

THESE

présentée par

Michel BRAVIN

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

**ETUDE EXPERIMENTALE
DE LA SUSCEPTIBILITE NUCLEAIRE
DE L'HELIUM 3 LIQUIDE DEGENERE,
DE 20 A 200 TESLA.**

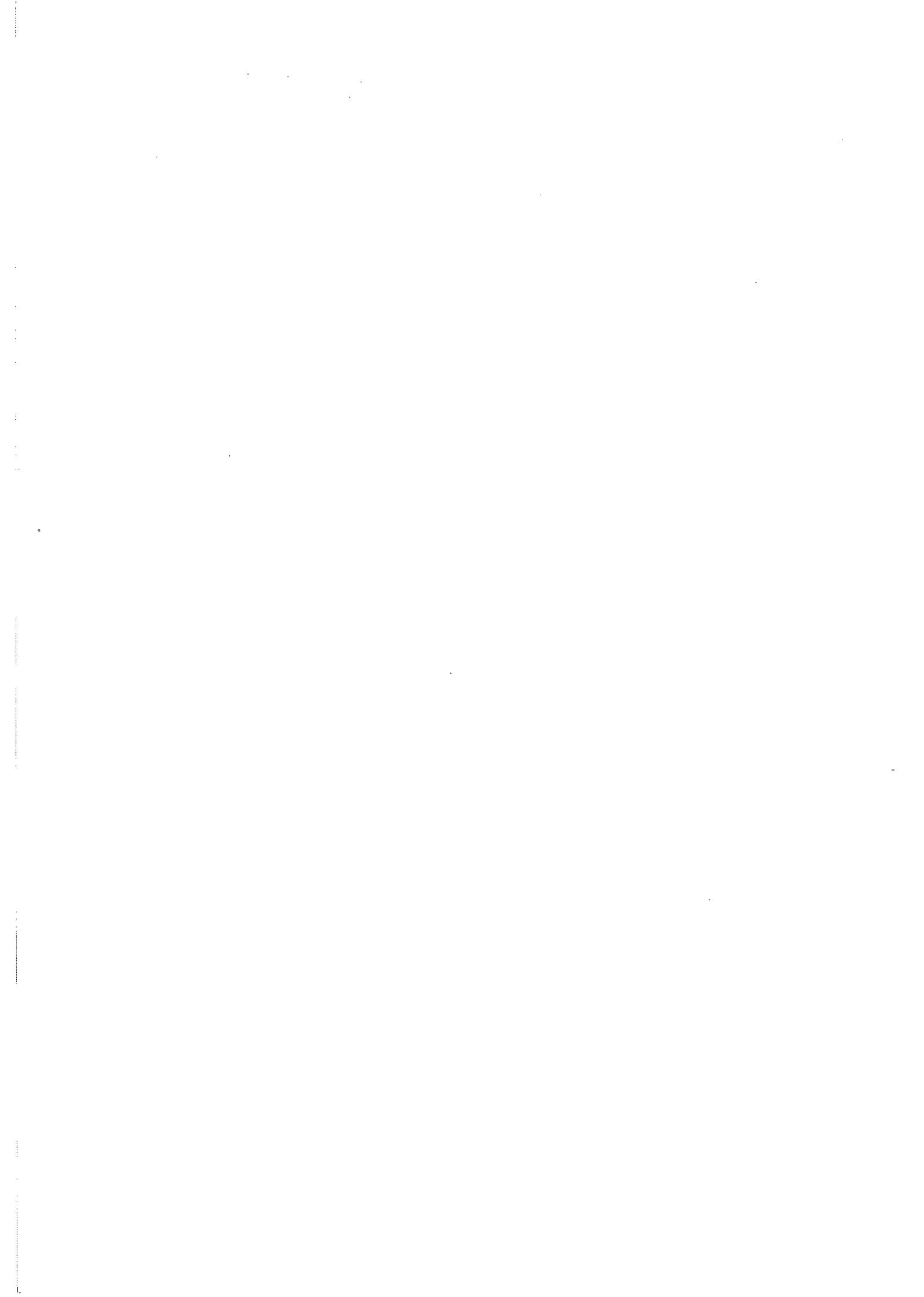
DATE DE SOUTENANCE : 13 octobre 1993

COMPOSITION DU JURY : P. NOZIERES (Président)
P.E. WOLF
L. PUECH
J. FLOUQUET
A. SCHUHL
S.A.J. WIEGERS (Invité)

THESE PREPAREE AU CENTRE DE RECHERCHES SUR LES TRES BASSES TEMPERATURES
- CENTRE NATIONAL DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE -
(Laboratoire associé à l'Université Joseph Fourier-Grenoble)



à mes parents



Remerciements

Je remercie M. Pierre Monceau, directeur du laboratoire, ainsi que M. Fernand Merchez, responsable du DEA *Méthodes Physiques Expérimentales*, pour leur accueil et leur soutien, ainsi que M. Robert Arvieu, responsable de l'Ecole de Physique - Magistère, à qui je dois d'avoir pu venir à Grenoble.

Je remercie M. le Professeur Philippe Nozières d'avoir accepté de présider le jury de thèse. Avec Bernard Castaing, il est à l'origine de l'idée sur laquelle est basée la plus grande partie de ce travail et sa présence nous semblait donc naturelle.

Je suis très reconnaissant à Pierre-Etienne Wolf, mon directeur de thèse, avec qui j'ai travaillé pendant ces trois années. Son soutien, sa constante disponibilité et sa grande capacité d'analyse ont permis d'aboutir aux résultats présentés dans ce mémoire. Je lui dois une compréhension accrue des méthodes de la physique expérimentale.

Messieurs Jacques Flouquet et Alain Schuhl, malgré leur emploi du temps chargé, ont accepté d'être les rapporteurs de cette thèse. Je les en remercie.

Laurent Puech, qui a initié l'expérience de fusion rapide décrite dans ce travail, m'a beaucoup apporté. C'est en m'inspirant de son imagination, de sa détermination et de son énorme confiance que j'ai réussi à surpasser les moments difficiles.

Je dois à Stef Wiegers, avec qui j'ai fait des expériences aux Pays-Bas, quelques-uns de mes meilleurs souvenirs. Sa passion pour la physique n'a d'égale que son habileté manuelle. Les deux étaient nécessaires.

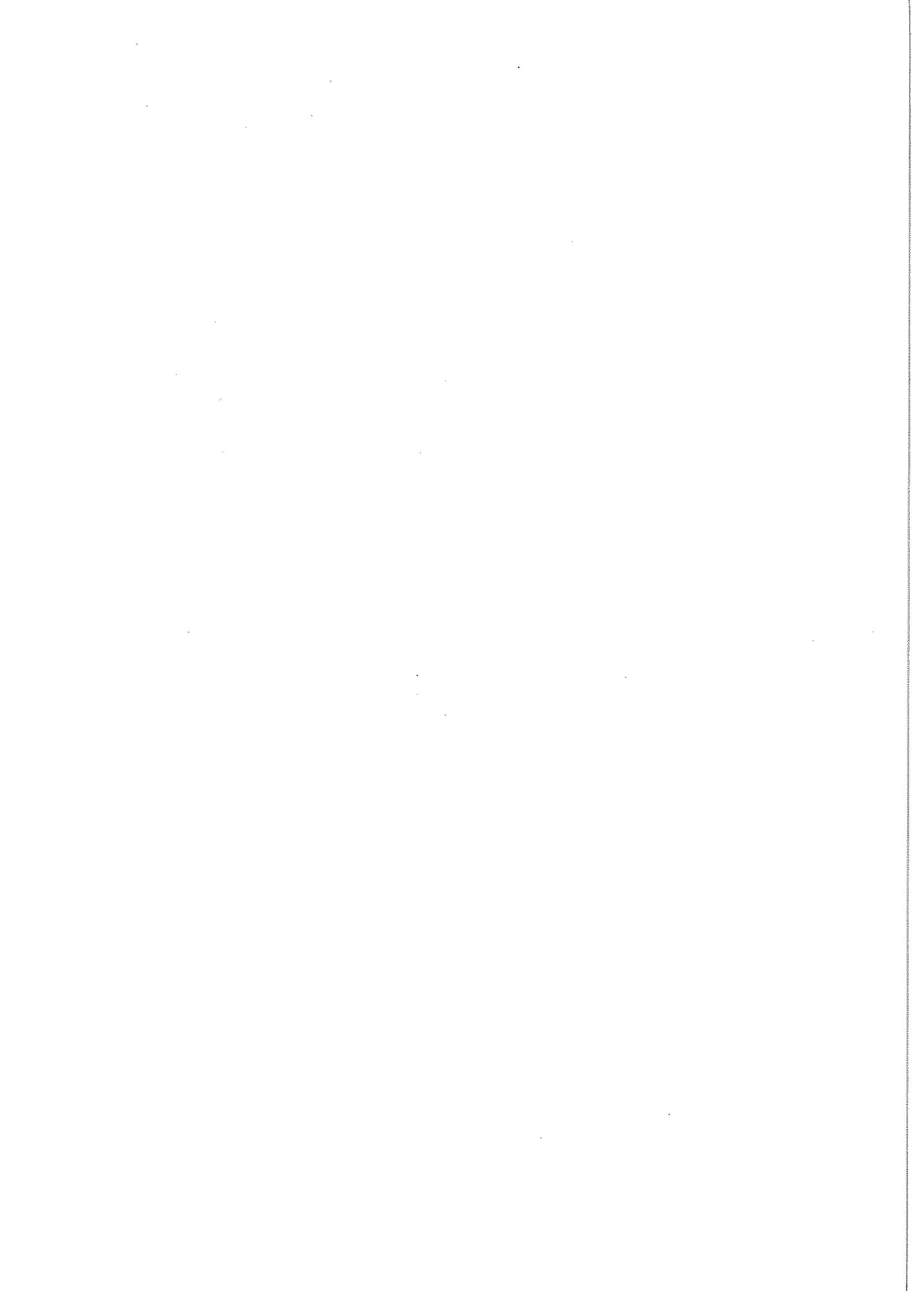
Je remercie Georges Remenyi, dont l'expérience des champs forts nous a été très utile. Il était en charge de l'aspect cryogénique des expériences réalisées au SNCI et son travail a contribué à l'observation des relaxations d'aimantation dans l'³He liquide dégénéré.

Je tiens à remercier les techniciens du laboratoire, auxquels j'ai beaucoup demandé. En particulier, je tiens à souligner la compétence et la disponibilité de Lucien Perli, auquel je dois toute ma reconnaissance.

Evidemment, je dois beaucoup aux chercheurs du laboratoire, en particulier ceux du "Hall" et du groupe "Fluides Quantiques", trop nombreux pour être cités dans leur totalité. Leur apport a été déterminant et c'est à leur contact que j'ai appris le métier.

De même, je tiens à mentionner les collègues et amis thésards, dont la présence a beaucoup contribué à une ambiance joyeuse et détendue au cours de ces années de travail. Je remercie tout particulièrement Niels Keller, Pierre Thibault, Rachida Omari et Anne Heiderich.

Enfin, je remercie Danièle Devillers, qui m'a aidé pour la finition du texte et dont la personnalité chaleureuse me manquera certainement lorsque j'aurai quitté le laboratoire.



PLAN

	<i>Pages</i>
Remerciements	
Introduction	11
1ère partie : FUSION RAPIDE	15
I - Principe et Conception de l'Expérience	17
A) Production du liquide polarisé	17
B) Thermodynamique de la relaxation.....	20
1. <i>Relation entre la chaleur libérée et l'aimantation relaxée</i>	21
2. <i>Commentaires</i>	23
C) Contraintes expérimentales.....	25
1. <i>Refroidissement rapide du liquide après fusion.</i>	26
2. <i>L'interrupteur thermique</i>	29
3. <i>Fabrication du solide</i>	32
4. <i>Fusion du solide</i>	33
III - Techniques de mesure	35
A) Effets thermiques	35
1. <i>Ordres de grandeur des effets thermiques après une fusion</i>	35
2. <i>Thermomètres</i>	38
3. <i>Electronique de mesure</i>	38
4. <i>Détermination de l'énergie : principe</i>	39
B) Effets magnétiques	41
1. <i>Principe du SQUID-rf</i>	41
2. <i>Détection</i>	44
3. <i>Problèmes liés au champ fort</i>	48
4. <i>Sensibilité du dispositif et ordres de grandeur</i>	53
5. <i>Calibration de la sortie du SQUID</i>	55
III - L'Expérience	57
A) Obtention d'une courbe d'aimantation	57
1. <i>Vue d'ensemble du dispositif</i>	57
2. <i>Déroulement d'une expérience de fusion rapide</i>	58
3. <i>Traitement des points de mesure</i>	65
4. <i>Les signaux bruts</i>	66
5. <i>Les corrections</i>	76
B) Résultats sur l ³ He	86
1. <i>Relation $m(B_T - B_A)$ à 26 bars</i>	86
2. <i>Comparaison aux théories</i>	93

IV - Tests expérimentaux	97
A) Tests thermiques.....	97
1. <i>Effet de la polarisation sur la chaleur spécifique du liquide</i>	97
2. <i>Fiabilité de la mesure d'une puissance thermique</i>	103
3. <i>Test de la procédure de correction thermique de l'Ag</i> ...	106
4. <i>Détermination de B_T-B_a dans l'^3He solide</i>	108
B) Etude du SQUID	113
1. <i>Introduction</i>	113
2. <i>Qualité de l'écrantage</i>	115
3. <i>Courant critique</i>	118
4. <i>Réponse du SQUID à un signal exponentiel</i>	119
5. <i>Effets d'écrantage</i>	123
6. <i>Dépendance en champ de la sensibilité du dispositif</i>	127
7. <i>Calibration du signal de l'^3He</i>	129
V - Fusion rapide : Conclusion	133
 2ème partie : POLARISATION PAR "FORCE BRUTE".....	135
I - Généralités	137
A) Motivations	137
B) Contraintes	138
C) Principe de mesure	139
D) Calcul de faisabilité	143
II - Réalisation pratique	145
A) Construction de la cellule	145
B) Cryogénie	147
III - Expériences	149
A) Introduction	149
B) Cellule vide	149
1. <i>Carte de champ de la bobine M9</i>	149
2. <i>Sensibilité du système en fonction du couple appliqué</i>	152
3. <i>Réponse à une rampe de champ</i>	153
C) Cellule pleine	158
1. <i>Conditions expérimentales</i>	158
2. <i>Relaxations d'aimantation observées</i>	159
3. <i>Temps de relaxation</i>	163
4. <i>Résultats sur la susceptibilité</i>	169
IV - Polarisation par "force brute" : Conclusion	175
 Appendices	179
Publications	193
Références	235

Introduction

L' ^3He liquide est l'exemple physique le plus simple d'un ensemble de fermions en interaction. Il constitue un système modèle dans le cadre du "problème quantique à N corps". En effet, contrairement au liquide d'électrons dans un métal, il n'y a pas de réseau d'ions sous-jacent et les interactions entre particules sont à courte portée (de type "cœur dur").

En champ nul et à très basse température ($T < 200$ mK), les propriétés thermodynamiques de ce système sont qualitativement les mêmes que celles du gaz parfait dégénéré. Par exemple, la susceptibilité magnétique nucléaire sature à basse température selon une loi de Pauli. Quantitativement, du fait des interactions, ces propriétés doivent être renormalisées (LANDAU, 1957) [L1]. La valeur réelle de la susceptibilité est ainsi jusqu'à 25 fois plus élevée que celle prédite pour un gaz parfait de même densité que le liquide. Les mesures les plus exhaustives de la susceptibilité dans la limite champ nul ont été réalisées par RAMM *et al.* [R1] en 1970, par RMN sous 0.4 Tesla, en fonction du volume molaire et de la température (cf appendice A).

Correcte dans ses prédictions, la théorie de Landau n'en reste pas moins une théorie phénoménologique puisqu'elle fait intervenir un ensemble de coefficients devant être déterminés par l'expérience.

Il existe à l'heure actuelle plusieurs descriptions de l' ^3He , dont aucune ne s'est imposée pour l'instant. Citons en particulier la théorie des paramagnons (BEAL-MONOD & DANIEL, 1983) [B1] qui introduit les fluctuations de spins, et une théorie de l' ^3He sur réseau (VOLLHARDT, 1984) [V1] qui considère le système comme proche d'une transition de localisation. Chacune de ces théories rend compte d'un aspect de la réalité. Ainsi, le modèle des paramagnons rend compte de la première correction en température (en T^2) au régime de Pauli pour la susceptibilité. Le modèle de Vollhardt, lui, décrit bien les propriétés élastiques du liquide.

L'application d'un champ magnétique, en polarisant les spins nucléaires, renforce le rôle du principe de Pauli puisque le nombre d'atomes indiscernables s'en trouve augmenté. Il s'avère que l'extension des théories précédentes à champ fini conduit pour chacune d'elles à des prédictions

qualitativement distinctes sur la susceptibilité du liquide polarisé, de même qu'une extension de la théorie de Landau tenant compte des spins, construite à partir d'hypothèses spécifiques sur les coefficients phénoménologiques (BEDELL, 1985) [B2], [B3].

Du point de vue expérimental, l'analyse de mesures de pression de fusion effectuées au CRTBT (BONFAIT et al., 1986) [B4] suggéraient l'existence d'un pic de susceptibilité vers 20% de polarisation ("métamagnétisme"), comportement qualitativement en accord avec les prédictions du modèle de Vollhardt. Cependant, l'interprétation des résultats était rendue délicate par la présence d' ^3He solide dans les expériences.

L'étude expérimentale de l'aimantation nucléaire du liquide devait donc permettre de discriminer directement ces théories.

C'est dans ce cadre que s'inscrit cette thèse, dont le thème est la mesure de la susceptibilité sous champ de ^3He liquide, en statique et en dynamique.

En pratique, ce projet est rendu difficile par la nature même du système étudié. En effet, de par son caractère quantique, ^3He liquide est peu polarisable car l'énergie magnétique reste faible devant l'énergie de Fermi, même dans les champs statiques les plus intenses disponibles à l'heure actuelle (30 Tesla). Typiquement, on obtient seulement 4% de polarisation dans une bobine supraconductrice 12 Tesla.

Deux approches différentes ont été exploitées dans ce travail pour produire le liquide polarisé. Il s'agit des méthodes dites de "fusion rapide" (CASTAING & NOZIERES, 1978) [C1] et de "force brute". Chacune de ces méthodes utilise des techniques de mesure spécifiques.

La méthode de Castaing-Nozières consiste à produire le liquide polarisé par fusion du solide, lui-même polarisé en champ fort et à très basse température (dans nos expériences, le solide est refroidi sous 11 Tesla à une température de 5 mK). La polarisation du liquide ainsi obtenu, initialement égale à celle du solide, relaxe vers sa valeur d'équilibre en un temps T_1 macroscopique (~ 70 s dans notre cas). La relaxation de polarisation

s'accompagne d'une relaxation d'énergie du système. Les mesures simultanées de l'aimantation et de la chaleur dégagée par les spins permettent de déterminer la relation $m(B)$ entre le champ et la polarisation d'équilibre correspondante, ceci jusqu'à des champs bien supérieurs au champ réel appliqué.

La première partie de cette thèse est entièrement consacrée à cette méthode et aux résultats qu'elle a permis d'obtenir jusqu'à présent :

Le chapitre I donne les principes fondamentaux de l'expérience. et décrit le dispositif expérimental, en particulier la cellule de mesure.

Le chapitre II introduit les phénomènes, donne les ordres de grandeur et discute les méthodes de mesure, en particulier le SQUID haut champ utilisé pour les mesures d'aimantation.

Le chapitre III décrit les résultats nouveaux obtenus sur l' ^3He liquide.

Le chapitre IV présente les expériences systématiques ayant permis d'asseoir ces résultats sur des bases solides.

La méthode de "force brute", complémentaire de la précédente, consiste à polariser l' ^3He liquide sous fort champ statique (idéalement jusqu'à 30 Tesla) et à mesurer directement la variation d'aimantation résultant d'une variation du champ appliqué. Ce projet a nécessité la mise en œuvre d'une cellule de mesure originale. Les mesures ont été effectuées au Service National des Champs Intenses de Grenoble ainsi qu'au High Field Magnet Laboratory de l'Université de Nijmegen (Pays-Bas), en collaboration avec S.A.J. WIEGERS.

Dans la deuxième partie, je développe le travail effectué sur cette méthode, programme auquel j'ai participé depuis le début :

Le chapitre I discute le principe de l'expérience et sa faisabilité.

Le chapitre II donne des détails sur la construction du système de mesure.

Le chapitre III est consacré aux résultats préliminaires obtenus avec ce nouveau dispositif.



