce qui nous a d'ailleurs conduit à négliger la gamme  $311\text{ mK}$ - $318\text{ mK}$  autour du minimum. Par ailleurs, pour que l'ajustement donne des valeurs de température avec une précision meilleure que l'incertitude de l'échelle PLTS2000.

Nous avons été amenés à considérer 7 gammes de pression et donc 7 gammes de température. Les coefficients correspondant à ces intervalles de température sont donnés dans le tableau ci-dessous :

	$3,5\text{ mK} - 20\text{ mK}$	$20\text{ mK} - 180\text{ mK}$	$180\text{ mK} - 280\text{ mK}$	$280\text{ mK} - 311\text{ mK}$
$a_{-3}$	$-5,139728.10^{+4}$	$+1,918091.10^{+2}$	$+2,752911.10^{+2}$	$+3,068020.10^{+2}$
$a_{-2}$	$+4,128648.10^{+4}$	$-7,364737.10^{+1}$	$-2,519019.10^{+2}$	$-1,151875.10^{+3}$
$a_{-1}$	$+3,415022.10^{+1}$	$+1,340908.10^{+1}$	$+3,356875.10^{+2}$	$+2,667107.10^{+4}$
$a_0$	$-2,146015.10^{+3}$	$-2,130283.10^{+0}$	$-4,261053.10^{+2}$	$-5,954021.10^{+5}$
$a_1$	$+3,542375.10^{+2}$	$+2,189121.10^{-1}$	$+3,349389.10^{+2}$	$+8,041173.10^{+6}$
$a_2$	$-1,811502.10^{+1}$	$-1,048643.10^{-2}$	$-1,153732.10^{+2}$	$-4,683303.10^{+7}$
$a_3$	$-6,698949.10^{+5}$	$+3,444608.10^{+1}$	$+1,144355.10^{+0}$	$+1,905934.10^{-2}$
$a_4$	$+2,615823.10^{+6}$	$-9,393579.10^{+0}$	$-2,908827.10^{-2}$	$-2,144393.10^{-5}$
$a_5$	$-2,884594.10^{+6}$	$+1,275077.10^{+0}$	$+3,472643.10^{-4}$	$+1,518565.10^{-8}$

	$318\text{ mK} - 350\text{ mK}$	$350\text{ mK} - 500\text{ mK}$	$500\text{ mK} - 1000\text{ mK}$
$a_{-3}$	$+3,235474.10^{+2}$	$+3,583779.10^{+2}$	$+4,879468.10^{+2}$
$a_{-2}$	$+1,193156.10^{+3}$	$+2,564081.10^{+2}$	$+7,452915.10^{+1}$
$a_{-1}$	$-2,787030.10^{+4}$	$-2,511071.10^{+2}$	$-4,708457.10^{+0}$
$a_0$	$+6,482937.10^{+5}$	$+2,521800.10^{+2}$	$+3,516751.10^{-1}$
$a_1$	$-9,199202.10^{+6}$	$-1,530409.10^{+2}$	$-1,657452.10^{-2}$
$a_2$	$+5,667799.10^{+7}$	$+3,996053.10^{+1}$	$+3,488927.10^{-4}$
$a_3$	$-1,872607.10^{-2}$	$-1,392083.10^{+0}$	$-9,123565.10^{+1}$
$a_4$	$+2,084396.10^{-5}$	$+3,837460.10^{-2}$	$+4,535535.10^{+1}$
$a_5$	$-1,474694.10^{-8}$	$-4,791736.10^{-4}$	$-1,082563.10^{+1}$

L'écart relatif entre la température obtenue par cet ajustement et la température d'après l'échelle PLTS2000 est donné sur la figure suivante :