1ère Partie :

FUSION RAPIDE

I. Principe et Conception de l'Expérience

A). PRODUCTION DU LIQUIDE POLARISE

Le principe de base consiste à obtenir du liquide fortement polarisé par fusion du solide, lui-même polarisé sous champ fort (11 T) et à très basse température (5 mK).

Cette idée repose sur les deux faits suivants :

- l' ^3He solide, paramagnétique nucléaire jusqu'aux très basses températures (2 mK), est beaucoup plus facile à aimanter que le liquide pour une température et un champ donnés.

Exemple : pour $T=5$ mK et $B=11\text{T}$,

$$m_{\text{solide}} \sim 80 \%$$

$$m_{\text{liquide}} \sim 4.5 \% \quad (26 \text{ bars})$$

- si la fusion du solide est "suffisamment rapide", la polarisation initiale du liquide obtenu est la même que celle du solide.

La caractéristique principale du liquide ainsi polarisé est d'être hors équilibre. L'aimantation va donc relaxer en un temps caractéristique T_1 vers une valeur définie par la température du liquide après fusion et le champ externe appliqué (qui a servi à polariser le solide).

T_1 , par définition, mesure le temps d'établissement de l'équilibre magnétique. En pratique, dans cette expérience, T_1 représente aussi la durée de vie du liquide polarisé, vue la faible polarisation d'équilibre par rapport à la polarisation initiale.

Par ailleurs, le processus de fusion libère de la chaleur, ne serait-ce que parce qu'en-dessous de 320 mK, l'entropie du solide est plus grande que celle du liquide, bien que l'écart soit réduit sous champ. D'autre part, il existe des effets dissipatifs lors de la fusion, liés à la viscosité du liquide.

Si on ne prenait aucune précaution, on estime que le liquide expérimental se retrouverait à une température de l'ordre de 300 mK après la fusion, au delà du régime dégénéré. Il n'était donc pas évident au départ qu'il soit possible d'obtenir du liquide dégénéré, i.e. froid ($T < 150$ mK), par cette méthode de fusion rapide.

Dans ce but, il faut minimiser les effets de chauffage et refroidir le liquide en un temps court devant T_1 . Ce dernier point est rendu possible en travaillant avec de ^3He dans du fritté d'argent, permettant de coupler thermiquement l'échantillon expérimental à un **ballast thermique** de grande chaleur spécifique. Ce faisant, il est possible, en partant d'un solide à 5 mK, d'arriver à une température homogène du liquide (70 mK juste après la fusion), température à laquelle se feront les mesures.

En fait, tout le bien-fondé de l'expérience repose la valeur du T_1 de ^3He liquide dans du fritté d'argent : le T_1 doit être suffisamment long :

- a) de sorte à ce qu'il soit très supérieur au temps de fusion,
- b) pour permettre de refroidir le liquide obtenu,
- c) pour permettre des mesures sur le liquide polarisé.

Or, dans ^3He , l'aimantation peut relaxer de deux manières :

- dans le liquide massif lui-même, via l'interaction spin-spin entre les atomes d' ^3He , avec un taux de relaxation intrinsèque $1/T_{1\text{bulk}}$ dépendant de la température. La théorie des liquides de Fermi prévoit $T_{1\text{bulk}} \propto 1/T^2$ dans la limite $T \rightarrow 0\text{K}$, en accord avec l'expérience. Cependant, dans la gamme $50 \text{ mK} < T < 300 \text{ mK}$, les mesures [W1] indiquent plutôt une dépendance en $1/T$, ce dont un calcul dû à Vollhardt et Wölfle rend compte [V2]. $T_{1\text{bulk}}$ augmente donc lorsque la température diminue, et vaut environ 1000 s à 100 mK .

- sur des surfaces en contact avec le liquide, résultant en un taux de relaxation extrinsèque $1/T_{1\text{extr}}$ dépendant de la température, du champ appliqué et de la nature de la surface. Bien que le nombre d'atomes d' ^3He en surface soit petit en général par rapport à celui dans le liquide, la relaxation de surface peut sous certaines conditions influencer le taux effectivement observé, ceci par l'intermédiaire du

phénomène de diffusion de spins qui s'établit entre la surface et le liquide en présence d'un gradient d'aimantation. Il en résulte un courant de spins contrôlé par la constante de diffusion de spin D_s , dépendant de la température et de la pression. Ceci est le cas dans notre expérience de fusion rapide puisque la poudre d'argent frittée est un milieu très divisé avec des pores de taille ~ 200 nm, conduisant à des surfaces spécifiques de l'ordre de $6 \text{ m}^2/\text{cm}^3$. Dans des cavités aussi petites, la diffusion des spins est pratiquement instantanée. Le taux de relaxation effectif est alors dominé à basse température par le taux de surface qui varie en $1/T$.

Il n'était pas évident au départ que le T_1 de surface soit suffisamment long pour permettre ces expériences de fusion rapide, d'autant plus que le fritté est un milieu trop mal défini pour permettre une prédiction fiable par le calcul. Un important travail préliminaire était donc nécessaire pour étudier cette question expérimentalement [P1]. Les résultats ont montré qu'il est possible d'obtenir un T_1 de l'ordre de **120 s** dans du fritté d'argent, moyennant une couverture d' ^4He solide sur les parois. Cet ordre de grandeur s'est avéré particulièrement adapté à notre expérience : il est suffisamment long dans le sens discuté précédemment; de plus nous verrons qu'il est suffisamment court pour permettre de discriminer aisément le signal de ^3He des réponses parasites dues à la cellule expérimentale elle-même.

Les questions qui se posent sont alors les suivantes :

- quelles sont les mesures donnant accès au comportement magnétique du liquide polarisé obtenu dans ces conditions ?
- quelles sont les contraintes expérimentales et comment y circonvenir ?

Ces questions sont traitées successivement dans les deux chapitres qui suivent.

B). THERMODYNAMIQUE DE LA RELAXATION

Après la fusion, la relaxation irréversible des spins d' ^3He vers l'équilibre thermodynamique s'accompagne d'une relaxation d'énergie, que l'on peut déterminer en principe par une mesure calorimétrique (élévation de température de la cellule expérimentale au cours du temps, la cellule étant isolée thermiquement au préalable). L'autre quantité mesurable est la décroissance de l'aimantation du liquide en fonction du temps, caractérisant la relaxation. En pratique, cette variation d'aimantation peut, comme nous le verrons, être mesurée à l'aide d'un magnétomètre à SQUID, par la variation de flux, résultant de la relaxation, à travers une bobine de détection appropriée.

Il est remarquable que la relation entre l'énergie libérée et l'aimantation du liquide soit fixée à tout instant par la thermodynamique, bien que la relaxation soit une transformation hors-équilibre. Ceci résulte de ce que le temps de relaxation T_1 est long en pratique devant toutes les constantes de temps microscopiques du système.

Le résultat du calcul, développé ci-dessous, montre que l'énergie libérée et la polarisation sont reliées à tout instant par la valeur instantanée du champ effectif qu'il faudrait appliquer au liquide pour obtenir la dite polarisation à l'équilibre. De ce fait, il est possible de déterminer ce champ à chaque instant par la mesure simultanée de l'énergie et de la polarisation, et d'en déduire ainsi la relation aimantation-champ (par élimination du temps en quelque sorte). Ceci constitue le fondement physique de nos expériences de fusion rapide. L'intérêt de cette méthode réside dans la forte polarisation initiale du liquide, qui implique un champ effectif élevé (~ 200 Tesla), en fait bien plus grand que n'importe quel champ statique réel qu'il est possible de réaliser en laboratoire à l'heure actuelle (~ 30 Tesla maximum).

1) Relation entre la chaleur libérée et la relaxation d'aimantation

Notre système est constitué d'un échantillon d' ^3He liquide polarisé, à pression et volume constants (on néglige la dilatation thermique et la magnétostriction), couplé à un ballast thermique. Le champ appliqué B_a est constant. Dans ce qui suit, U, S et M sont respectivement l'énergie interne, l'entropie et l'aimantation totales du système, supposé isolé (le ballast étant supposé non magnétique, M s'identifie à M_3 , aimantation totale de l' ^3He).

M est relié à la polarisation m par : $M = n.R(\mu_3/k) m$

(n : nombre de moles, $R=8.31 \text{ J/K.mol}$, $\mu_3/k=0.78 \text{ mK/Tesla}$).

Si on définit B_{eff} comme étant le champ en équilibre avec l'aimantation, on a :

$$(1) \quad (\partial U / \partial M)_S = B_{\text{eff}}$$

Le champ appliqué B_a étant constant, on définit le potentiel suivant :

$$(2) \quad \Gamma = U - MB_a$$

Pour une transformation quasi-statique, on a alors :

$$(3) \quad d\Gamma = 0$$

$$(4) \quad TdS + (B_{\text{eff}} - B_a)dM = 0$$

A l'équilibre, l'entropie S est extrémale, donc :

$$(5) \quad \partial S / \partial M = - (B_{\text{eff}} - B_a) = 0$$

$$(6) \quad B_{\text{eff}} = B_a \quad (\text{ce qui fixe } m(B_a) \text{ de façon implicite)}$$

Après une fusion rapide, l'aimantation M est hors-équilibre et va relaxer spontanément pendant le temps T_1 . Si T_1 est grand devant les constantes de temps microscopiques d'équilibrage thermique et magnétique, on peut considérer que M relaxe de façon quasi-statique et l'équation (4) ci-dessus est encore vérifiée. Cependant, la transformation étant irréversible, on a cette fois $dS > 0$, soit :

$$(7) \quad TdS = - (B_{\text{eff}} - B_a) dM > 0$$

Soit, pour $dM < 0$:

$$(8) \quad B_{\text{eff}} > B_a$$

TdS n'est pas nul, bien qu'aucune chaleur ne soit échangée avec l'extérieur. On peut identifier le 2ème membre dans (6) comme l'énergie relaxée par les spins d' ^3He lors du retour à l'équilibre de l'aimantation:

$$(9) \quad dQ_{\text{relax}} = - (B_{\text{eff}} - B_a) dM$$

$$(10) \quad dQ_{\text{relax}} / dt = - (B_{\text{eff}} - B_a) dM / dt$$

On conçoit donc que la mesure simultanée de $Q_{\text{relax}}(t)$ et $M(t)$ permette en principe de déduire $B_{\text{eff}}(t)$ et par suite la relation $M = M(B_{\text{eff}})$, avec B_{eff} supérieur au champ appliqué.

En explicitant TdS dans (7), on arrive à :

$$(11) \quad C_m dT + T (\partial S / \partial M)_T dM = - (B_{\text{eff}} - B_a) dM$$

On voit qu'une partie de la chaleur relaxée sert à chauffer le système tandis que l'autre est absorbée par la dépendance en M de l'entropie. Par ailleurs, on a la relation de Maxwell suivante :

$$(12) \quad (\partial S / \partial M)_T = - (\partial B_{\text{eff}} / \partial T)_M$$

D'où, en réarrangeant les termes dans (11) et en tenant compte de l'évolution temporelle :

$$(14) \quad \begin{aligned} C_m dT/dt &= - (B_{\text{eff}} - T (\partial B_{\text{eff}} / \partial T)_M - B_a) dM/dt \\ &= - (B_T - B_a) dM/dt \quad \text{avec} \quad B_T = B_{\text{eff}} - T (\partial B_{\text{eff}} / \partial T)_M \end{aligned}$$

La mesure simultanée de dT/dt et de dM/dt donne donc accès à la quantité $B_T - B_a$.

2) Commentaires

a) Signification de C_m

La chaleur dégagée pendant la relaxation chauffe l' ^3He ainsi que la cellule (ballast). Ainsi, C_m représente la chaleur spécifique du système total (ballast + ^3He de polarisation m) :

$$C_m = C_{\text{ballast}} + C_3(m)$$

C_m est évaluée par une mesure indépendante, avec la cellule remplie d' ^3He non polarisé. Ceci revient donc à négliger la dépendance en m de C_3 :

$$C_m = C_0 = C_{\text{cell.}} + C_3(0)$$

Nous verrons expérimentalement que cette approximation est justifiée.

b) Correction entropique

Du fait de la dépendance en m de l'entropie de l' ^3He , le champ B_T déterminé expérimentalement par dQ/dm n'est pas égal à température finie au vrai champ effectif B_{eff} correspondant à m :

$$\begin{aligned} B_T(m,T) &= B_{\text{eff}}(m,T) + T (\partial S_{\text{mol}}/\partial M_{\text{mol}})_T(m,T) \\ &\approx B_{\text{eff}}(m,T) + (\mu_3/k)^{-1} (d\gamma/dm) T^2 \quad \text{à la limite } T \rightarrow 0 : \end{aligned}$$

$$(\gamma[\text{K}^{-1}] \text{ est défini par } C_{\text{mol}}/R = \gamma T \text{ pour } T \rightarrow 0)$$

La correction est d'ordre T^2 , donc faible a priori à basse température. Elle n'est cependant pas calculable pour m fini car la relation $\gamma(m)$ n'est pas connue. On peut par contre calculer la pente m/B_T attendue dans la limite $m \rightarrow 0$, où $M_{\text{mol}} = \chi_{\text{mol}}(T) B_{\text{eff}}$, ceci grâce aux mesures de Ramm et al. de la susceptibilité en champ faible en fonction de la température, et de la relation de Maxwell $(\partial M_{\text{mol}}/\partial T)_{B_{\text{eff}}} = (\partial S_{\text{mol}}/\partial B_{\text{eff}})_T$. En effet, on peut montrer que :

$$B_T(m \rightarrow 0, T \rightarrow 0) = B_{\text{eff}}(m, 0) [1 + 1/2 T^2 (d/dT) \{ \chi_{\text{mol}}^{-1} (d\chi_{\text{mol}}/dT) \} (m, 0)]$$

$$\text{or : } \chi_{\text{mol}} = \chi_{\text{mol}}^0 (1 - \alpha T^2) \quad \text{pour } m \rightarrow 0 \quad (\alpha > 0)$$

$$\text{d'où, au 1er ordre en } \alpha T^2 : \quad B_T(m, T) = B_{\text{eff}}(m, 0) (1 - \alpha T^2)$$

par suite :

$$\begin{aligned} m/B_T(m \rightarrow 0, T \rightarrow 0) &= (R \mu_3/k)^{-1} \chi_{\text{mol}}^0 / (1 - \alpha T^2) \\ &= (R \mu_3/k)^{-1} \chi_{\text{mol}}(T) / (1 - \alpha T^2)^2 \end{aligned}$$

Comme $\alpha > 0$ et T est fini, la pente m/B_T du régime bas champ, déterminée expérimentalement, sera plus grande que la susceptibilité réelle χ_{mol} du liquide.

c) Signaux parasites

Du fait de l'échauffement de la cellule en cours de fusion, la température à laquelle débute la relaxation est plus élevée que la température initiale. Ceci est à l'origine de signaux parasites. En particulier, les spins d'argent de la cellule relaxent aussi vers l'équilibre, en absorbant de la chaleur. Il est nécessaire de tenir compte de ces corrections pour déterminer le signal de l' ^3He seul. Ce point sera développé en détail dans le chapitre III.

C). CONTRAINTES EXPERIMENTALES

Notre méthode de mesure de la relation aimantation-champ nécessite de résoudre un certain nombre de problèmes expérimentaux contraignants :

- (i) Fabriquer du solide dans la cellule et le refroidir sous champ pour le polariser.
- (ii) Découpler thermiquement la cellule de la source froide avant la fusion, puisque la mesure de la chaleur libérée par la relaxation doit se faire dans des conditions adiabatiques.
- (iii) Fondre le solide en un temps court devant le temps de relaxation magnétique T_1 , pour ne pas perdre de polarisation.
- (iv) Refroidir le liquide en un temps court devant T_1 , pour travailler sur du liquide polarisé et froid.

Ces contraintes vont dominer la conception de la cellule expérimentale. Schématiquement, le point (iv) impose de recourir à un ballast thermique, capable de limiter l'élévation de température induite par la fusion. Un bon échange thermique entre ^3He polarisé et ce ballast implique alors que ^3He soit contenu dans un fritté d'argent (qui offre une grande surface d'échange). Le ballast lui-même est constitué par de ^3He liquide (non polarisé). Il fait également partie intégrante de l'interrupteur thermique, qui réalise le point (ii). Nous verrons que le fait de travailler dans un fritté permet de résoudre facilement le point (i), sans que l'impédance d'écoulement de ^3He dans ce fritté n'allonge de façon prohibitive la durée du processus de fusion (point (iii)).

Reprenons ces points plus en détail :

1) Refroidissement rapide du liquide après fusion

La contrainte d'un refroidissement rapide impose l'utilisation d'un ballast thermique en excellent contact avec l' ^3He expérimental et de beaucoup plus grande chaleur spécifique que ce dernier. La chaleur spécifique volumique de l' ^3He liquide étant très élevée, comparée par exemple aux métaux, ceci impose, en pratique, d'utiliser de l' ^3He liquide (non polarisé) également pour le ballast, en quantité 10 fois plus importante que l' ^3He expérimental. Le liquide du ballast, lui-même contenu dans du fritté, est relié thermiquement au liquide expérimental par le corps de la cellule en argent massif. Par contre, il n'y a aucun contact direct entre les deux ^3He , et donc aucune "dilution" de la polarisation par le ballast, contrairement aux expériences de Kranenburg *et al.* [K1].

Cette discussion permet de comprendre la structure de la cellule dont le schéma général est donné **fig. I-1**. La cellule est constituée de deux cylindres de diamètres différents, d'un seul tenant, usinés dans un barreau d'argent de haute pureté (4N). La partie étroite (ϕ 10 mm) contient l' ^3He expérimental et la partie épaisse (ϕ 28 mm) l' ^3He constituant le ballast thermique. L' ^3He est contenu dans des trous forés dans les deux parties : 50 trous pour l' ^3He du ballast et 4 trous pour l' ^3He expérimental, de longueur ~ 20 mm. De la poudre d'argent est frittée dans tous ces trous pour avoir une surface d'échange élevée ($\sim 5 \text{ m}^2/\text{cm}^3$). La poudre d'argent est privilégiée par rapport à la poudre de cuivre à cause du moment nucléaire plus faible, diminuant d'autant les signaux parasites (magnétique et thermique) de la cellule lors des expériences.

Les trous contenant l' ^3He expérimental sont reliés deux à deux, formant deux compartiments indépendants. Cette structure implique deux capillaires de remplissage distincts. On peut ainsi fabriquer et fondre du solide dans l'un ou l'autre de ces compartiments. Si les deux côtés fonctionnent bien (pas de fuite, pas de capillaire bouché), il est possible de les utiliser en même temps, les capillaires de remplissage pouvant être connectés à l'extérieur. La température obtenue après fusion est alors plus élevée, mais on gagne en signal. Les expériences exposées dans cette thèse ont été réalisées dans cette dernière configuration.

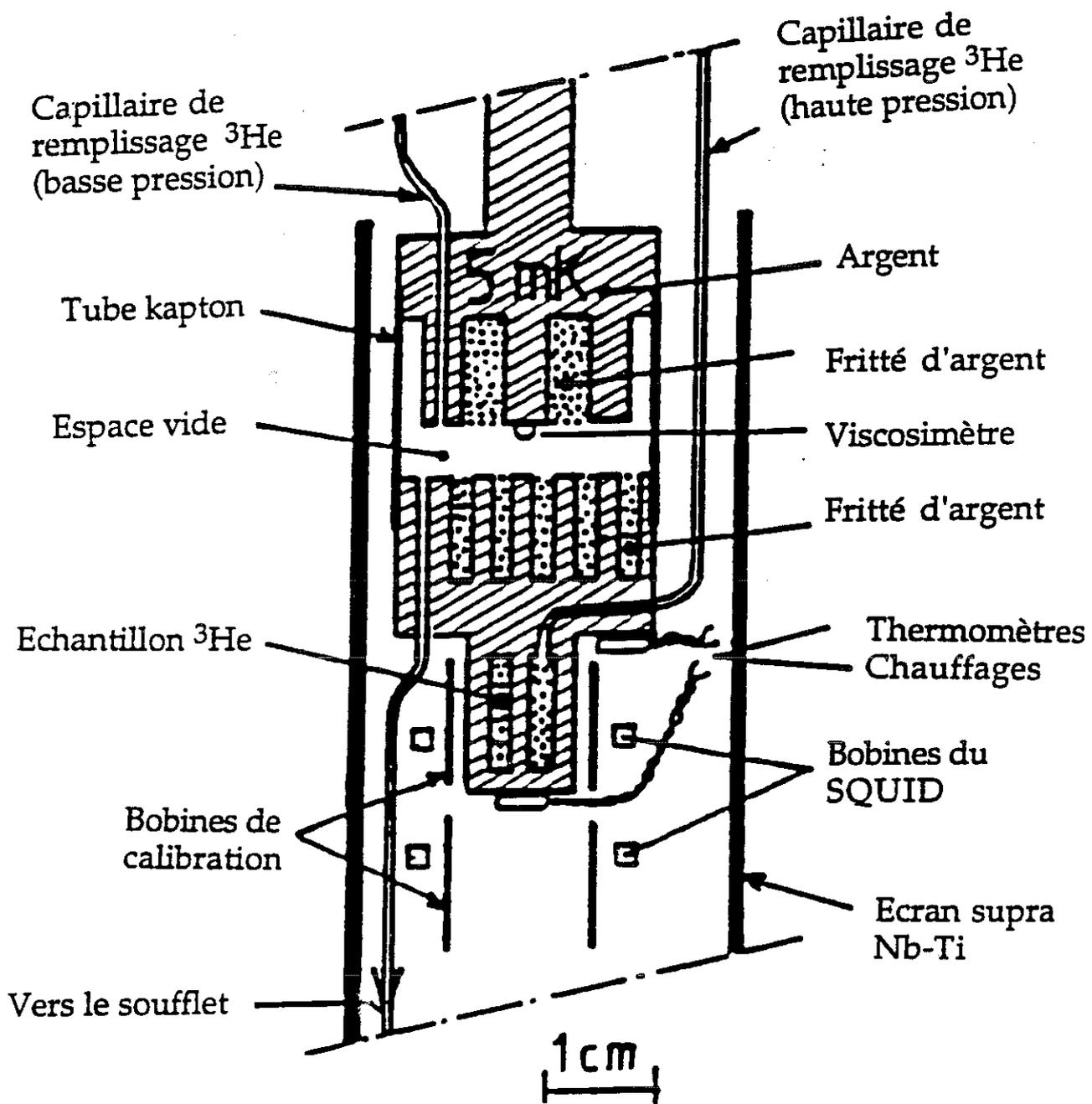


Figure I-1 : La cellule expérimentale

L'échange thermique entre ^3He expérimental et le ballast implique une succession de résistances thermiques en série. La conductivité thermique du fritté étant typiquement cinq fois plus élevée que celle de ^3He liquide à la température d'intérêt (~ 100 mK), mais bien plus faible que celle de l'argent massif, cette succession est la suivante :

- résistance de Kapitza entre ^3He expérimental et la poudre d'argent frittée,
- résistance thermique du fritté entre le centre et le bord des trous de la partie basse,
- résistance thermique de l'argent massif entre le bas et le haut de la cellule,
- résistance thermique du fritté entre le bord et le centre des trous de la partie haute,
- résistance de Kapitza entre la poudre d'argent frittée et ^3He du ballast.

Pour minimiser le temps d'équilibrage thermique de la cellule, nous avons donc pris les précautions suivantes :

- Les pièces d'argent massif ont été recuites à 900 °C pendant 24 heures entre le tournage et l'opération de frittage des trous, afin de maximiser leur conductivité thermique. Ce traitement a conduit à un RRR (rapport de résistivité résiduelle) supérieur à 2000 (soit une conductivité $2000T$ W/Km, d'après la loi de Wiedemann-Frantz).
- Les frittés ont été réalisés à partir de poudre d'argent japonaise (diamètre moyen des grains : 70 nm), avec un taux de compactage de 45%, qui assure un compromis entre une "bonne" conductivité thermique ($0.4T$ W/Km, soit un peu inférieure à celle du laiton) et une grande surface d'échange.
- une attention particulière a été apportée à l'opération de frittage, pour assurer un bon contact mécanique, et donc thermique, entre le fritté et l'argent massif. Dans le cas d'un trou cylindrique unique, ce contact peut être mauvais si la cellule se dilate un peu pendant l'opération de compression de la poudre d'argent, pouvant entraîner un décollement

ultérieur d'avec la paroi lors du frittage. Dans notre cas, ce risque est réduit par les doigts froids d'argent massif séparant les trous frittés. De plus, la poudre a été compactée par étapes dans chaque trou, en quatre tranches d'épaisseur 5 mm (en assurant toujours un taux de compactage de 45% par tranche au moyen de 4 pistons de longueur calibrée). Ceci diminue les contraintes sur la cellule et augmente l'homogénéité du fritté et son adhérence à l'argent.

- enfin, comme nous le discutons dans l'**appendice B**, le nombre et les dimensions (diamètre, espacement, longueur) des trous ont été optimisés pour assurer en même temps un volume d³He suffisant et un échange thermique maximal entre les différentes parties de la cellule.

Grâce à ces précautions, le temps de relaxation caractéristique des gradients thermiques est de l'ordre de 1 s à 70 mK. Ceci permet d'une part de refroidir rapidement le liquide polarisé chaud, d'autre part d'assurer l'homogénéité de la température au cours de la relaxation, condition essentielle pour déduire la chaleur libérée de la mesure d'un thermomètre collé sur la cellule.

2) L'interrupteur thermique

La mesure devant être adiabatique, il faut pouvoir découpler le solide de la boîte à mélange du réfrigérateur avant la fusion. Ceci est réalisé par un interrupteur thermique. Habituellement, on utilise un supraconducteur de type I dans ce rôle, jouant sur le fait que la conductivité thermique varie de plusieurs ordres de grandeurs entre l'état normal et l'état supra. Ici, cette technique est rendue impossible par la présence du fort champ magnétique (11 Tesla) servant à polariser le solide. Cette difficulté a imposé de développer un interrupteur original [W2] (fig. I-2).

Celui-ci est réalisé en connectant la partie haute de la cellule (c'est-à-dire le ballast) à un échangeur fritté par un fin cylindre de plastique (kapton encollé) très peu conducteur de la chaleur (épaisseur 0.3 mm). Les trous du ballast débouchent dans l'espace ainsi délimité. Comme le ballast, la partie supérieure de l'interrupteur est en argent massif. L'échangeur proprement

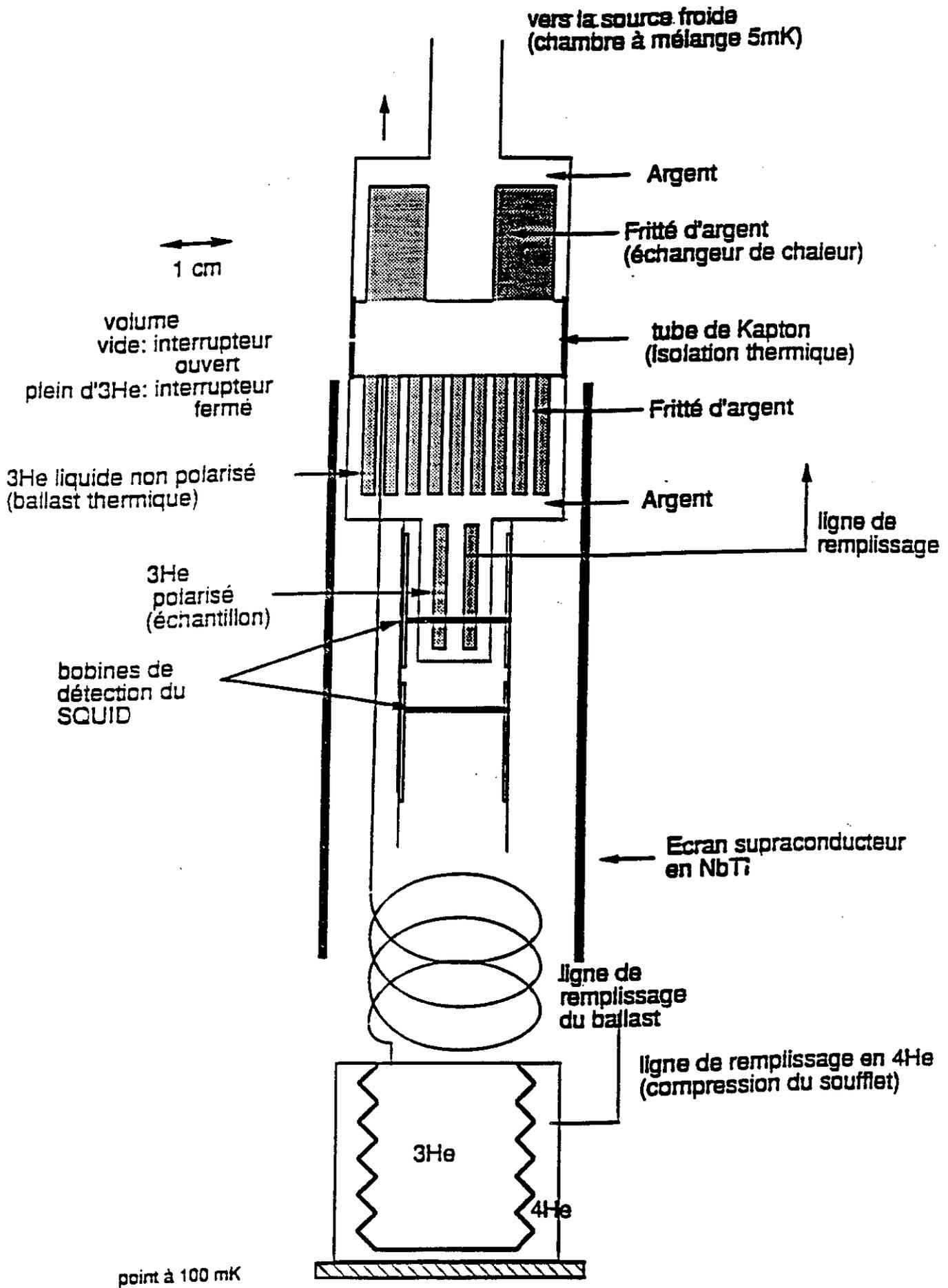


Figure I-2 : L'interrupteur thermique

dit est formé en frittant une couronne de poudre d'argent dans ce cylindre, qui, elle aussi, débouche à l'intérieur du cylindre de Kapton. Le contact thermique entre les deux frittés est établi en remplissant l'espace intérieur par de l' ^3He liquide, injecté par l'intermédiaire d'un soufflet thermalisé à 70 mK et actionné par de l' ^4He comprimé depuis l'extérieur. Un bon contact thermique avec la boîte à mélange est assuré par l'intermédiaire d'un barreau d'argent vissé dans la partie supérieure de l'interrupteur et rejoignant un barreau analogue en cuivre sortant de la boîte à mélange.

On isole la cellule en décomprimant le soufflet, ce qui vide l'interrupteur. Le capillaire de remplissage affleurant la surface supérieure du ballast, ce dernier reste automatiquement rempli dans l'état ouvert de l'interrupteur. La fuite thermique, due au kapton, est essentiellement en T^3 (T étant la température de la partie basse, la partie haute étant à ~ 5 mK), et vaut 20 nW pour $T \sim 100$ mK, ce qui est complètement négligeable par rapport à la chaleur libérée par la relaxation de l' ^3He polarisé (de 1 à 100 μW , typiquement). Notons toutefois qu'au-delà de 150 mK environ, la pression de vapeur saturante de l' ^3He liquide du ballast devient suffisamment élevée pour que la conduction par la vapeur domine celle par le kapton. L'interrupteur perd alors de son efficacité : à 200 mK, la fuite thermique est ainsi plus de 2 μW .

Le soufflet permettant d'injecter l' ^3He liquide est situé sous la cellule. Le soufflet est comprimé avec de l' ^4He liquide, injecté sous forme de gaz depuis l'ambiante par un circuit spécifique. L'évolution est contrôlée par un manomètre. Au delà d'une certaine pression, l' ^3He arrive au niveau des trous du ballast, remplit la séparation, et établit le contact thermique. La présence du liquide peut être détectée en mesurant la fréquence de résonance d'un viscosimètre à fil vibrant débouchant dans la séparation à travers la partie haute de la cellule. Ce viscosimètre sert également à déterminer la température de la cellule (via la viscosité du liquide) avant ouverture de l'interrupteur.

La fermeture de l'interrupteur peut se faire en quelques dizaines de secondes. L'ouverture se fera plus lentement en général (plusieurs minutes) pour éviter le réchauffement de la cellule par dissipation visqueuse due à l'écoulement du liquide froid (donc très visqueux). La conduction thermique entre le soufflet à 70 mK et la cellule initialement à 5 mK est rendue négligeable (de l'ordre du nW) par une longueur suffisante (~ 1 m) du capillaire d'injection (CuNi de 1.5 x 2 mm), enroulé en spirale.

3) Fabrication du solide

La diffusivité thermique de l'³He solide devient très mauvaise à basse température, et est de surcroît diminuée sous champ :

- la conductivité thermique mesurée entre 30 et 300 mK (Armstrong et al., 1978) est donnée par:

$$\kappa_{3\text{solide}} (24.4 \text{ cm}^3/\text{mol}) = 13 T^3 \text{ W/K.cm} \quad (T \text{ en Kelvin})$$

- la chaleur spécifique dans cette gamme de températures est :

$$C_{3\text{solide}} (24.4 \text{ cm}^3/\text{mol}) = (7.4 + 2.1 B^2) 10^{-7}/T^2 \quad \text{J/K.cm}^3$$

- la diffusivité thermique à 11 Tesla en résultant :

$$D_{\text{th}} = \kappa_3/C_3 = 5 \cdot 10^5 T^5 \text{ cm}^2/\text{s}$$

- le temps de diffusion caractéristique ($\tau = l^2/D_{\text{th}}$), sur $l = 1 \text{ cm}$:

$$\text{à } 10 \text{ mK} \quad : \tau_{\text{th}} = 2 \cdot 10^4 \text{ s soit } 5\text{h}1/2$$

$$\text{à } 5 \text{ mK} \quad : \tau_{\text{th}} = 6.4 \cdot 10^5 \text{ s soit plus de } 7 \text{ jours}$$

Par ailleurs, la constante de diffusion de spin est également faible à ces températures : $D_s = 1.5 \cdot 10^{-7} \text{ cm}^2/\text{s}$ (Deville et al., 1979), d'où un délai encore plus long pour polariser le solide massif :

$$\text{sur } 1 \text{ cm} \quad : \tau_s \sim 80 \text{ jours !}$$

Heureusement, nous formons le solide dans un fritté d'argent ! Dans le fritté, le solide est fractionné (taille d'un pore : $\sim 200 \text{ nm}$) et la surface d'échange considérablement augmentée ($\sim 5 \text{ m}^2/\text{cm}^3$). Les constantes de temps thermique et magnétique sont alors négligeables : sur une distance de 200 nm , on obtient $\tau_{\text{th}} = 0.3 \text{ ms}$ à 5 mK et $\tau_s = 3 \text{ ms}$. Par ce biais, le solide peut être refroidi jusqu'à 5 mK durant une nuit, cette durée correspondant au temps d'établissement de la température minimale dans la boîte à mélange.

La fabrication même du solide doit se faire à "haute" température. En effet, il n'est pas possible de comprimer de l'extérieur le liquide de la cellule jusqu'à la pression de solidification à basse température ($\sim 34 \text{ bars}$). A 29 bars , minimum de la courbe de fusion de l'³He, du solide se formerait et bloquerait le capillaire de remplissage au point où ce dernier est à la température de ce minimum (320 mK). Nous devons donc utiliser la

méthode du "capillaire bloqué", consistant à remplir la cellule avec du liquide, juste à la pression de solidification, à "haute" température ($P = 45$ bars, $T = 1.2$ K). Ces conditions initiales de pression et température de remplissage sont telles que le volume molaire du liquide soit égal à celui du solide à 5 mK sur la courbe de fusion. L'ensemble est ensuite refroidi par le réfrigérateur à dilution, ce qui bloque le capillaire de remplissage. Le nombre de moles dans la cellule reste constant lors du refroidissement ultérieur. A 5 mK, on obtient ainsi du solide juste au-dessus de la courbe de fusion. Ceci minimise la dissipation d'énergie élastique accompagnant la fusion, liée à la décompression du solide de la pression initiale à la pression de fusion.

4) Fusion du solide

Le solide est fondu par décompression rapide, en ouvrant une électrovanne entre le capillaire de remplissage et un volume d' ^3He gazeux à l'ambiante, de pression inférieure à celle du solide. Le processus de fusion, qui dure environ 2 s après ouverture de l'électrovanne, a des conséquences importantes du point de vue thermique:

- chauffage par frottement visqueux :

Pour débloquer le capillaire, la pression initiale du volume mort doit être inférieure à 29 bars. Il en résulte que le liquide est au plus à 29 bars. La détente irréversible du liquide de 34 bars (pression à l'interface solide-liquide si on néglige les effets de température finie et de polarisation) à 29 bars, s'accompagne d'un échauffement dû à la viscosité. Si on ne prenait aucune précaution, l'essentiel de la chaleur libérée passerait dans la cellule, l'impédance d'écoulement des frittés d'argent étant bien supérieure à celle des capillaires de remplissage. Cet effet n'est pas du tout négligeable : un ordre de grandeur est donné par $(P_S - P_L)(v_L - v_S) = (5 \text{ bars})(1.9 \text{ cm}^3/\text{mol})$, soit 10 mJ pour nos 10 millimoles de solide. Pour diminuer cet effet, le gradient de pression, entre l'interface et le liquide à 29 bars des capillaires de remplissage, est réparti grâce à deux impédances (une par capillaire), situées sur les capillaires et thermalisées en aval de la cellule sur la boîte à mélange. Une partie de la chaleur dissipée passe alors dans les

impédances et n'échauffe pas la cellule. En pratique, ces impédances sont des bouchons de fritté d'argent (assurant un bon échange thermique), compactés dans des pièces d'argent massif vissées sur le barreau métallique reliant la cellule à la boîte à mélange. L'impédance de ces frittés est environ 4 fois celle des compartiments expérimentaux, ce qui réduit considérablement l'effet de chauffage dissipatif. L'impédance totale reste toutefois assez faible pour permettre de fondre tout le solide en quelques secondes, comme nous le verrons.

- présence de liquide "chaud" dans les capillaires après la fusion :

Le liquide étant moins dense que le solide, la fusion s'accompagne d'une augmentation de volume, et les capillaires arrivant sur la cellule sont remplis de liquide chaud à la fin de la fusion. Ce liquide, non refroidi par le ballast, est plus chaud que celui de la cellule, et constitue une source de chaleur parasite dont il faut absolument tenir compte pour déduire l'échauffement dû à la relaxation de ^3He expérimental seul. Cette contribution parasite peut être minimisée lors de la construction en réduisant le diamètre intérieur des capillaires. En pratique, nous utilisons des capillaires en argent (peu magnétique comparé à du CuNi), de 0.15 mm de diamètre intérieur, formés par étirement d'un cylindre d'argent creux.

Il est important de noter que la pression du liquide après fusion dépend de la différence de pression imposée avant fusion entre le solide et le volume de gaz. Ceci permet une étude future des courbes $m(B)$ en fonction de la pression. (Pour les expériences présentées dans cette thèse, la pression du liquide polarisé a été fixée à 26 bars).

II. Techniques de mesures

A). EFFETS THERMIQUES

Un des problèmes dans notre expérience de fusion rapide est de mesurer la puissance thermique engendrée par la relaxation des spins d' ^3He après la fusion. Pour cela, nous mesurons la variation de température de la cellule au cours du temps. Nous verrons cependant que ce problème est rendu compliqué par l'existence de plusieurs signaux thermiques parasites. Ainsi, l'échauffement provoqué par la fusion elle-même (5- \rightarrow 70 mK) introduit un signal parasite principal dû à la relaxation des spins d'argent vers leur nouvel équilibre. Cette relaxation est caractérisée par une constante de temps τ inversement proportionnelle à la température (loi de Korringa).

La cellule peut être dans 3 états différents selon que le volume expérimental est vide, rempli d' ^3He liquide ou d' ^3He solide. Pour estimer les effets thermiques pouvant nous intéresser dans le cadre de ce travail, la chaleur spécifique de la cellule a été calculée dans chacune de ces configurations (appendice C). Ceci permet en particulier d'estimer les effets thermiques attendus pour une expérience de fusion. Le calcul est présenté en entrée de ce chapitre. Les techniques de mesure permettant l'étude expérimentale du comportement thermique de la cellule sont ensuite décrites. Finalement, nous verrons comment déterminer la puissance thermique libérée à partir de la température mesurée.