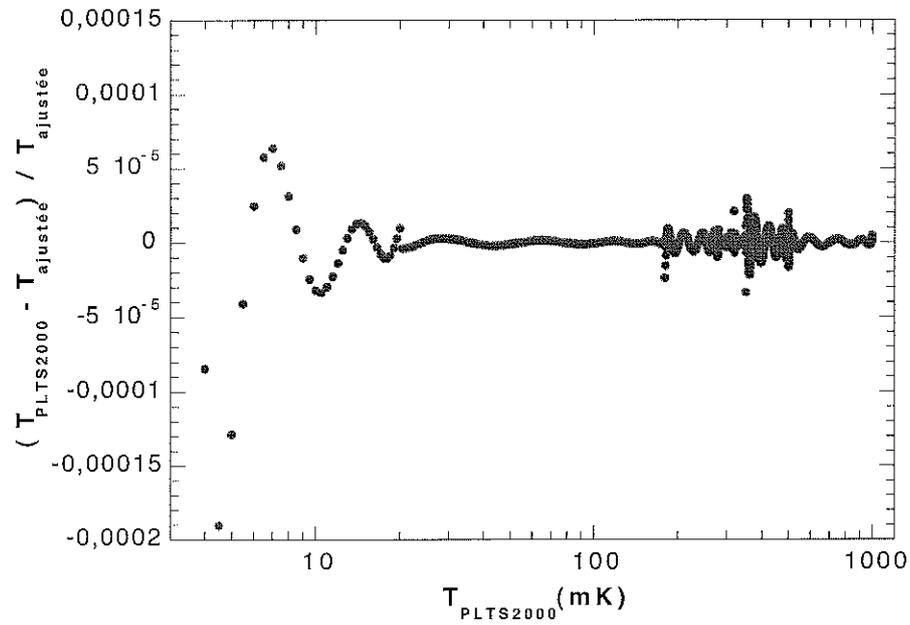


Figure A.1: Ecart relatif entre la température définie pour l'échelle PLTS2000 et la température déterminée par ajustement.

## A.2 Tension de vapeur de l' $^4\text{He}$

L'équation reliant la tension de vapeur de l' $^4\text{He}$  et la température retenue pour l'échelle de température ITS-90 et applicable entre 1,25 K et 5 K est la suivante (voir également [5]) :

$$T = \sum_{n=0}^8 A_n \left( \frac{\ln P - B}{C} \right)^n \quad (\text{A.3})$$

avec  $P$  en  $kPa$ ,  $T$  en  $K$  et :

Coefficient	1,25 K – 2,1768 K	2,1768 K – 5 K
$A_0$	+1,392408	+3,146631
$A_1$	+0,527153	+1,357655
$A_2$	+0,166756	+0,413923
$A_3$	+0,050988	+0,091159
$A_4$	+0,026514	+0,016349
$A_5$	+0,001975	+0,001826
$A_6$	-0,017976	-0,004325
$A_7$	+0,005409	-0,004973
$A_8$	+0,013259	0
$B$	+5,6	+10,3
$C$	+2,9	+1,9

### A.3 Résistances de type Speer 100 $\Omega$ et Allen Bradley 47 $\Omega$

Les résistances R20 et R10 que nous avons utilisées au cours de ce travail sont respectivement de type Speer 100  $\Omega$  et Allen Bradley 47  $\Omega$ . Nous donnons ci-dessous quelques couples de valeurs  $T - R$  (pour un champ magnétique nul) issus des expériences d'étalonnage :

$T(mK)$	R20	R10
42.3	18325	
50.8	14771	
61.9	11767	
72.3	9923	
80.2	8884	
97.1	7281	
100.2	7053	
120.6	5869.9	
140.1	5095.7	
159.8	4519	
180.7	4054.5	
200.7	3707.4	
238.2	3226	
260.2	3008.3	
289.9	2774.7	
300.3	2699.9	
340.8	2469.3	
377.9	2298.2	
401.2	2208.5	
451.8	2039.3	
502.9	1914.8	564000
552.8	1811.1	306000
613.2	1708.1	164100
650.4	1653.4	116800
699.0	1592.8	78820
756.4	1529.9	52540
806.2	1482.5	38445
851.4	1444.2	29753
900	1405.2	22880
947.4	1373.7	18350
1001	1341	14630
1097	1288.9	10091
1192	1245.3	7343.3
1313	1200	5259.3
1404	1171.3	4234.9
1501	1143	3415.4
1604	1115.9	2784.1
1697	1094.7	2362.3
1807	1073	1984.5
1905	1054.2	1720
1997	1038.8	1522.4
2105	1022.5	1337.3
2172	1013.1	1240.2