1) Ordres de grandeur des effets thermiques après une fusion

conditions :	champ appliqué :	$B_a = 11 \text{ T}$
	polarisation initiale :	$m_i = 0.8$
	température initiale :	$T_i = 5 \text{ mK}$
	température finale après fusion:	$T_f = 70 \text{ mK}$
	T1 du liquide :	$T_1 = 70 \text{ s}$
	quantité d' ^3He :	$V/v = 8.1 \cdot 10^{-3} \text{ mol}$
	volume d'argent :	$V_{\text{Ag}} = 17.5 \text{ cm}^3$

Chaleur dégagée par l'³He liquide:

$$dQ_3 = - (B_{\text{eff}} - B_a) dM$$

Approximation : on extrapole la loi bas champ (m proportionnel à B_{eff}) aux fortes polarisations :

$$dM = (V/v) R (\mu_3/k) dm \sim (V/v) \chi_{0\text{mol}} dB_{\text{eff}}$$

$$\text{on déduit : } Q_3 \sim (V/v) (\chi_{0\text{mol}}/2) (B_{\text{eff initial}} - B_a)^2$$

la susceptibilité molaire à 26 bars et 70 mK est :

$$\chi_{0\text{mol}} = 24.6 \cdot 10^{-6} \text{ Am}^2/\text{Tesla.mol}$$

$$m/B = 3.8 \cdot 10^{-3} \text{ Tesla}^{-1}$$

le champ initial est alors : $B_{\text{eff initial}} = 210 \text{ Tesla}$

et finalement : $Q_3 \sim 4 \text{ mJ}$

en supposant $T_1 = 70 \text{ s}$, la puissance thermique initiale est :

$$Q_3/(T_1/2) \sim 120 \mu\text{W}$$

(B_{eff} relaxe à la même vitesse que m , d'où le facteur 2)

Chaleur absorbée par l'argent :

$$Q_{\text{Ag}} = \Delta H_{\text{Ag}} = 2.9 \cdot 10^{-6} (1/T_i - 1/T_f) \quad \text{J}$$

soit : $Q_{\text{Ag}} \sim -0.54 \text{ mJ}$

la constante de Korringa est : $\tau \cdot T_f = 11 \text{ s.K}$,

donc le temps de relaxation de l'argent à 70 mK vaut : $\tau = 140 \text{ s}$

la puissance thermique initiale est alors: $Q_{\text{Ag}}/\tau \sim -4 \mu\text{W}$

Conclusions :

- avec les chiffres obtenus ci-dessus, la contribution de l'argent à la puissance thermique est environ 1/30^{ème} de celle de l'³He au début de la relaxation, puis augmente exponentiellement avec une constante de temps $(2/T_1 - 1/\tau)^{-1} \sim 50$ s . Les deux contributions deviennent égales en valeur absolue à $t \sim 160$ s , soit environ $2 T_1$ seulement. A cet instant, la polarisation de l'³He vaut encore ~ 0.1 . L'effet thermique de l'argent doit donc être soustrait de la mesure brute. Nous verrons au § B qu'il en est de même de son effet magnétique.

- la chaleur totale $Q = Q_3 + Q_{Ag} = 3.5$ mJ est libérée et chauffe la cellule. La température T_{ff} après relaxation est estimée par :

$$Q = \delta H_{cell.} = 1.04 (T_{ff}^2 - T_f^2)$$

$$\text{soit : } T_{ff} \sim 90 \text{ mK}$$

La température augmente de ~ 20 mK entre le début et la fin de la relaxation.

Cet effet est donc mesurable par des thermomètres au carbone, qui ont l'avantage d'être suffisamment sensibles dans cette gamme de température, et rapides (en comparaison avec un thermomètre à CMN par exemple).

Remarques :

- il faudra tenir compte de cette élévation de température lors de l'interprétation des mesures car nous avons vu que la quantité mesurée B_T dépend de la température :

$$B_T(m,T) = B_{eff}(m,0) + (1/2)(\mu/k)^{-1} (d\gamma/dm) T^2.$$

- l'élévation de température en cours de relaxation serait bien plus grande sans le ballast ($T_{ff} \sim 130$ mK !), d'où un intérêt supplémentaire de ce dernier.

2) Thermomètres

La cellule comporte 2 thermomètres réalisés à partir de résistances de carbone (Speer 100 Ω), de dimensions $\sim 2 \times 4$ mm et amincies à ~ 0.5 mm afin de diminuer leur chaleur spécifique et, partant, leur temps de réponse. Les contacts en cuivre ont été retirés et les fils de mesure collés à la laque à l'argent. Chaque plaquette est collée au Stycast blanc sur une mince feuille de kapton elle-même collée sur le corps de la cellule, ce qui assure l'isolation électrique. Ces thermomètres mesurent donc la température instantanée de l'argent de la cellule. Par ailleurs, la cellule comporte également 2 résistances de chauffage (jauges de contrainte en Pt-W) permettant d'injecter des impulsions de chaleur bien caractérisées (intensité, forme, durée) au moyen de 2 sources de courant programmables. Un couple thermomètre + chauffage (R4 et CHhaut) est situé sous la partie de la cellule de grand diamètre. l'autre couple (S7 et CHbas) est situé tout en bas de la cellule, sous le volume expérimental. Le thermomètre R4 est situé au point milieu entre les éléments R_K-C_3 du volume expérimental et du ballast. Cette position est privilégiée du fait qu'en théorie, la température finale de la cellule y est atteinte de façon instantanée après une impulsion de chaleur injectée uniformément dans la partie basse de la cellule. En d'autres termes, $dQ/dt = C dT/dt$ (R4), même si la température est non homogène dans la cellule, suite à une surchauffe due à la résistance de Kapitza ou à la résistance thermique des frittés. Par contre, dans les mêmes conditions d'excitation, le thermomètre S7 sera surchauffé.

3) Electronique de mesure

La résistance haute (R4) ayant une position privilégiée, nous nous sommes efforcés de la mesurer le plus précisément possible. Pour cela, nous utilisons un pont 4 fils Barras Provence. La fréquence de travail est de 380 Hz, ce qui permet une bonne résolution temporelle. Le courant d'injection est choisi tel que la résistance soit légèrement surchauffée à la température après fusion, de sorte à augmenter le rapport signal sur bruit. Dans le même but, la tension détectée aux bornes de la résistance est amplifiée d'un facteur 10 par un transformateur à 4.2 K. Le bruit obtenu est alors équivalent à $\sim 1 \mu\text{K}/\text{Hz}^{1/2}$. Dans ces conditions, la dynamique totale de mesure pour une référence fixée est de ± 4 mK. Pour suivre toute

l'élévation de température (~ 20 mK), il faut donc rééquilibrer le pont plusieurs fois au cours de la relaxation. Ceci est accompli au moyen d'un multiplieur programmable permettant un ajustement automatique de la référence. Le déséquilibre du pont ainsi que la référence sont mesurés et stockés dans un fichier après conversion A/N .

S7 est également mesuré en 4 fils par un siemensmètre numérique (Barras-Provence). La sortie numérique de cet appareil étant un peu lente, nous utilisons sa sortie analogique puis un convertisseur A/N. Le bruit est typiquement 5 fois plus élevé que sur R4.

4) Détermination de l'énergie : principe

Pour remonter à la puissance thermique libérée, à partir des résistances R , on pourrait penser calibrer la relation $R(T)$, déterminer dT/dt , et multiplier par la chaleur spécifique de la cellule, qui serait déterminée expérimentalement. En pratique, il est plus simple de calibrer directement $R(Q)$ Pour cela, pour un champ fixé, on effectue une série d'impulsions de chaleur ΔQ sur la cellule à partir d'une température donnée, et on mesure la variation de résistance des thermomètres. On reconstitue ainsi la courbe $Q(R)$ pour R4 et S7 (fig. II-1). A partir d'une mesure $R(t)$, on peut alors déduire l'énergie à une constante près en fonction du temps : $Q(t) = Q[R(t)]$, ainsi que la puissance thermique associée : $dQ/dt = dQ[R(t)]/dt$.

Il est à noter que cette procédure ne nécessite pas la détermination de la température absolue, toujours délicate sous champ. Par suite, les courbes $m(B)$ obtenues ne dépendent pas de la thermométrie.

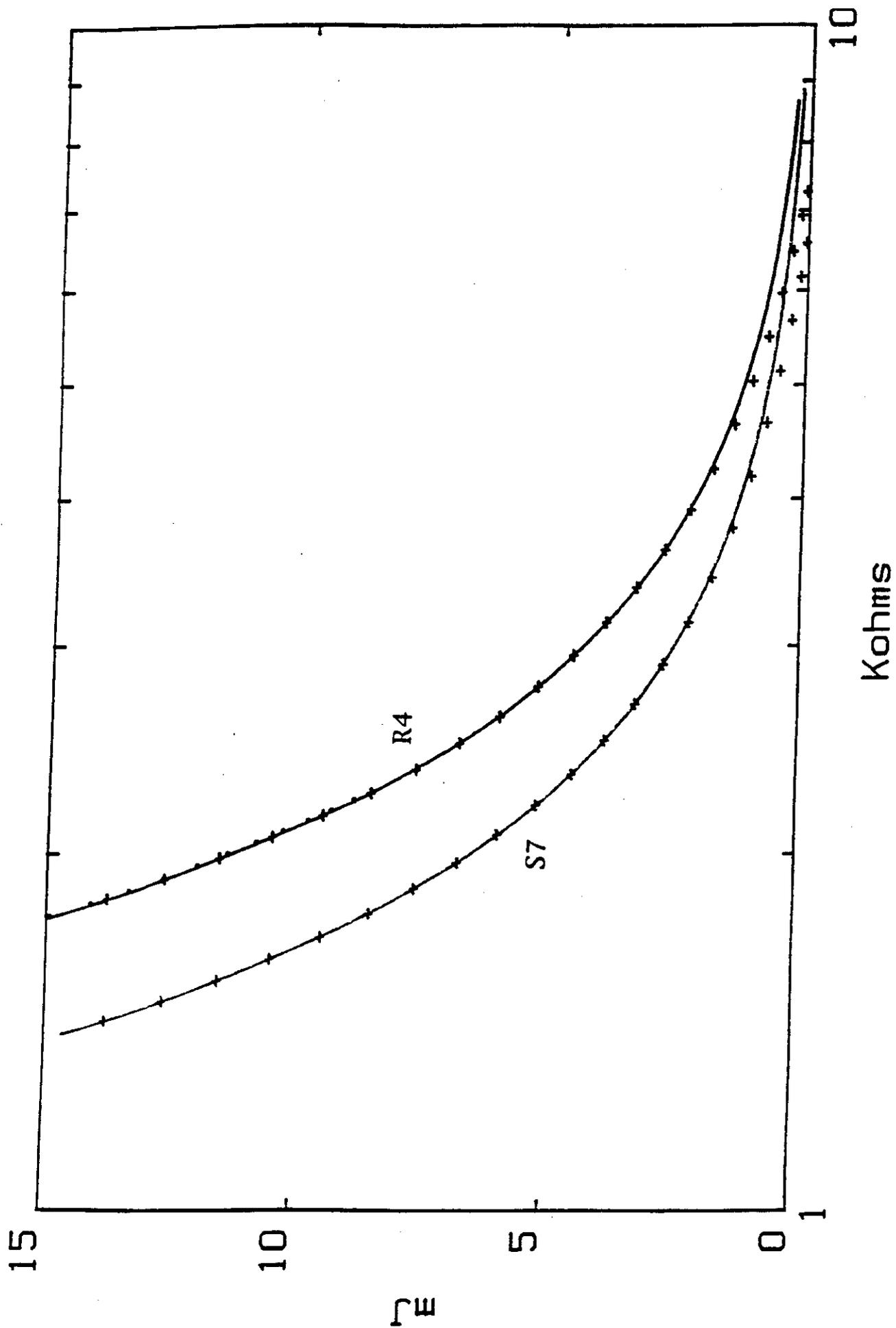


Figure II-1 : Calibration des variations d'énergie
(domaine utile : 2 -> 4 k Ω)

B). EFFETS MAGNETIQUES

Les variations d'aimantation en jeu sont, quant à elles, mesurées au moyen d'un magnétomètre à SQUID, dont le principe est rappelé dans ce qui suit. Ce système est bien adapté aux effets à mesurer (l'aimantation à saturation pour l' ^3He liquide dans les 4 trous vaut $M_{\text{sat}} \sim 130 \text{ A/m}$, sur une surface $S \sim 0.2 \text{ cm}^2$, d'où un flux caractéristique $\Phi_{\text{sat}} = \mu_0 M_{\text{sat}} S \sim 3 \text{ nWb}$).

Notons que la RMN ne conviendrait pas ici, l'épaisseur de peau dans l'argent massif à $T = 100 \text{ mK}$ et $\nu = 360 \text{ MHz}$ (fréquence de Larmor des spins d' ^3He à 11 Tesla) n'étant que de $1 \mu\text{m}$ environ. Il est donc impossible de sonder l' ^3He à travers la cellule par cette technique.

La valeur élevée du champ au niveau de l'échantillon (11 Tesla) pose cependant des problèmes spécifiques en ce qui concerne l'utilisation d'un SQUID. Ces problèmes sont introduits dans ce chapitre, conjointement à la description de notre montage et à la présentation des principes généraux qui régissent nos mesures de la relaxation d'aimantation de l' ^3He .

1) Principe du SQUID radiofréquence (SQUID-rf)

A l'équilibre, le flux magnétique à travers un anneau résistif est égal au flux extérieur appliqué. Par contre, un anneau supra de type I refroidi en champ nul en dessous de sa température critique interdit toute pénétration ultérieure de flux par circulation d'un courant d'écrantage permanent sur son bord extérieur. Si cet anneau comporte une jonction faible (film mince de matériau résistif ou pont supra de taille comparable à la longueur de cohérence), l'écrantage ne sera pas total et du flux pourra pénétrer. Dans cette géométrie, une telle jonction, dite jonction Josephson, possède les propriétés remarquables suivantes :

- elle peut se laisser traverser par un courant induit supra I_s jusqu'à une valeur critique I_c caractéristique de la jonction (typiquement, $I_c = 1$ à $100 \mu\text{A}$)

- le courant induit I_s est périodique en flux, de période $\Phi_0 = h/2e$ (Φ_0 : quantum de flux = $2.07 \cdot 10^{-15} \text{ Wb}$):

$$I_s = - I_c \sin(2\pi \Phi_{\text{int}}/\Phi_0)$$

Φ_{int} est le flux à travers l'anneau, différent du flux appliqué Φ_a , les deux étant reliés par :

$$\Phi_{\text{int}} = \Phi_a + LI_s \quad (L: \text{self -inductance de l'anneau})$$

Ceci conduit à la relation suivante, avec $\beta = 2\pi LI_c/\Phi_0$:

$$\Phi_a/\Phi_0 = \Phi_{\text{int}}/\Phi_0 + (\beta/2\pi) \sin(2\pi \Phi_{\text{int}}/\Phi_0)$$

Donc, plus I_c est grand, plus l'écrantage peut être important, sans toutefois pouvoir être total, puisque $\Phi_{\text{int}} = 0$ pour $\Phi_a \neq 0$ n'est pas solution de l'équation précédente.

La façon dont pénètre le flux dépend de la valeur de β . Le cas intéressant est $\beta > 1$ car il conduit à un comportement très particulier de Φ_{int} en fonction de Φ_a (fig. II-2). De façon schématique, ce comportement est le suivant:

1) la jonction se comporte comme une porte qui s'ouvre pour laisser entrer (sortir) du flux chaque fois que le flux extérieur augmente (diminue) de Φ_0 ,

2) ce phénomène présente une hystérésis, d'autant plus importante que β est grand.

En détectant ces sauts de flux, on obtient déjà un magnétomètre de très grande résolution, puisqu'à une variation de flux appliqué de Φ_0 sur un anneau de 1 mm^2 , correspond une variation de champ extérieur de 2 nT . Ceci peut se faire avec une bobine de détection couplée inductivement à l'anneau, suivie d'une électronique de comptage appropriée.

Le mode d'opération en SQUID-rf est cependant plus subtil et conduit à une résolution de l'ordre de $10^{-4} \Phi_0/\text{Hz}^{1/2}$ en champ faible. Le principe consiste à faire décrire des boucles d'hystérésis au système à l'aide d'un signal radiofréquence appliqué, au moyen d'un circuit $L_{\text{rf}}C_{\text{rf}}$ accordé ($\omega_{\text{rés}}/2\pi = 20 \text{ MHz}$) dont la self est couplée à l'anneau du SQUID (fig. II-3). A chaque cycle parcouru correspond une absorption d'énergie, détectable si le facteur de qualité Q_{Φ_0} correspondant est très inférieur au Q intrinsèque du

Figure II-2 :
Flux à travers
l'anneau du
SQUID,
en fonction du
flux appliqué

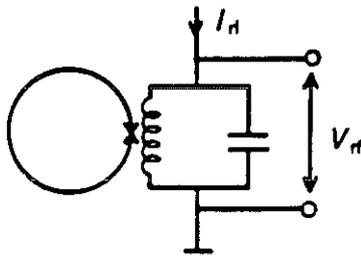
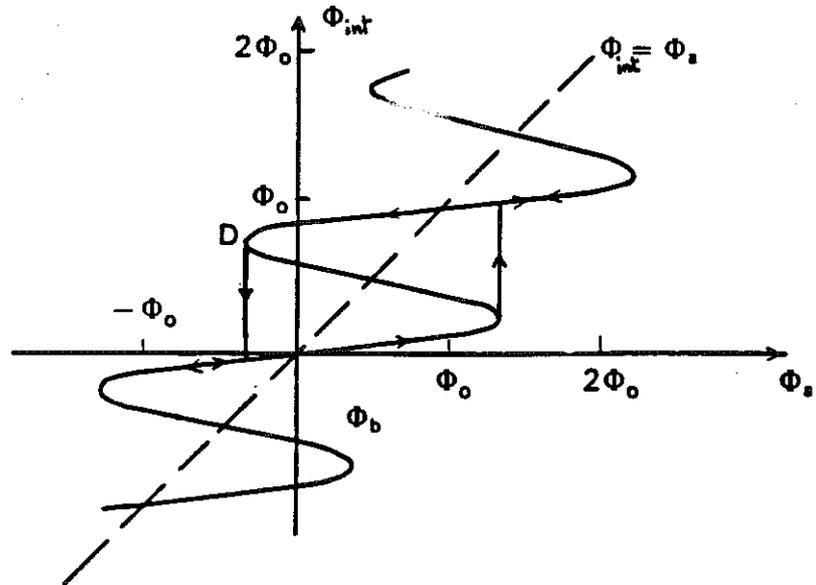


Figure II-3 :
Couplage SQUID-circuit résonant

Figure II-4 :
Modification de
la caractéristique
 $V_{rf}-I_{rf}$ par le flux
 Φ_{dc} appliqué

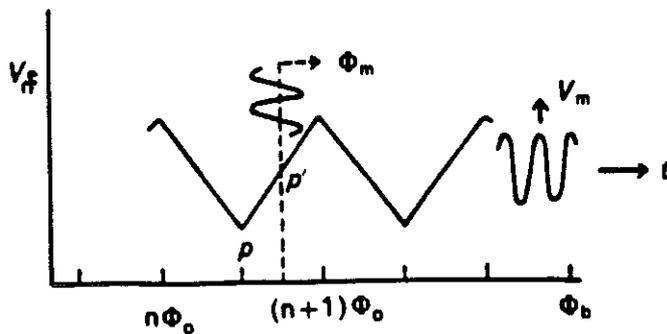
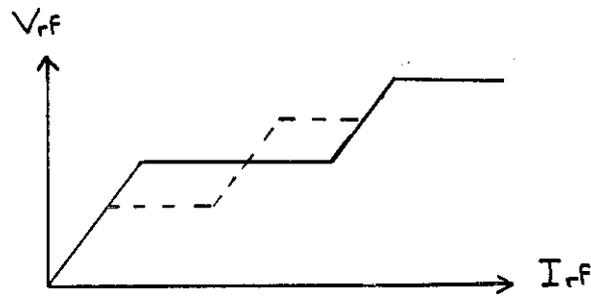


Figure II-5 :
Tension aux bornes
du circuit résonant
en fonction du flux
 Φ_{dc} appliqué

circuit accordé ($Q_{\text{int}} = L_{\text{rf}} \omega_{\text{rés}} / r$, r étant la résistance propre du circuit $L_{\text{rf}} C_{\text{rf}}$). En pratique, K^2 étant la coefficient de couplage ($K^2 = M^2 / L L_{\text{rf}}$), on a $Q_{\Phi_0} = \pi / \beta K^2$, de l'ordre de 10, ce qui impose $Q_{\text{int}} > 100$. La tension rms V_{rf} mesurée aux bornes du circuit accordé est proportionnelle au courant d'injection d'amplitude I_{rf} jusqu'à ce que I_{rf} soit suffisant pour exciter le cycle d'hystérésis. V_{rf} atteint alors un plateau dans la caractéristique $V_{\text{rf}} / I_{\text{rf}}$ (fig. II-4). La valeur du plateau, fixé par l'absorption d'énergie, dépend de la valeur du flux Φ_{dc} appliqué sur l'anneau, qui fixe la position initiale sur un cycle donné. Elle est périodique en Φ_0 avec Φ_{dc} . Ceci découle de la périodicité en Φ_0 de l'hystérésis, donc de Q_{Φ_0} . En se calant sur le plateau, on obtient une variation en triangle de V_{rf} en fonction de Φ_{dc} , de période Φ_0 , avec $dV_{\text{rf}} / d\Phi_{\text{dc}}$ de l'ordre de $10 \mu\text{V} / \Phi_0$ (fig. II-5). Pour en tirer parti, on règle alors le flux Φ_{dc} vu par le SQUID à une valeur constante, en injectant un courant de contre-réaction $I_{\text{rég}}$ se superposant à I_{rf} dans le circuit $L_{\text{rf}} C_{\text{rf}}$. Les variations de $I_{\text{rég}}$ reflètent alors celles du flux Φ_a à mesurer. En pratique, on utilise une méthode de détection synchrone pour réduire le bruit : on module l'amplitude de $I_{\text{rég}}$, et donc le flux Φ_{dc} vu par le SQUID, à une fréquence $\omega_{\text{mod}} / 2\pi = 50 \text{ kHz} \ll \omega_{\text{rés}} / 2\pi$. V_{mod} , la composante de V_{rf} en phase avec Φ_{dc} , détectée synchrone, filtrée puis intégrée, est utilisée comme signal d'erreur pour réguler Φ_{dc} à un multiple entier de Φ_0 , correspondant au fond d'un triangle sur la courbe de réponse $V_{\text{rf}} = V_{\text{rf}}(\Phi_{\text{dc}})$. Dans cette situation, on a en effet $V_{\text{mod}} = 0$. Cette régulation par détection de zéro permet d'obtenir une résolution limitée par le bruit du SQUID lui-même soit, avec une constante d'intégration de 1 s, quelques $10^{-4} \Phi_0$ pour un SQUID-rf ($2 \cdot 10^{-4} \Phi_0$ dans notre cas).

2) Détection

Le capteur

Nous utilisons un ensemble SQUID-rf commercial (S.H.E. company, modèle SPD) dont le capteur (anneau supra + jonction faible) a été fabriqué par une technique de dépôt. Le supraconducteur utilisé est le niobium ($T_c = 9.25 \text{ K}$ en champ nul). Le capteur est couplé au circuit $L_{\text{rf}} C_{\text{rf}}$ et au signal à mesurer par l'intermédiaire de deux spires d'inductances respectives L_{rf} et L_{signal} . L'ensemble est encapsulé de manière rigide dans un cylindre lui-même en niobium formant écran magnétique. Cet élément est situé dans le

cryostat au fond du bain d'hélium, suffisamment loin de la zone de champ pour que le champ magnétique résiduel soit complètement écranté ($\mu_0 H_c = 0.206 \text{ T}$ à 0 K).

Le transformateur de flux (fig. II-6)

La relaxation d'aimantation de l' ^3He expérimental est mesurée par la variation de flux engendrée à travers une bobine de détection $L_{\text{dét}}$ entourant l'échantillon. Cette bobine est connectée à L_{signal} par une paire torsadée traversant le calorimètre par un passage étanche. L'ensemble de ce circuit de détection étant supraconducteur, le flux total le traversant reste constant. Une variation de flux $\delta\Phi_{\text{dét}}$ à travers $L_{\text{dét}}$ crée donc un courant δi dans le circuit, tel que :

$$\delta\Phi_{\text{dét}} + (L_{\text{dét}} + L_{\text{signal}} + L_{\text{fils}}) \delta i = 0$$

L_{fils} étant la self-inductance des fils de liaison entre $L_{\text{dét}}$ et L_{signal} .

La mutuelle entre L_{signal} et L étant M , la variation de flux appliquée au SQUID est $\delta\Phi_a = M \delta i$, d'où:

$$\delta\Phi_a = - M / (L_{\text{dét}} + L_{\text{signal}} + L_{\text{fils}}) \delta\Phi_{\text{dét}}$$

Le circuit de détection se comporte donc comme un transformateur de flux, prélevant le signal à mesurer au niveau de l'échantillon et l'amenant au niveau du capteur. Comme $M/L_{\text{signal}} = 20 \text{ nH}/2\mu\text{H} = 1/100$ par construction, le signal au niveau du Squid est divisé par au moins un facteur 100 par rapport au flux induit. Dans notre cas, la division est d'un facteur 300 ($M = 20 \text{ nH}$, $L_{\text{dét}} = 3.5 \mu\text{H}$, $L_{\text{fils}} = 0.5 \mu\text{H}$, $L_{\text{signal}} = 2 \mu\text{H}$). Compte tenu de l'ordre de grandeur élevé du signal de l' ^3He , ceci n'est pas un problème.

Notre bobine de détection est constituée de 2 fois huit tours de fil supra bobinés en sens inverse et séparés d'un diamètre ($\phi = 13 \text{ mm}$), l'ensemble formant gradiomètre (fig. II-7). Ce dispositif permet une mesure d'aimantation différentielle, avec les avantages suivants :

- idéalement, on s'affranchit des fluctuations de flux dues aux fluctuations du champ extérieur ou, surtout, aux vibrations.

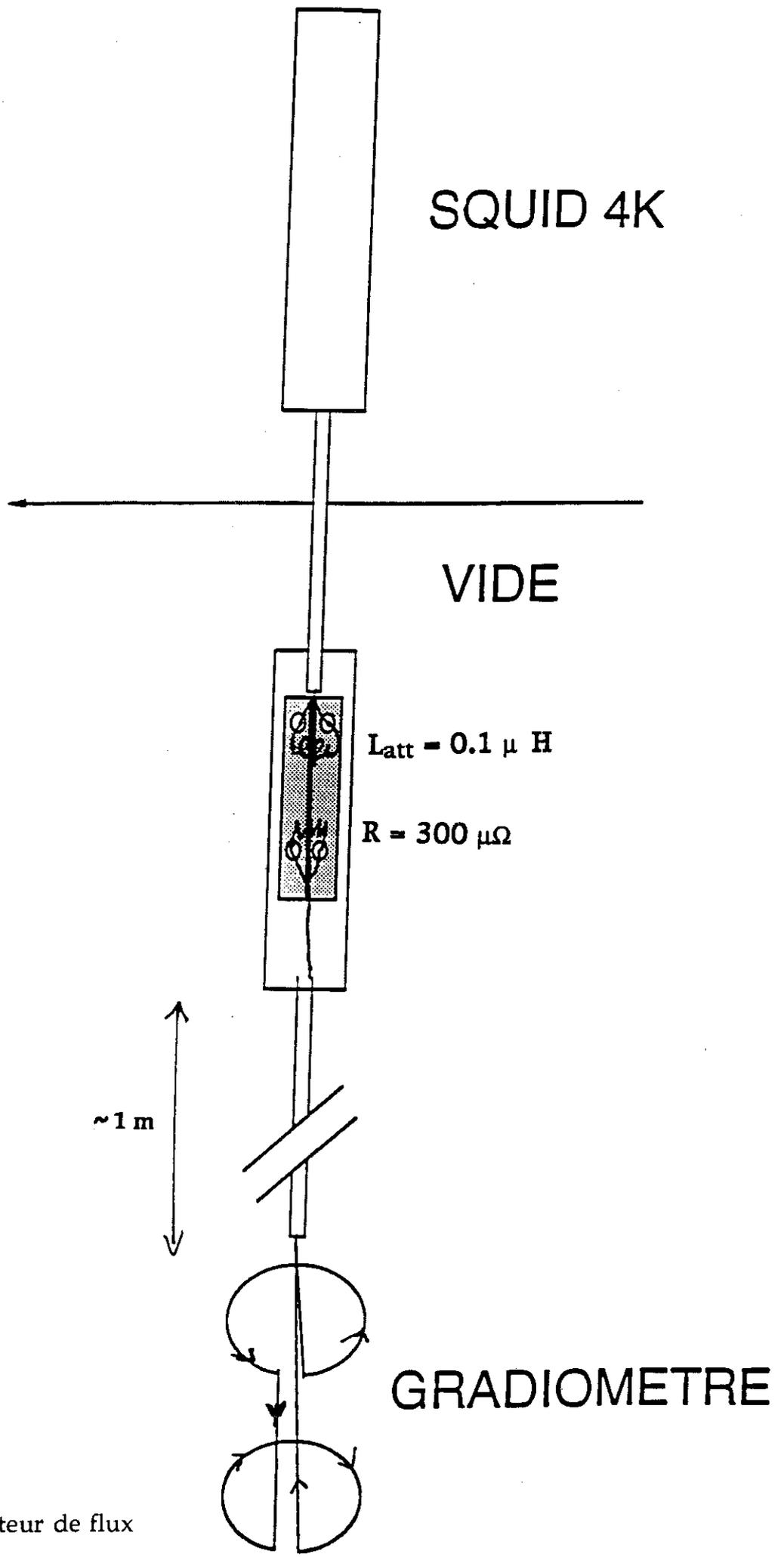


Figure II-6 :
Le transformateur de flux

- 1 : Ecran supra Nb-Ti cuivré
- 2 : Cellule
- 3 : Bobines du gradiomètre
- 4 : Support en kapton pour assemblage des bobines
- 5 : Interrupteur thermique
- 6 : Brides en cuivre
- 7 : Boîte à mélange
- 8 : Bobine de régulation (TOP)
- 9 : Bobine de calibration (BOTTOM)

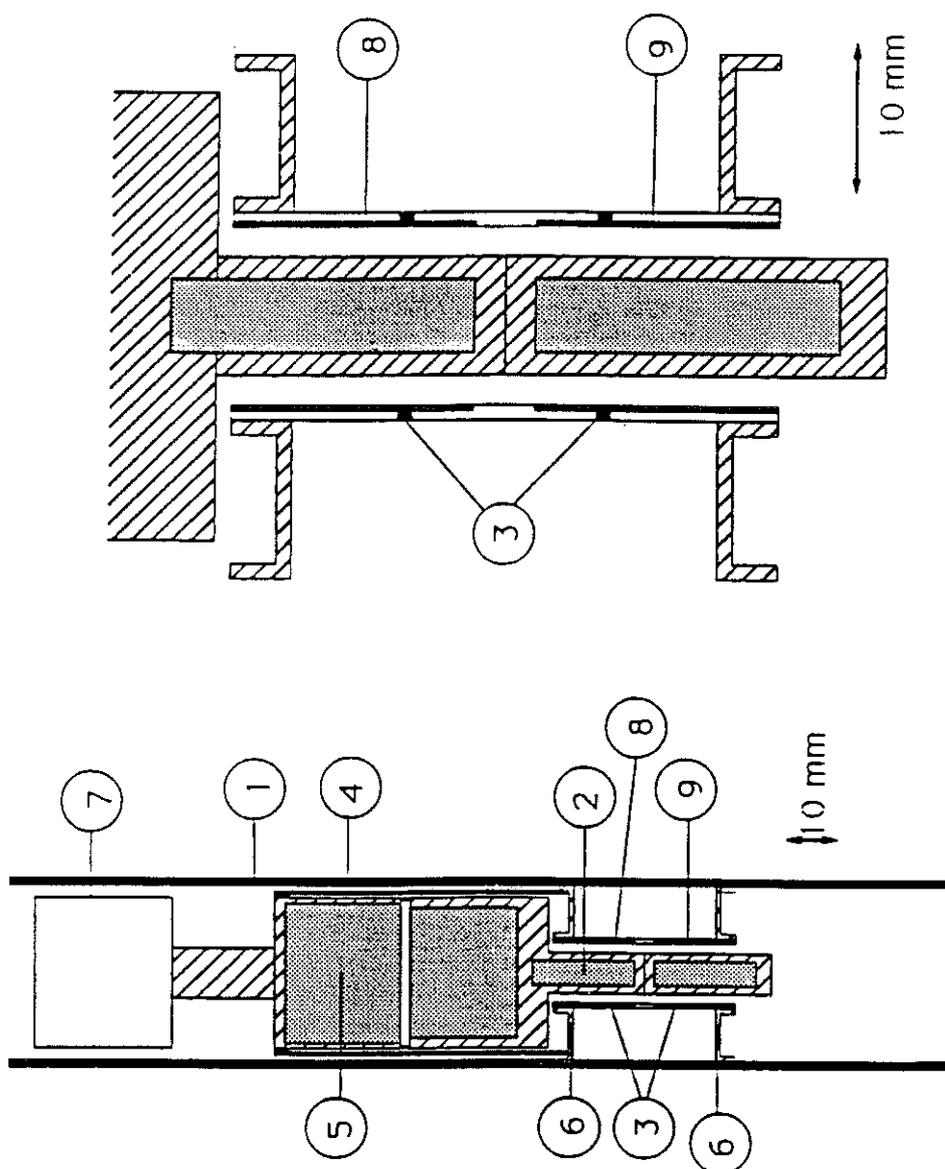


Figure II-7 : Montage pour les mesures magnétiques

- le signal magnétique parasite dû à l'argent est éliminé lors de la mesure si une compensation en argent est montée de façon symétrique (fig. II-7). (Pour des raisons techniques, la compensation en argent n'existait pas pour toutes les expériences présentées dans ce mémoire. Le signal de l'argent n'était donc pas soustrait automatiquement lors des mesures).

Dans la pratique, un gradiomètre de ce genre présente toujours un défaut de compensation (1/100 dans notre cas), ce qui implique un couplage au champ extérieur. Par ailleurs le champ délivré par la bobine supra n'est pas parfaitement stable en mode persistant. Il importe donc de protéger le circuit du transformateur de flux par un cylindre supraconducteur, dont le rôle est d'écranter la dérive lente du champ, notamment au niveau de l'échantillon (fig. II-7).

Cet écran, de diamètre intérieur 37 mm et d'épaisseur 1.5 mm est en supra de type II (Nb-Ti : $\mu_0 H_{c2} = 12$ Tesla) avec une couche de cuivre électro-déposée afin d'assurer une bonne thermalisation.

Le comportement et l'influence de cet écran seront discutés ultérieurement dans le chapitre IV-B consacré à l'étude du magnétomètre.

3) Problèmes liés au champ fort

L'utilisation d'un magnétomètre à SQUID en champ fort pose deux problèmes principaux :

- les vibrations du gradiomètre dans le champ appliqué créent un bruit de flux sur l'entrée du SQUID. Si ce bruit est trop élevé, l'asservissement interne du SQUID ne se fait plus et on ne peut plus rien mesurer,
- le transformateur de flux est en fil supra de type II (Nb-Ti), permettant son utilisation en champ fort (fig. II-8). Le courant induit par les variations de flux au niveau du gradiomètre exerce une force sur les vortex qui sont présents dans le fil. Si cette force est suffisante, elle peut dépiéger les vortex ("flux flow"), ce qui peut engendrer des signaux parasites liés à la pénétration des vortex dans la bobine de détection. Le

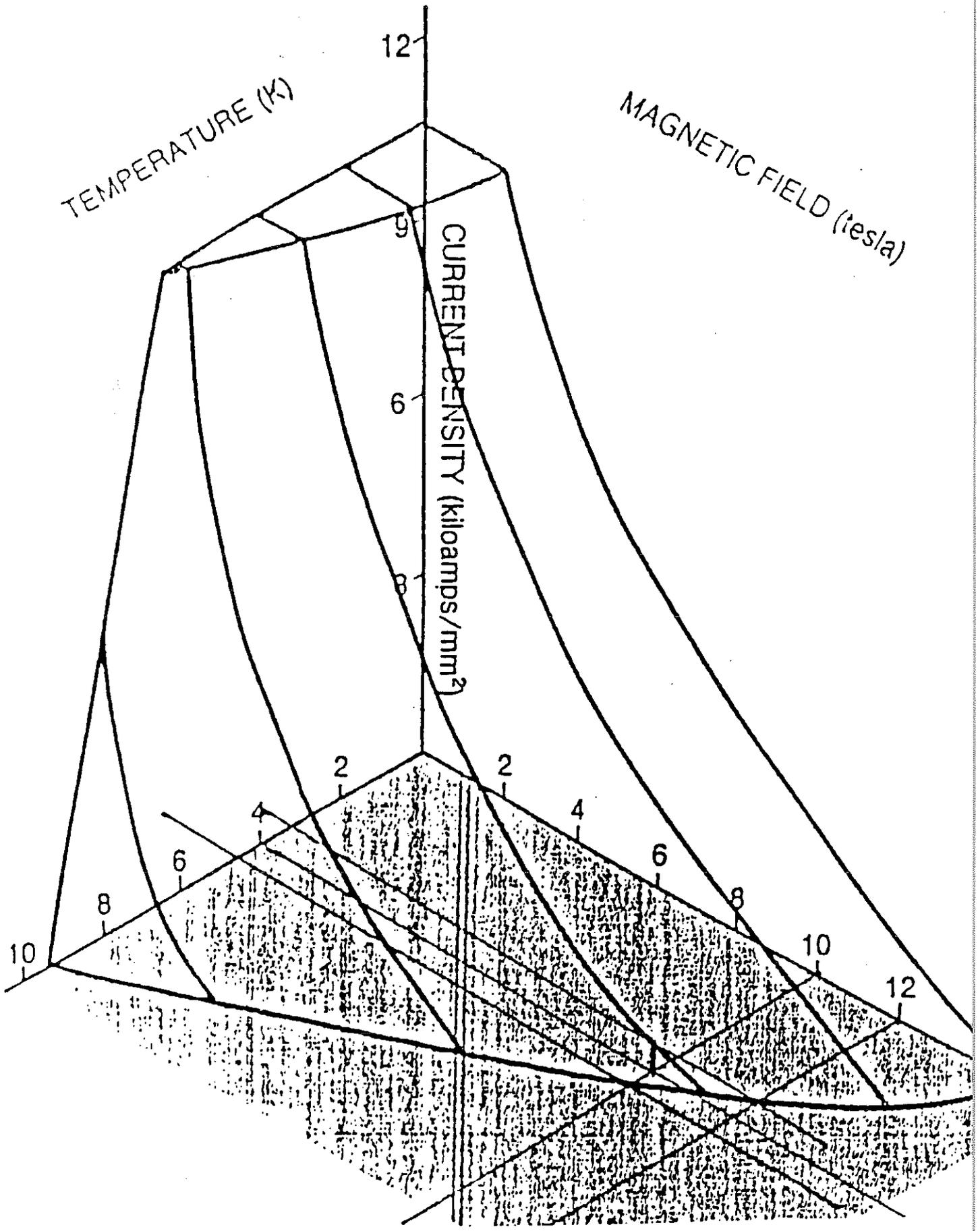


Figure II-8 : Valeurs critiques pour Nb-Ti

champ dans nos expériences étant proche du champ critique ($\mu_0 H_{c2} = 12$ Tesla), cet effet pourrait être important.

Nous avons cherché à résoudre ces problèmes :

- en filtrant le bruit de flux au niveau même du SQUID,
- en réglant à zéro le courant dans le transformateur de flux par une technique de contre-réaction.

a) Atténuation et filtrage

Le SQUID est limité par les $d\Phi_a/dt$ et $d^2\Phi_a/dt^2$ maximaux que la régulation interne peut suivre sans décrocher. En pratique :

$$\begin{aligned} d\Phi_a/dt \text{ max} &= 10^5 \Phi_0/s \\ d^2\Phi_a/dt^2 \text{ max} &= 4.10^8 \Phi_0/s^2 \quad [P3] \end{aligned}$$

Compte tenu de cette dernière valeur, le bruit haute fréquence est particulièrement contraignant.

Dans notre cas, ce bruit haute fréquence peut être filtré avant d'être appliqué au SQUID. En effet, le temps de relaxation de ^3He étant de l'ordre de 100 s, un filtrage du signal de sortie avec une constante de temps minimale de 0.03 s est suffisant pour suivre toute la dynamique. Un filtre basse-pass coupant à 30 Hz s'impose donc sur le transformateur de flux entre la bobine de détection et le capteur. Ce filtre est réalisé au moyen d'une résistance R en parallèle avec L_{signal} , placée dans un écran en niobium dans le calorimètre du réfrigérateur, et thermalisée sur la plaque 4 K.

Le système doit par contre être capable de suivre tout le bruit de flux dans la bande passante du filtre, soit donc 0-30 Hz. Le bruit dans cette bande provient principalement des vibrations de la bobine de détection dans le champ et des dérives du champ. Il est clair que, en dehors de toute autre précaution (stabilité mécanique, écran supra), réduire d'un facteur ~ 10 la sensibilité au niveau du SQUID améliore son fonctionnement. On réduit ainsi le bruit, tout en gardant une sensibilité suffisante pour mesurer l'aimantation de ^3He .