Chaque ensemble de points peut être ajusté à mieux que 1 % sur toute la gamme de température (40  $mK$  – 2,2  $K$  pour R20 et 500  $mK$  – 2,2  $K$  pour R10) à l'aide de l'équation suivante :

$$T = (a * R^b - c)^{-d} \quad (\text{A.4})$$

avec  $R$  en  $\Omega$ ,  $T$  en  $mK$  et :

	R20	R10
$a$	0,0018101011573	0,2414955622
$b$	0,41897494045	0,0046815038091
$c$	0,026629708735	0,24582849156
$d$	1,5120759373	1,3824620389

L'écart de l'ajustement par rapport aux données mesurées figure ci dessous :

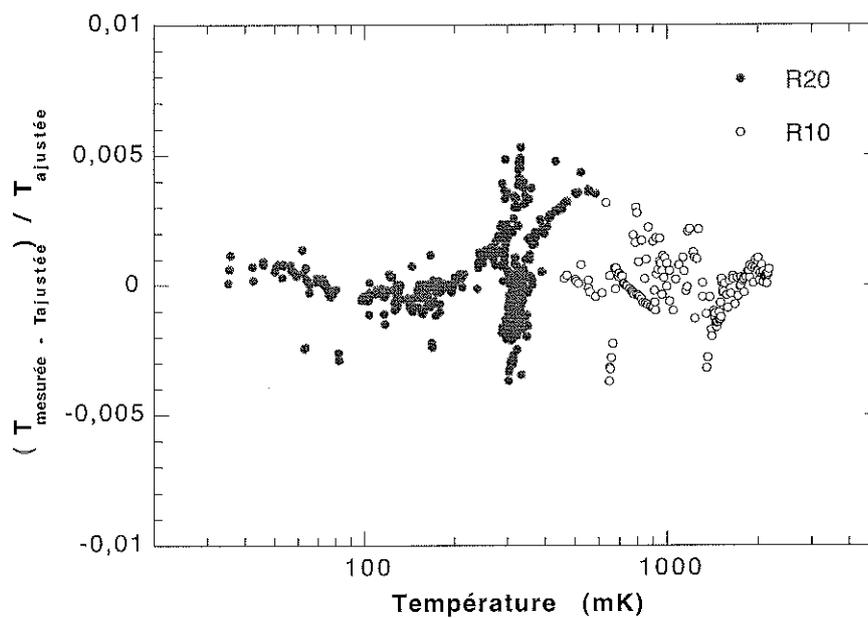


Figure A.2: Ecart relatif entre la température ajustée et la température mesurée pour les résistances de carbone.

## Annexe B

# Paramètres de Landau de l' $^3\text{He}$ liquide

Le tableau ci-dessous résume les données obtenues au cours de cette thèse :

Pression (MPa)	0,29	0,50	0,80	1,10	1,21	1,51	1,71
$T_f^{**}$ (mK)	284,9	267,0	247,1	232,0	224,4	210,5	202,5

Pression (MPa)	1,85	1,97	2,23	2,41	2,71	2,89	2,90
$T_f^{**}$ (mK)	199,5	193,3	185,0	179,5	171,6	167,4	166,8

Les propriétés de l' $^3\text{He}$  liquide obtenues par ajustement pour différentes pressions sont données ci-après.