La division est réalisée par une self $L_{\text{att}} \sim 0.1 \mu\text{H}$ placée en parallèle avec R sur le transformateur de flux. L'atténuation A introduite, définie par $A = \Phi_a(\text{avec } L_{\text{att}}) / \Phi_a(\text{sans } L_{\text{att}})$, est alors donnée par :

$$1/A = 1 + (L_{\text{signal}}/L_{\text{att}}) \cdot (L_{\text{dét}} + L_{\text{fil}}) / (L_{\text{dét}} + L_{\text{fil}} + L_{\text{signal}})$$

soit : $1/A = 1 + (4/3)/L_{\text{att}}$ (L_{att} en μH)

pour $L_{\text{att}} = 0.1 \mu\text{H}$: $1/A \sim 14$

La fréquence de coupure du filtre est alors donnée par :

$$\omega_c/2\pi = R (1/L_{\text{signal}} + 1/L_{\text{att}} + 1/L_{\text{dét}})$$

Pour couper à $\omega_c/2\pi = 30 \text{ Hz}$, il faut prendre $R = 30 \mu\Omega$.

En pratique, R est formé d'une petite plaque de laiton shuntant l'entrée du SQUID. Les dimensions ont été calculées pour avoir $30 \mu\Omega$ entre les fils. Cependant, la mesure de la bande passante du SQUID (fig. II-9) donne une fréquence de coupure $\omega_c/2\pi \sim 300 \text{ Hz}$, ce qui indiquerait par conséquent $R \sim 300 \mu\Omega$. Ce désaccord entre la valeur réelle et la valeur attendue pourrait être dû à un mauvais contact entre le laiton et les fils supra.

Grâce à ces précautions, nous n'avons pas eu de problèmes pour faire fonctionner notre magnétomètre.

b) Régulation externe

Le problème du "flux flow" des vortex dans le transformateur, dû au passage du courant induit par le signal d'aimantation, est traité au moyen d'une régulation externe : le flux total vu par l'anneau du SQUID est régulé à zéro de sorte qu'aucun courant ne circule dans le transformateur de flux. Ceci est réalisé en fabriquant un courant de contre-réaction à partir du signal de sortie du SQUID, courant injecté dans une bobine de régulation indépendante en fil supra (Nb-Ti multi-filamentaire avec matrice de Cu-Ni), couplée inductivement à la bobine de détection. La mesure de ce courant donne un signal proportionnel à la variation d'aimantation de l'échantillon. En pratique, il existe deux bobines de régulation semi-indépendantes (leur point milieu est commun) disposées de façon symétrique autour de l'échantillon (fig. II-7). L'une (TOP) sert usuellement à la régulation, l'autre (BOTTOM) est utilisée pour contrôler la sensibilité du

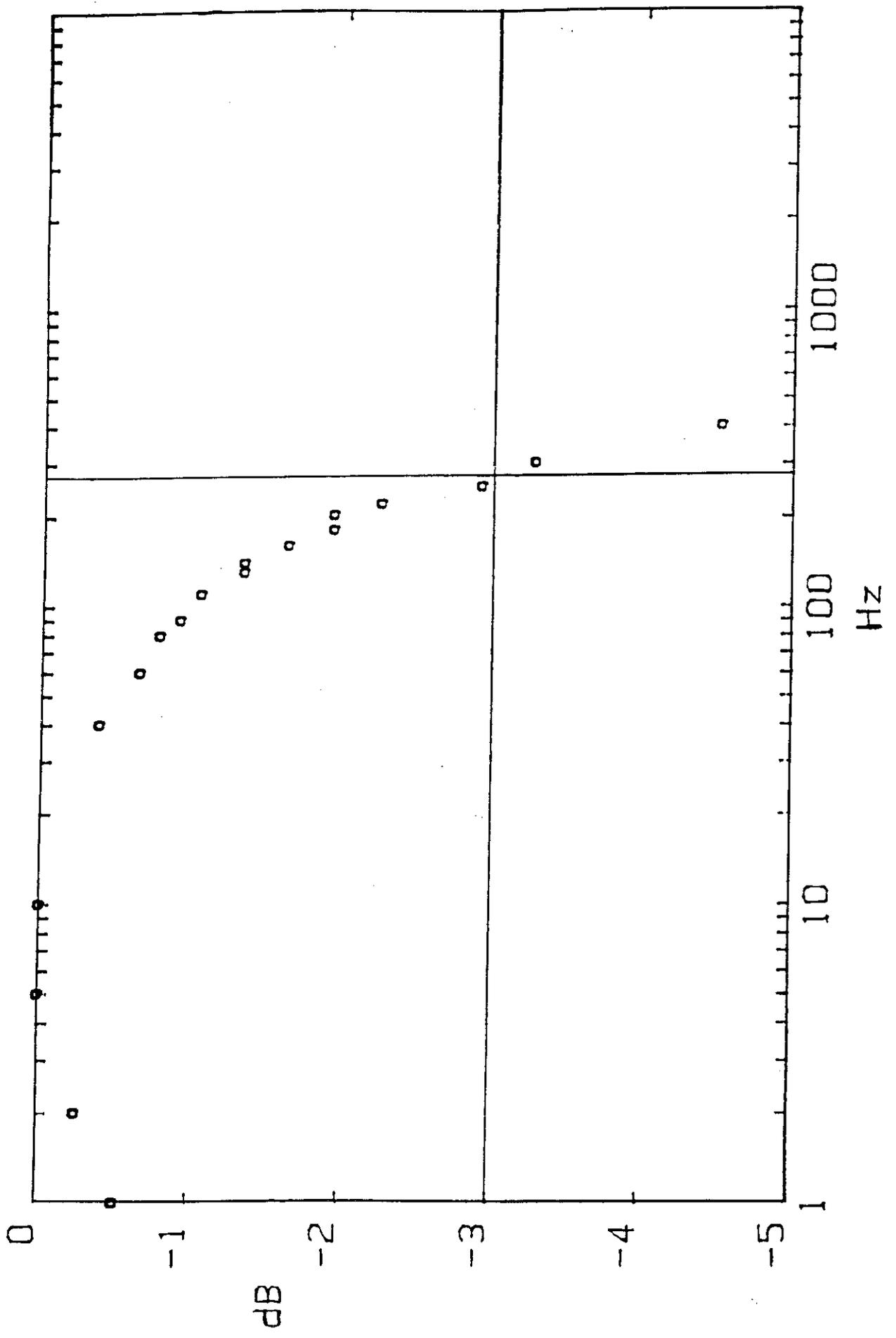


Figure II-9 : Bande passante du SQUID

système avant chaque expérience, en y injectant un courant connu détecté par le SQUID.

La régulation permet d'opérer à courant constant dans le transformateur de flux. Pour travailler à courant nul, il faut initialement (avant chaque expérience) dissiper les éventuels courants parasites dans le circuit en faisant transiter localement le fil supraconducteur. Pour cela, nous utilisons 2 chauffages couplés au fil du transformateur de flux, un pour chaque sous-circuit supra formé par les éléments précédents.

Un autre avantage de la régulation est d'augmenter la dynamique de mesure. Sans régulation, la sortie du SQUID est limitée par la tension de sortie des intégrateurs (10 V au maximum), ce qui, avec une sensibilité de $20 \text{ mV}/\Phi_0$ fournie par le constructeur, correspond à $\delta\Phi_{a \text{ max}} = 500 \Phi_0$ appliqués au capteur, soit avec un rapport de transformation de $1/(300 \times 14)$: $\delta\Phi_{\text{dét. max}} \sim 2.1 \cdot 10^6 \Phi_0 \sim 4.2 \text{ nWb}$ au niveau de la bobine de détection. Le signal attendu après une fusion est, de l'ordre de 17 nWb (voir § 4 ci-dessous), soit 4 fois trop grand. Notre régulation externe permet de supprimer ce problème.

4) Sensibilité du dispositif et ordres de grandeur des signaux.

A partir de la mutuelle (calculée) de la bobine de calibration avec le transformateur de flux, nous avons déterminé la sensibilité de notre dispositif en injectant du courant dans la bobine de calibration. Exprimée en Volts (sur la sortie de l'électronique du SQUID) par nanoWeber (au niveau de la bobine de détection), elle vaut 2.4 V/nWb (sans régulation externe).

Nous avons estimé l'ordre de grandeur des signaux attendus en calculant le couplage des différentes parties de la cellule à la bobine de détection du SQUID (appendice D). Du liquide 100% polarisé correspond à $\sim 17 \text{ nWb}$, soit $\sim 40 \text{ Volts}$. La cellule elle-même contribue également au signal magnétique, car l'argent possède un spin nucléaire. Le moment associé (0.041 mK/T) est 19 fois plus petit que celui de ^3He , mais la masse d'argent est bien supérieure, si bien qu'à saturation, le signal de l'argent serait du même ordre ($\sim 16 \text{ nWb}$).

Remarque : les couplages calculés dans l'appendice D ne tiennent pas compte de la présence de l'écran supra entourant la cellule (l'effet de l'écran est discuté au chapitre IV-B). L'effet de l'écran est de replier les lignes de champ à l'intérieur, de sorte que le flux à travers la bobine de détection est atténué, d'autant plus que le diamètre de l'élément aimanté se rapproche de celui de l'écran. Pour notre écran de diamètre intérieur 37 mm, on s'attend donc à une forte réduction du signal magnétique d'argent provenant de la partie de la cellule de diamètre 30 mm.

Les chiffres obtenus permettent d'estimer l'ordre de grandeur des effets magnétiques après une fusion, compte tenu des conditions expérimentales suivantes :

- champ appliqué : 11 T
- température initiale: 5 mK
- température finale: 70 mK

Pour l' ^3He :

La polarisation initiale du solide est $m_{3\text{sol.}} = 0.8$. Si on suppose la polarisation conservée lors de la fusion et si on néglige la polarisation d'équilibre du liquide à 11T :

$$\delta m_{3\text{liq.}} = 0.8 \quad \text{soit : } \delta\Phi_{\text{dét}} \sim 0.8 * 17 \sim 14 \text{ nWb}$$

Pour l'Ag :

La polarisation est donnée par : $m_{\text{Ag}} = 0.041 \text{ B/T Tesla/mK}$

$$\text{d'où : } \delta m_{\text{Ag}} = 0.084 \quad \text{soit : } \delta\Phi_{\text{dét}} = 0.084 * 16. \sim 1.4 \text{ nWb}$$

(Il n'a pas été tenu compte de la partie de la cellule de diamètre 30 mm, cf remarque précédente).

Conclusion : $\delta\Phi(\text{Ag})/\delta\Phi(^3\text{He}) \sim 0.1$

Le signal magnétique de l' ^3He est environ 10 fois supérieur à celui de l'argent après une fusion. La contribution de l'argent n'est donc pas négligeable et doit être mesurée indépendamment afin de la soustraire du signal brut.

5) Calibration de la sortie du SQUID

Pour accéder au champ $B_{\text{eff}}(m)$ de ^3He (§ I-C), nous devons mesurer de façon absolue la variation de polarisation de ^3He . Cela revient à déterminer le nombre V_{sat} de volts à saturation correspondant à l'échantillon expérimental. On a alors :

$$\delta m = \delta V / V_{\text{sat}}$$

Pour ^3He solide sur la courbe de fusion ($24.2 \text{ cm}^3/\text{mol}$), V_{sat} a été déterminé à "haute" température d'après la loi de Curie. Pour cela, la cellule remplie de solide et isolée thermiquement a été chauffée de 20 à 100 mK. La mesure du signal de sortie du SQUID en fonction de la température suit raisonnablement une loi en $1/T$ (une fois soustraite la contribution de l'argent), dont la pente donne V_{sat} . On obtient ici :

$$^3\text{He solide (24.2 cm}^3/\text{mol) : } \quad V_{\text{sat}} = 47 \text{ V}$$

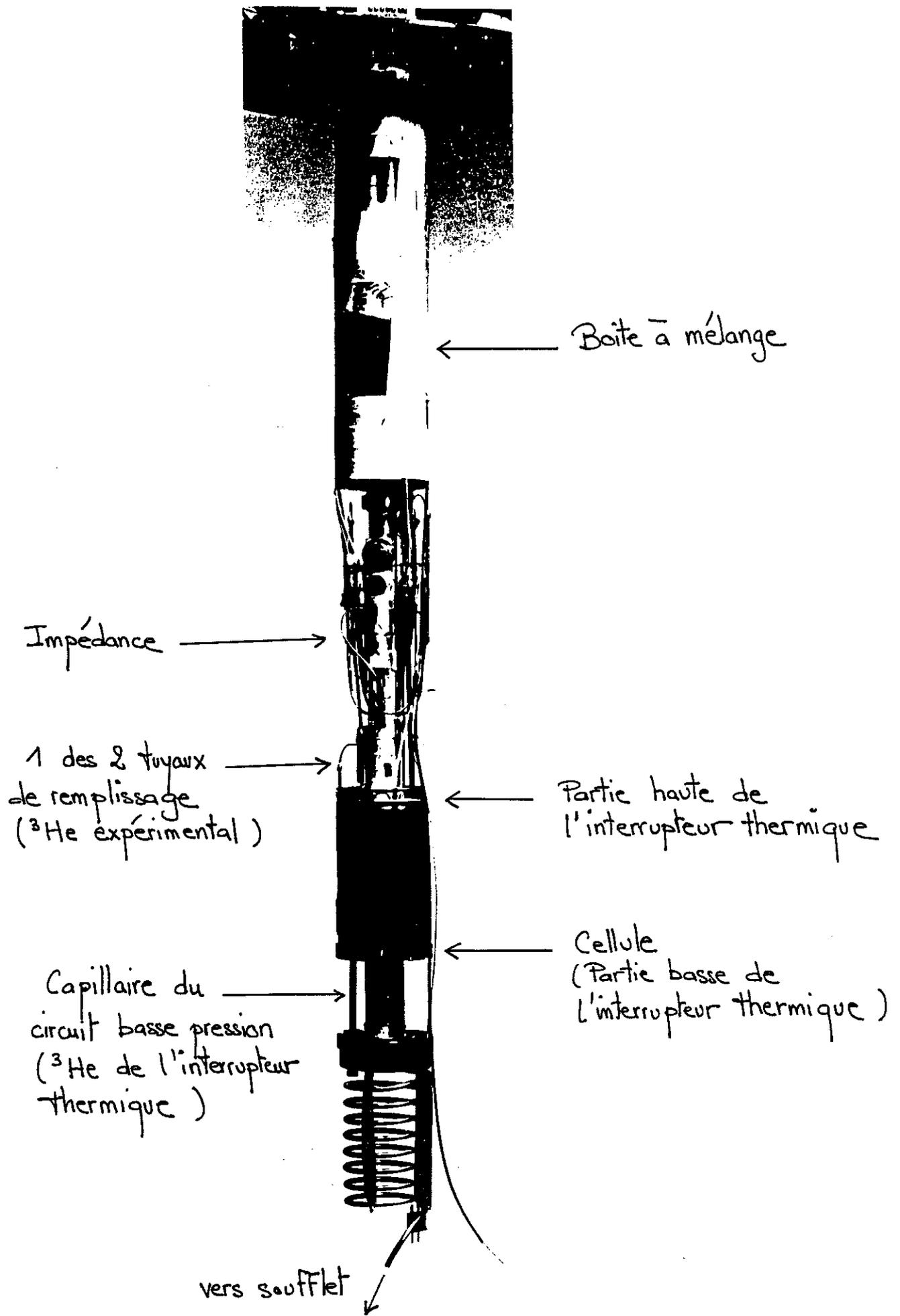
Le résultat pour ^3He liquide s'en déduit simplement par une règle de trois sur les volumes molaires. Ainsi, pour le liquide à 26 bars :

$$^3\text{He liquide (26.7 cm}^3/\text{mol) : } \quad V_{\text{sat}} = 43 \text{ V}$$

en accord avec notre estimation ci-dessus.

Pour toutes les courbes présentées dans ce mémoire, ce sont ces valeurs qui ont été utilisées pour déduire la polarisation de ^3He .

Insistons cependant sur le fait qu'à priori, ce chiffre peut être faux de $\pm 10\%$, à cause des incertitudes de la procédure utilisée et sur notre échelle de température sous champ. Nous reviendrons sur ce point lors de la présentation des résultats.



III. L'Expérience

A). OBTENTION D'UNE COURBE D'AIMANTATION

1) Vue d'ensemble du dispositif

Le réfrigérateur utilisé est un réfrigérateur à dilution classique. La température minimale accessible dans la boîte à mélange est 3 mK. Le débit en fonctionnement normal est 220 $\mu\text{moles/s}$.

Les parties les plus froides, boîte à mélange et cellule (voir photo ci-contre), sont protégées par 2 écrans thermiques en cuivre. L'écran intérieur est thermalisé sur l'échangeur continu (70 mK) et supporte le soufflet de l'interrupteur thermique; l'écran extérieur est thermalisé sur l'évaporateur. L'ensemble est isolé de façon usuelle du bain d'hélium par vide secondaire, formant le calorimètre. La queue du cryostat pénètre dans le trou de champ d'une bobine supra 12 Tesla située au fond du vase. La cellule est protégée des fluctuations de champ par l'intermédiaire de l'écran supra en NbTi.

A l'extérieur, on retrouve, outre l'environnement habituel d'un réfrigérateur à dilution, un tableau de vannes correspondant aux différents circuits nécessaires à cette expérience : circuit de stockage de ^3He expérimental, circuit de l'interrupteur thermique, circuit de remplissage de la cellule. Un autre élément essentiel est le volume mort sur lequel on ouvre la cellule pour décompresser le solide. La pression après fusion, qui est celle du liquide polarisé obtenu, y est lue par un manomètre digital. Cette pression peut être réglée en ajustant la pression initiale d' ^3He gaz dans la bombe. En pratique, plus cette pression initiale est faible, plus le processus de fusion est violent et dégage de la chaleur à cause du frottement visqueux de l'écoulement.

2) Déroulement d'une expérience de fusion rapide

a) Fabrication du solide

On arrête le réfrigérateur à dilution en interrompant la circulation du mélange et on chauffe l'ensemble boîte à mélange/cellule, interrupteur thermique fermé.

Lorsque la température atteint ~ 1.2 K dans la cellule et au niveau de la boîte à 1K, on condense l' ^3He en pressurant depuis l'ambiante les capillaires de remplissage avec le gaz. Cette température correspond à ~ 46 bars sur la courbe de fusion (fig. III-1). Un bouchon de solide se forme dans les capillaires de remplissage lorsque la pression de solidification est atteinte, enfermant du liquide dans la cellule. Comme $v_L(1.16\text{ K}) = v_S(5\text{mK})$ sur la courbe de fusion, où v_L et v_S sont les volumes molaires du liquide et du solide sur la courbe de fusion, on obtient en principe, après refroidissement, un solide à 34 bars très proche de cette courbe (fig. III-1). Pour éviter la formation du bouchon à $P < 46$ bars (possible s'il existe des points froids le long des capillaires), on injecte brutalement l' ^3He "chaud" (thermalisé sur le pot 1K) par ouverture rapide d'une vanne entre les capillaires d'amenée de la cellule et le circuit de remplissage à l'ambiante, pressurisé à ~ 50 bars.

Le chargement correct est contrôlé par le SQUID : en effet, il existe un couplage entre la pression dans la cellule et la réponse du SQUID. Cet effet, probablement principalement lié à des déformations, est linéaire en champ, réversible en pression, identique pour chacun des deux compartiments expérimentaux (~ 0.25 V/bar à 11 Tesla), et s'additionne lorsque ces deux derniers sont utilisés (fig. III-2). Lorsque la température est correcte (~ 1.2 K), on observe un accident sur la réponse du SQUID en cours de remplissage lorsque la pression atteint ~ 46 bars, alors que la pression dans les capillaires d'amenées continue de monter. Cet événement est attribué à la formation de solide quelque part dans les capillaires. On peut donc penser que la cellule est remplie correctement de liquide. Il est improbable que le solide se forme directement dans la cellule à cause du confinement par les frittés qui tend à augmenter la pression de solidification pour une température donnée.