Pression (MPa)	$V_m$ à $T = 0$ (cc.mol $^{-1}$ )	$T_f^{id}$ (K)	$m^*/m$	$T_f^{**}$ (mK)	$F_0^a$
0,3	33,986	3,49	3,16	283,8	-0,743
0,6	32,102	3,62	3,48	260,5	-0,750
0,9	30,749	3,73	3,77	241,5	-0,756
1,2	29,710	3,82	4,03	225,5	-0,762
1,5	28,872	3,89	4,28	211,8	-0,767
1,8	28,170	3,95	4,53	199,9	-0,771
2,1	27,564	4,01	4,77	189,3	-0,775
2,4	27,031	4,06	5,02	179,9	-0,778
2,7	26,553	4,11	5,26	171,7	-0,780
3,0	26,120	4,16	5,50	165,0	-0,782

Les équations ayant servi à leur détermination sont de la forme :

$$\sum_{n=0}^8 a_n P^n \quad (\text{B.1})$$

Les coefficients  $a_n$  sont donnés ci-dessous (ils s'appliquent pour des pressions exprimées en bars) :

Coefficient	$V_m$ à $T = 0$ ( $cc.mol^{-1}$ )	$m^*/m$	$T_f^*$ (mK)
$a_0$	$+3,6844473.10^{+2}$	$+2,800.10^{+0}$	$+3,1243122.10^{+2}$
$a_1$	$+1,1996013.10^{+0}$	$+1,292.10^{-1}$	$-1,0601788.10^{+1}$
$a_2$	$+1,0206783.10^{-1}$	$-3,188.10^{-3}$	$+3,7971673.10^{-1}$
$a_3$	$+7,8607971.10^{-3}$	$+9,372.10^{-5}$	$-9,6682699.10^{-3}$
$a_4$	$+4,7318387.10^{-4}$	$-1,03.10^{-6}$	$+1,1100989.10^{-4}$
$a_5$	$-2,0413164.10^{-5}$		
$a_6$	$+5,7676513.10^{-7}$		
$a_7$	$-9,4062384.10^{-9}$		
$a_8$	$+6,6541807.10^{-11}$		

# Bibliographie

- [1] A.S. Chen,  
*Thèse*, Université J. Fourier, CRTBT-CNRS, (1999), non publiée.
- [2] J.R. Thompson, H. Ramm, J.F. Jarvis et H. Meyer,  
*J. Low Temp. Phys.* **2**, 521 (1970).
- [3] H. Ramm, P. Pedroni, J. R. Thompson et H. Meyer,  
*J. Low Temp. Phys.* **2**, 539 (1970).
- [4] O. V. Lounasmaa,  
*Experimental Principles and Methods below 1 K*, Academic Press London and New York (1974).
- [5] F. Pobell,  
*Matter and methods at low temperatures*, Deuxième édition, Springer-Verlag, Berlin (1996).
- [6] K.-D. Morhard,  
*Thèse*, Université J. Fourier, CRTBT-CNRS, (1995), non publiée.
- [7] C. Bäuerle,  
*Thèse*, Université J. Fourier, CRTBT-CNRS, (1996), non publiée.
- [8] A. Abragam,  
*Les principes du magnétisme nucléaire*, Presses Universitaires de France, Paris (1961).
- [9] M. Kühne,  
*Proceedings of the Comité Consultatif de Thermométrie workshop*, Leiden (1998).
- [10] Recommandation T1 (2000) du Comité Consultatif de Thermométrie (2000).
- [11] W.P. Halperin, F.B. Rasmussen, C.N. Archie et R.C. Richardson,  
*J. Low. Temp. Phys.* **31**, 617 (1978).
- [12] D.S Greywall et P.A. Bush,  
*J. Low. Temp. Phys.* **46**, 451 (1982).

- [13] W.E. Fogle et J. Soulen Jr.,  
*Proceedings of the Comité Consultatif de Thermométrie workshop*, Leiden (1998).
- [14] G. Schuster, D. Hechtfisher et B. Fellmuth,  
*Rep. Prog. Phys.* **57**, 187 (1994).
- [15] G. Schuster, A. Hoffmann et D. Hechtfisher,  
*Proceedings of the Comité Consultatif de Thermométrie workshop*, Leiden (1998).
- [16] Y. Eckstein, Y. Lahav, J. Landau et L. Olami,  
*Phys. Lett.* **76A**, 77 (1980).
- [17] D. S. Greywall et P. A. Bush,  
*Rev. Sci. Instrum.* **3**, 471 (1989).
- [18] C. Bäuerle, J. Bossy, Yu. M. Bunkov, S.N. Fisher, Chr. Gianèse et H. Godfrin,  
in *Proceedings of the 21st International Conference on Low Temperature Physics, Czechoslovak Journal of Physics* Vol. **46**-Suppl., Part S1, 2791 (1996).
- [19] A.M. Guénault, V. Keith, C.J. Kennedy, S.G. Mussett et G.R. Pickett,  
*J. Low Temp. Phys.* **62**, 511 (1986).
- [20] D.C. Carless, H.E. Hall et J.R. Hook,  
*J. Low Temp. Phys.* **50**, 583, 605 (1983).
- [21] A.M. Guénault, V. Keith, C.J. Kennedy et G.R. Pickett,  
*Phys. Rev. Lett.* **50**, 522 (1983).
- [22] C. Bäuerle, Yu. M. Bunkov, S.N. Fisher et H. Godfrin,  
*Phys. Rev. B.* **50**, 522 (1998).
- [23] S.N. Fisher, A.M. Guénault, C.J. Kennedy et G.R. Pickett,  
*Phys. Rev. Lett.* **63**, 2566 (1989).
- [24] M.P. Enrico et R.J. Watts-Tobin,  
*J. Low Temp. Phys.* **102**, 103 (1996).
- [25] S.N.F. Fisher,  
*Thèse*, Université de Lancaster, (1991) non publiée.
- [26] S. Triqueneaux, E. Collin, D.J. Cousins, T. Fournier, C. Bäuerle, Yu. M. Bunkov et H. Godfrin,  
*Physica B* **284-288**, 2141 (2000).
- [27] G. Stemme,  
*J. Micromech. Microeng.* **1**, 113 (1991).

- [28] A.N. Cleland et M.L. Roukes,  
*Appl. Phys. Lett.* **69**, 2653 (1996).
- [29] F. Ayela et T. Fournier,  
*Meas. Sci. Technol.* **9**, 1821 (1998).
- [30] L. Landau et E. Lifchitz,  
*Mécanique*, Editions Mir, Moscou (1966).
- [31] E. Collin,  
Thèse en cours.
- [32] C. Bäuerle, Yu. M. Bunkov, S.N. Fisher, H.G. Godfrin et G.R. Pickett,  
*Nature* **382**, 332 (1996).
- [33] F. Mayet, D. Santos, G. Perrin, Yu.M. Bunkov et H. Godfrin,  
*Nucl. Instrum. Meth. A* **455** 554 (2000).
- [34] J. Bardeen, L. N. Cooper et J. R. Schrieffer,  
*Phys. Rev.* **108** 1175 (1957).
- [35] D.S. Greywall,  
*Phys Rev. B* **27**, 2747 (1983).
- [36] D.S. Greywall,  
*Phys Rev. B* **33**, 7520 (1986).
- [37] L.D. Landau,  
*Sov. Phys. JETP* **3**, 920 (1956).
- [38] L.D. Landau,  
*Sov. Phys. JETP* **5**, 101 (1957).
- [39] W.P. Halperin et E. Varoquaux,  
*Helium Three* ed. W.P. Halperin et L.P Pitaevskii, Elsevier (1990).
- [40] D. Vollhardt et P. Wölfé,  
*The Superfluid Phases of Helium 3*, ed. Taylor & Francis (1990).
- [41] N.F. Berk et J.R. Schrieffer,  
*Phys. Rev. Lett.* **17**, 433 (1966).
- [42] M.T. Béal-Monod et A. Theumann,  
*Proceedings of the International Conference on Ordering in Two Dimensions*, edited by S.K. Sinha (North Holland, Amsterdam, 1980).