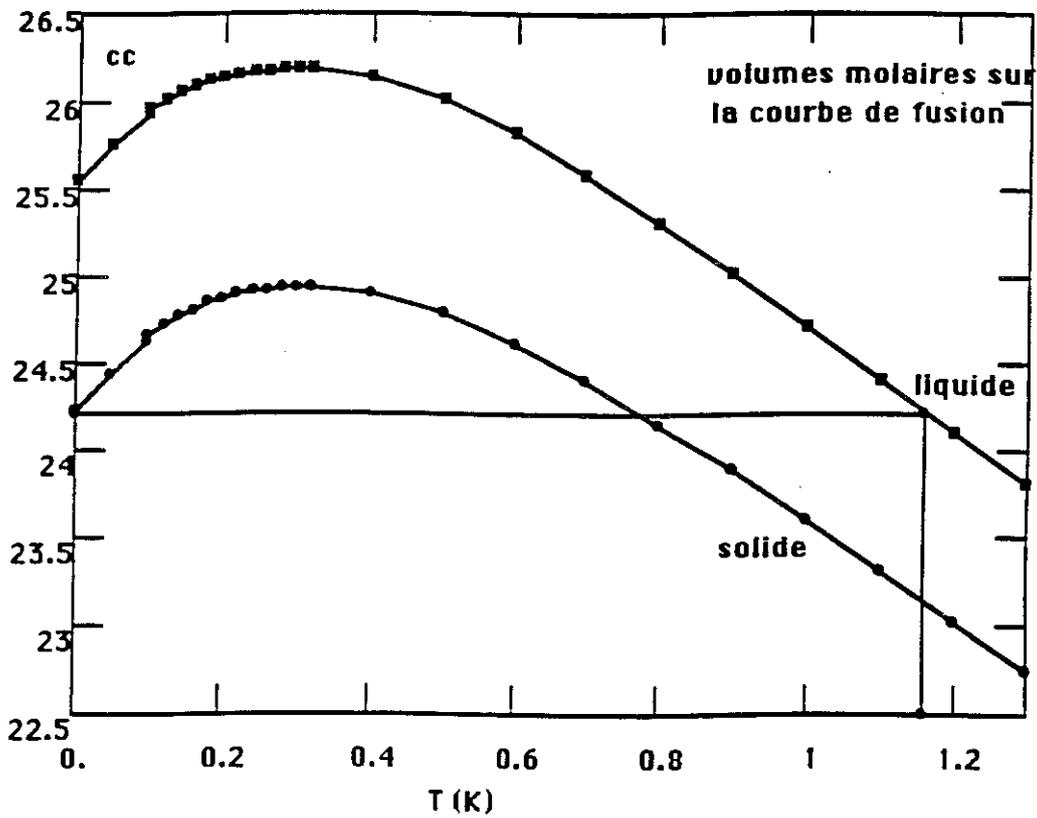
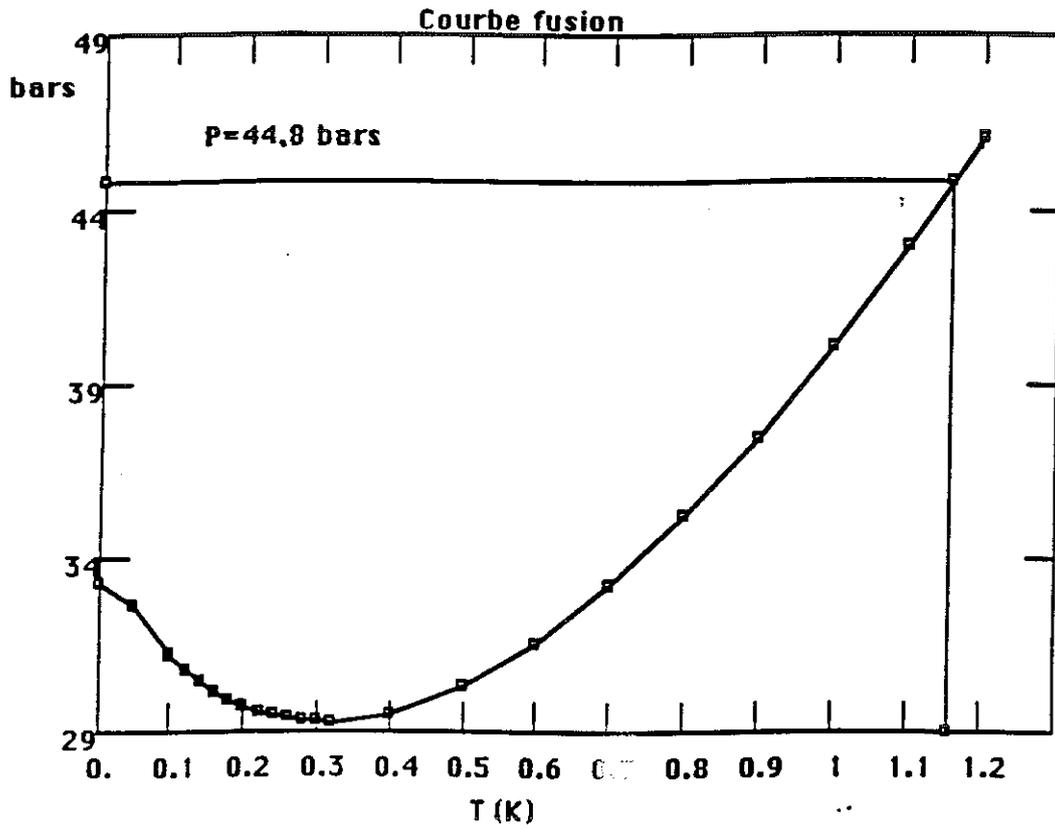


Figure III-1

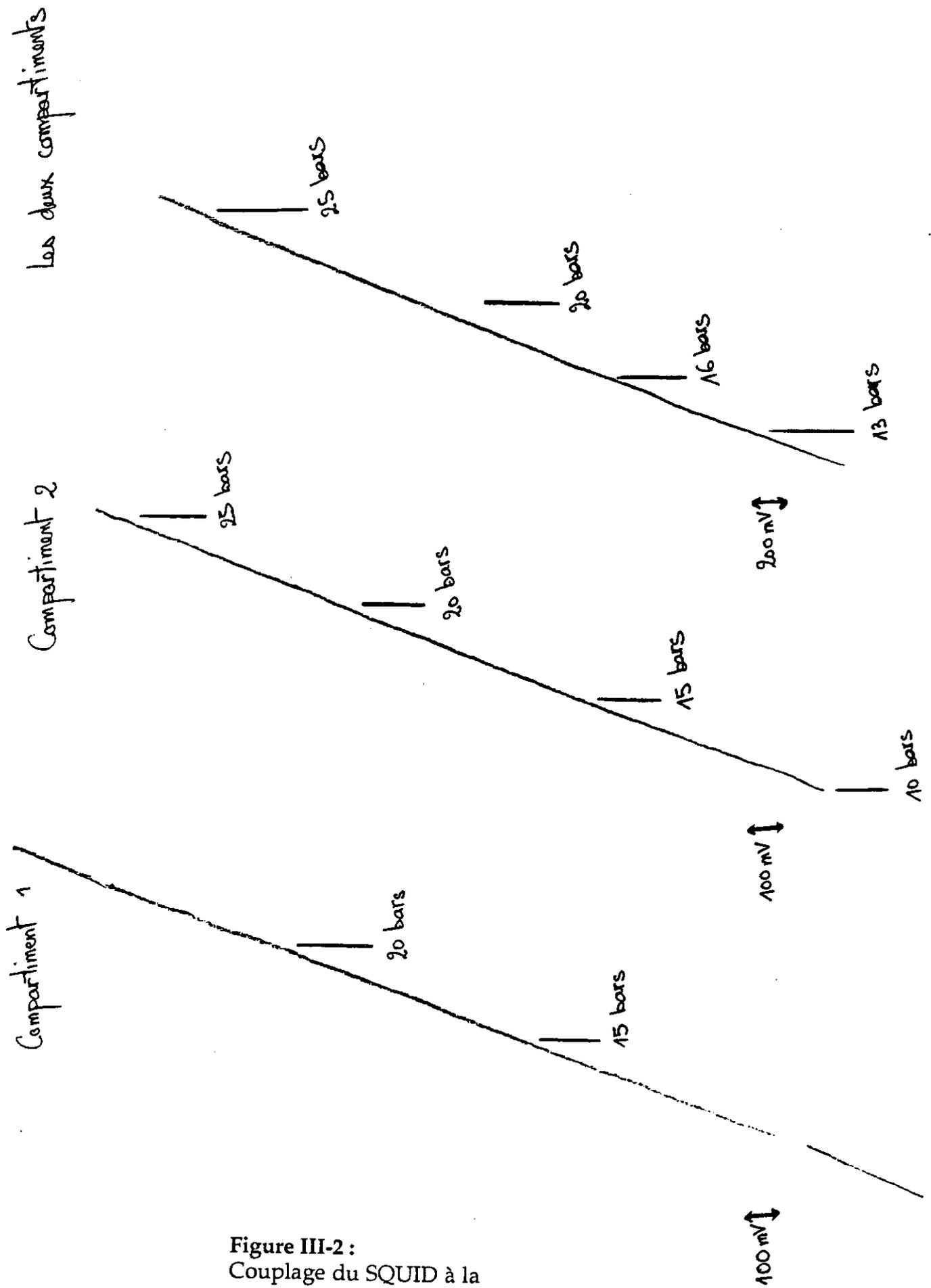


Figure III-2 :
Couplage du SQUID à la
pression dans la cellule

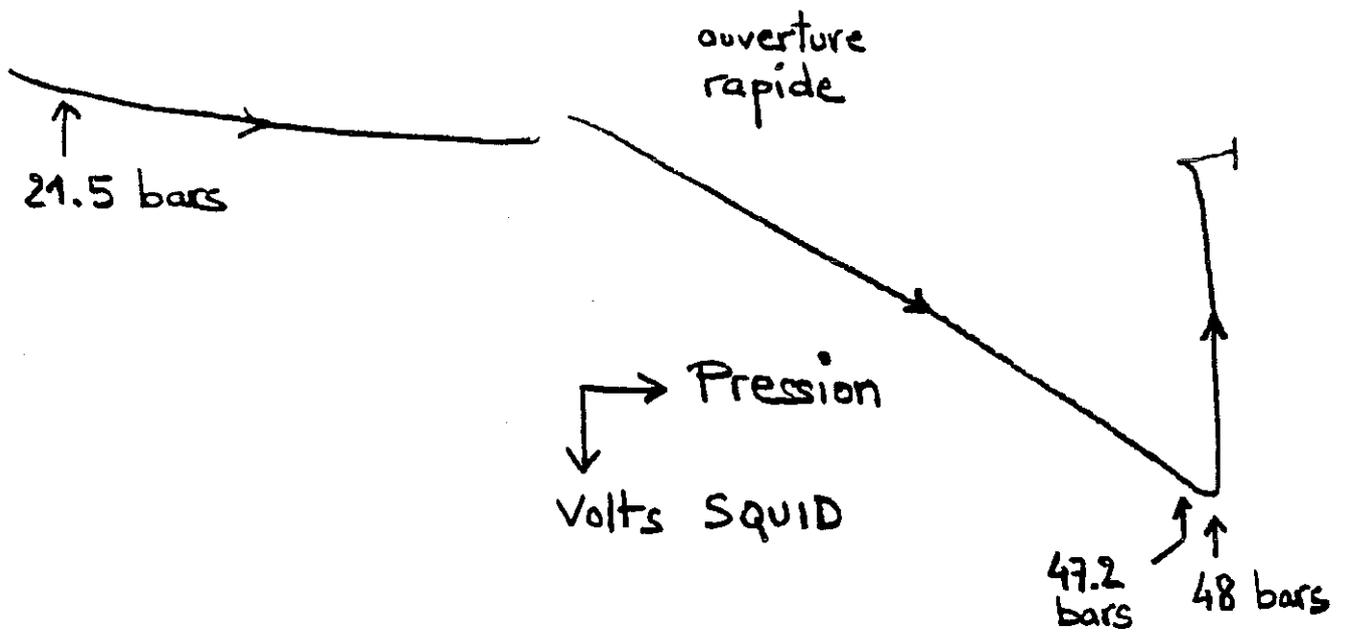


Figure III-3 :
Signal du SQUID lors du remplissage de la cellule

Le réfrigérateur est alors remis en marche et le liquide dans la cellule refroidi sous champ pendant une nuit. La pression à 5 mK du solide polarisé alors formé dépend de la température à laquelle le liquide a été piégé. Si cette température (idéalement 1.16 K) est mal contrôlée, il est possible de dévier de part et d'autre de la situation nominale ($P = 34$ bars à 5 mK : solide proche de la courbe de fusion) . Il en résulte alors soit un solide sur-comprimé ($P > 34$ bars), soit une solidification partielle (solide sur la courbe de fusion). Ainsi, la fig. III-3 montre un cas où la cellule a été trop chargée (décrochement du SQUID à 48 bars au lieu de 46). Le diagnostic est confirmé au moment de la fusion : si la cellule est initialement trop chargée, la température finale après fusion sera trop élevée; si la cellule n'est pas assez chargée, l'aimantation mesurée sera trop faible. En pratique, l'emploi systématique de la procédure de fabrication du solide décrite ci-dessus donne des résultats reproductibles.

Pendant le refroidissement, la cellule est ouverte sur un volume mort suffisant pour former un ballast de pression. Ceci permet de limiter la chute de pression dans les capillaires qui résulte du refroidissement par les vapeurs d'hélium du bain lors des siphonnages (une chute de pression en dessous de 29 bars ferait fondre le solide formé).

Signalons à ce stade que ces expériences ont été réalisées successivement avec de l' ^3He contenant une faible proportion d' ^4He destiné à recouvrir les frittés de quelques couches atomiques, afin de réduire la relaxation de surface, puis avec de l' ^3He pur. Cependant, le T1 mesuré s'est avéré peu sensible à ce changement (68 s \rightarrow 60 s), à la différence d'expériences précédentes. L'origine de cet effet est inconnu.

b) Avant la fusion

En dessous de ~ 20 mK, les résistances de carbone saturent. La température du solide avant ouverture de l'interrupteur thermique est contrôlée en mesurant le facteur de qualité du viscosimètre, c'est-à-dire la viscosité de l' ^3He liquide de l'interrupteur.

L'interrupteur est ouvert lentement.

Les éventuels courants résiduels dans le circuit supra du transformateur de flux, qui pourraient causer des dérives du signal, sont dissipés par chauffage local. La sensibilité du SQUID est contrôlée en mesurant sa réponse à un courant donné dans les bobines de calibration.

La pression de part et d'autre de l'électrovanne est réglée de sorte à obtenir 26 bars dans le circuit après la fusion. Compte tenu des volumes en jeu, ceci correspond à 35 bars côté cellule et 23 bars dans le volume mort utilisé pour la décompression.

La référence du multiplieur programmable est affichée à la valeur prévue après fusion, de sorte que R4 puisse être correctement lue le plus tôt possible après la fusion.

c) La fusion

La fusion est déclenchée par l'ouverture de l'électrovanne, commandée par un microordinateur Apple. Le même ordinateur stocke les mesures des thermomètres, du SQUID et de la pression.

La fusion et les signaux de relaxation sont contrôlés en temps réel grâce à un enregistreur analogique qui suit l'évolution du thermomètre S7 et de la sortie du SQUID. L'enregistrement du SQUID permet de vérifier si ce dernier ne "décroche" pas lors de la fusion.

Après la fin de la relaxation, on mesure la sensibilité du pont (R4) pour la résistance finale atteinte. Celle-ci est utilisée dans le traitement des points de mesure (cf § 3 ci-après).

d) Détermination de l'énergie

On referme l'interrupteur thermique pour refroidir à 20 mK, puis on le rouvre et on mesure la quantité $\Delta R/\Delta Q$ pour R4 et S7 en appliquant une série d'impulsions de chaleur d'énergie ΔQ . On peut ainsi construire la relation Q(R) qui permet de déterminer la correspondance entre dR/dt et la puissance thermique libérée. Rappelons que cette procédure est indépendante de l'étalonnage des thermomètres en fonction de la température, toujours délicat sous champ.

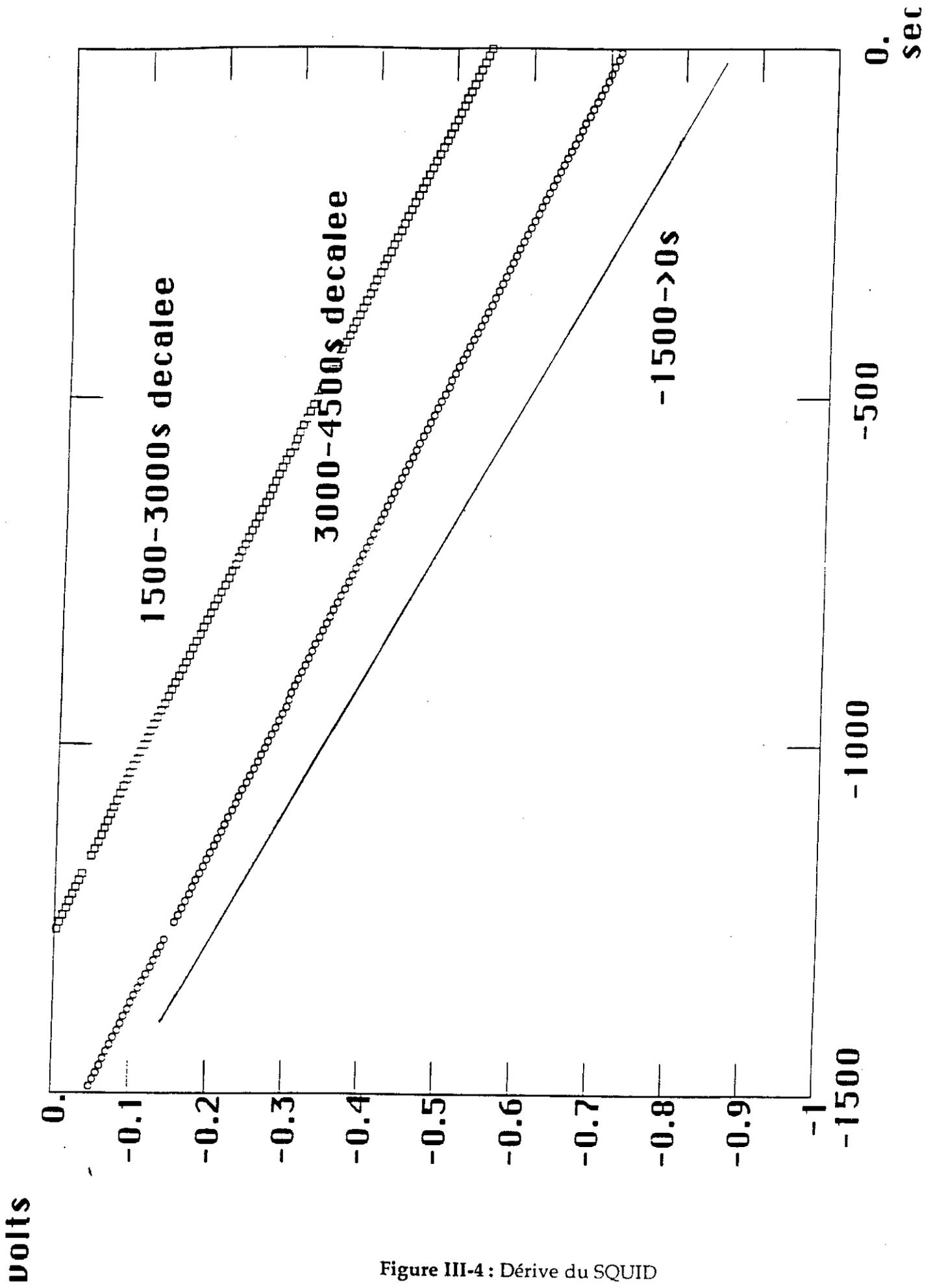


Figure III-4 : Dérive du SQUID

e) Dérive du SQUID

Le SQUID est contrôlé tout au long de ce processus. En effet, même dans des conditions supposées stables, le signal du SQUID dérive et il faudra corriger les signaux obtenus pour cet effet. En pratique, on mesure :

- (i) la dérive avant ouverture de l'interrupteur thermique (à froid)
- (ii) la dérive après ouverture
- (iii) la dérive longtemps après la fusion, interrupteur ouvert.

Les dérives obtenues sont linéaires en temps et toujours du même ordre, 0.3 à 0.5 mV/s (fig. III-4).

- dans le cas (iii), la seule cause possible nous semble être l'écrantage incomplet de la dérive du champ extérieur, liée à l'imperfection du shunt supra d'une bobine 11 Tesla. C'est cette dérive que nous devons soustraire des signaux obtenus à la fusion.

- le fait que (i) ~ (iii) nous permet de vérifier que le solide n'évolue plus en température (ou en aimantation) au moment où on ouvre l'interrupteur.

- le fait que (ii) ~ (iii) indique que les fuites thermiques dans l'état ouvert sont insuffisantes pour faire perdre de l'aimantation au solide.