- [43] S. Doniach et S. Engelsberg,  
*Phys. Rev. Lett.* **17**, 750 (1966).
- [44] W. Brenig, H. J. Mikeska et E. Reidel,  
*Z. Physik* **206**, 439 (1969).
- [45] M. T. Béal-Monod,  
*J. Low Temp. Phys.* **37** 123 (1979) et erratum *J. Low Temp. Phys.* **39** 231 (1980).
- [46] M. C. Gutzwiller,  
*Phys. Rev.* **137** A1726 (1965).
- [47] D. Vollhardt,  
*Rev. Mod. Phys.* **56**, 99 (1984).
- [48] D. Vollhardt, P. Wölfle et P. W. Anderson,  
*Phys Rev. B* **35**, 6703 (1987).
- [49] M.T. Béal-Monod, Shang Keng Ma, and D.R. Fredkin,  
*Phys. Rev. Lett.* **20**, 929 (1968).
- [50] K. Seiler, C. Gros, T.M. Rice, K. Ueda et D. Vollhardt,  
*J. Low Temp. Phys.* **64** 195 (1986).
- [51] A.M. Dyugaev,  
*Sov. Sci. Rev. A Phys.* **14**, 1 (1990).
- [52] H. Godfrin, J. Klier, V. Lauter-Pasyuk, H. Lauter et P. Leiderer,  
*ILL-exp. Report* **6-01-174**, (1997).
- [53] P. Thibault,  
*Thèse*, Université J. Fourier, CRTBT-CNRS, (1994), non publiée.
- [54] T. Haard,  
<http://spindry.phys.nwu.edu/Aerogel.html>
- [55] G. Gervais, R. Nomura, T.M. Haard, Y. Lee, N. Mulders et W.P. Halperin,  
*J. Low Temp. Phys.* **122**, 1 (2001).
- [56] K.-U. Taubenreuther, R. Schuhmann, E. Nazaretski, L. Hristakos, H. Götz, G. Eska et J. Ruohio,  
*Physica B* **284-288**, 295 (2000).
- [57] P. Venkataramani et J.A. Sauls,  
*Physica B* **284-288**, 297 (2000).

- [58] H. Godfrin, G. Frossati, B. Hébral et D. Thoulouze,  
*Journal de Physique, Colloque C7* **41**, C7-275 (1980).
- [59] D. T. Sprague T. M. Haard, J.B. Kycia, M.R. Rand, Y. Lee, P.J. Hamot et W. P. Halperin,  
*J. Low Temp. Phys.* **101** 185 (1995).
- [60] J. Wilks,  
*Liquid and solid helium*, Clarendon Press, Oxford (1967).
- [61] H.S. Carslaw et J.C. Jaeger,  
*Conduction of Heat in Solids*, Oxford University Press (1959).
- [62] M. Kollar et D. Vollhardt,  
*Phys Rev. B* **61**, 15347 (2000)  
Voir également : [www.physik.uni-augsburg.de/theo3/helium3/](http://www.physik.uni-augsburg.de/theo3/helium3/)
- [63] A. L. Thomson, H. Meyer et E.D Adams,  
*Phys. Rev.* **128** 509 (1962).
- [64] B. T. Beal et J. Hatton,  
*Phys. Rev.* **139** A1751 (1965).
- [65] H. H. Hensley, Y. Lee, P. Hamot, T. Mizusaki et W.P. Halperin,  
*J. Low Temp. Phys.* **90**, 149 (1992).
- [66] P. J. Nacher, I. Shinkoda, P. Schleger et W. N. Hardy,  
*J. Low Temp. Phys.* **84**, 159 (1991) + erratum *J. Low Temp. Phys.* **90**, 333 (1993).
- [67] A. G. Mikhailchuk, K. S. White, H. M. Bozler et C. M. Gould,  
*J. Low Temp. Phys.* **121**, 309 (2000).