3) Traitement des points de mesure

Les signaux mesurés (R4, S7, SQUID, pression) sont numérisés et stockés sous forme de fichiers de 1400 lignes à 5 colonnes. En général, une fusion couvre 2 fichiers courts (0.15 s/point soit 210 s/fichier) et 2 fichiers longs (1 s/point soit 1400 s/fichier), ce qui mène à 3220 s au total, soit ~ 1 heure après le début de la fusion. L'électrovanne qui commande la fusion est ouverte 15 s après le début du 1er fichier. Pour toutes les courbes présentées dans ce mémoire, la fusion démarre exactement à ce temps 15 s.

En ce qui concerne R4, le programme d'acquisition modifie la valeur de la référence chaque fois que le déséquilibre du pont dépasse une valeur seuil ($\sim 50\%$ de la saturation, soit $\sim 1/2$ échelle sur la sortie analogique), de telle sorte que le déséquilibre après modification soit ~ 0 . Pour cette raison, le fichier contient à la fois la référence imposée au multiplieur programmable et le déséquilibre du pont lu par le convertisseur A/N. Pour remonter à la résistance, il faut connaître la sensibilité du pont. Mais, à cause des capacités parasites des câbles, dont l'effet est amplifié par le transformateur à froid, la sensibilité dépend de la résistance. Pour déterminer cette dépendance, la sensibilité du pont est calculée à chaque changement de référence à partir des changements du signal de déséquilibre et de la sensibilité finale mesurée après relaxation. Des points obtenus, on tire la sensibilité du pont en fonction de la résistance, et finalement la résistance pour chaque point du fichier.

Pour le SQUID, un programme permet de détecter les sauts de flux qui peuvent se produire aléatoirement pendant la mesure, se traduisant par des discontinuités dans les points de mesure. L'amplitude des sauts étant bien déterminée (~ 20 mV), le programme élimine ces accidents en raccordant les bouts de courbes.

4) Les signaux bruts

La fig. III-5 donne, sur une échelle de 200 s, montre les signaux obtenus après fusion à 11 Tesla d'un solide formé à partir de liquide à 46 bars dans les 2 compartimentaux expérimentaux à la fois (2×2 trous). La pression finale après fusion est de 26 bars et ne varie pratiquement pas pendant la relaxation. L'élévation de température (fig. III-6) est nettement corrélée à la relaxation d'aimantation et en accord avec nos estimations (~ 70 mK après fusion et ~ 90 mK après relaxation). L'amplitude totale du signal du SQUID est environ 37 V, en accord avec l'estimation de l'appendice D.

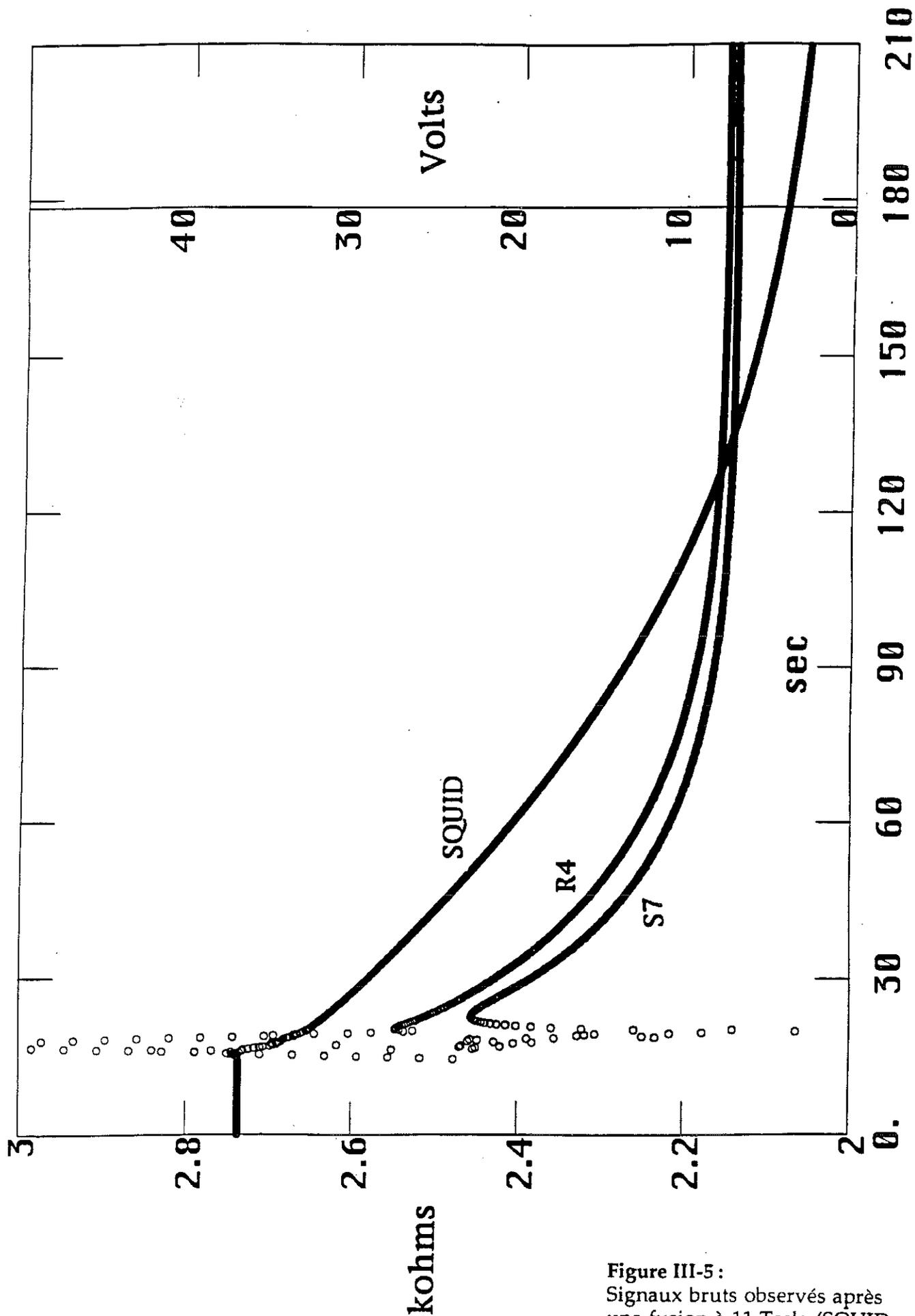


Figure III-5:
 Signaux bruts observés après
 une fusion à 11 Tesla (SQUID
 corrigé de sa dérive)

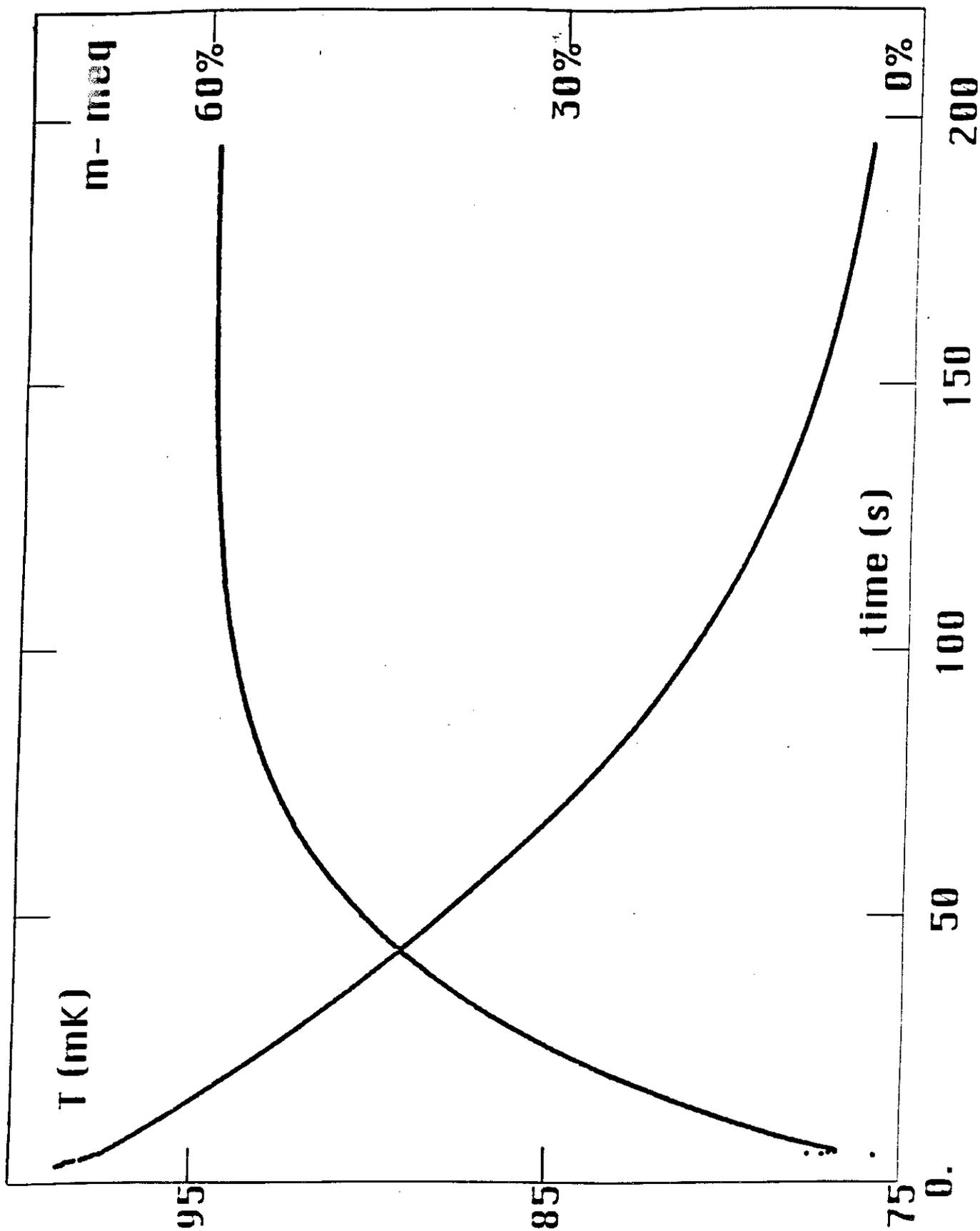


Figure III-6 :
Relaxation de polarisation et élévation de température associée

a) Analyse de la fusion (fig. III-7)

A l'ouverture de l'électrovanne, la pression du volume de décompression augmente brutalement. On atteint un maximum de pression 0.5 s après ouverture. Cette phase correspond certainement à la fusion dans les capillaires. Ensuite, la pression décroît légèrement sur une durée de ~ 5 s, qui correspond au processus de fusion dans la cellule elle-même. La baisse de pression constatée (~ 0.7 bar sur un volume de 135 cm^3) correspond à la réinjection de ~ 4 millimoles dans l'expérience, quantité supérieure à celle libérée par la fusion du solide. Cet effet correspond sans doute à une redistribution de l' ^3He quelque part dans le réfrigérateur, dont l'origine n'est pas claire.

L'évolution de la température en cours de fusion est donnée par le thermomètre S7 (en-bas de la cellule) : on observe essentiellement une structure à deux pics, qui s'étend sur 5 secondes environ. Cette forme est due à un décalage en temps entre le début de la fusion dans chacun des deux compartiments, comme le prouve la fig. III-8, représentant le résultat de deux fusions à 1 Tesla effectuées séparément dans chacun des deux compartiments. Cet effet est dû à une différence entre les impédances des deux capillaires d'aménée.

La relaxation de S7 en fin de fusion indique que la température s'équilibre en quelques secondes, comme prévu.

L'évolution du thermomètre R4 au cours de la fusion n'est pas significative puisque le multiplieur programmable est en train d'ajuster sa référence selon la température finale atteinte, d'où l'importance de minimiser le nombre de 1/2 échelles à rattraper en imposant d'emblée une bonne référence estimée.

La réponse du SQUID est nettement corrélée à la fusion : on observe une décroissance rapide due sans doute aux déformations liées à la décompression ainsi qu'à la fraction de spins polarisés qui sort de la cellule suite à la dilatation que subit l' ^3He lors de la transition solide \rightarrow liquide [$v_s(34 \text{ bars}) = 24.2 \text{ cm}^3/\text{mol}$; $v_l(26 \text{ bars}) = 26.7 \text{ cm}^3/\text{mol}$]. On constate que dès la fin de la fusion, définie par S7, le SQUID varie régulièrement. La relaxation d'aimantation est donc mesurable très tôt après la fusion.

mK

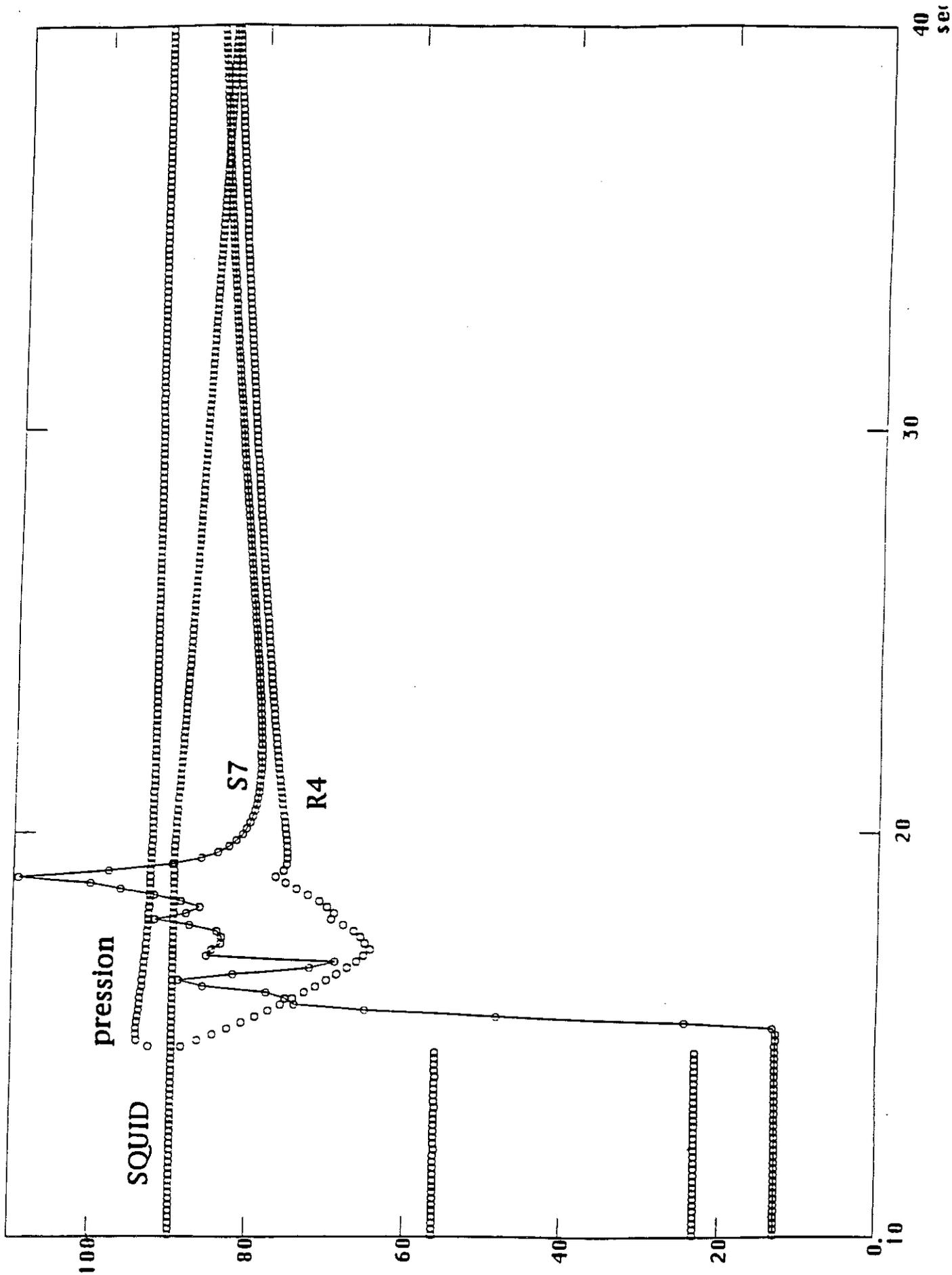


Figure III-7 : Le processus de fusion

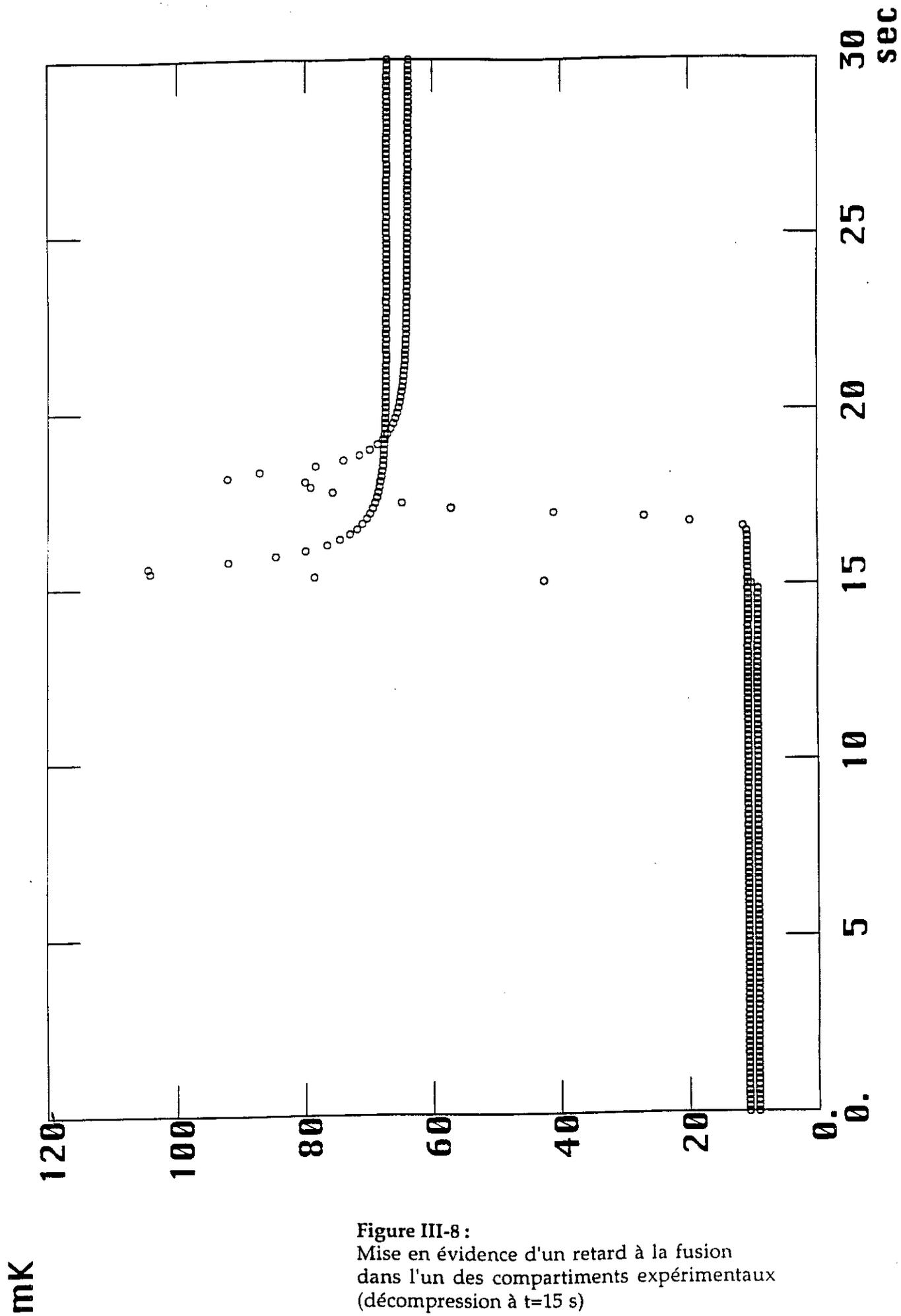


Figure III-8 :
 Mise en évidence d'un retard à la fusion
 dans l'un des compartiments expérimentaux
 (décompression à t=15 s)

b) Soustraction de la dérive du SQUID

La fig. III-9 montre la réponse du SQUID sur une échelle de temps longue avant et après fusion, mettant en évidence la dérive avant fusion, la relaxation d'aimantation (dominée par l' ^3He et l'argent) et la dérive aux temps longs.

L'examen de cette courbe montre qu'on ne récupère un signal linéaire de pente voisine de la dérive avant fusion qu'à un temps $t > 1500$ s environ. Or, avec de l' ^3He relaxant avec $T_1 = 70$ s et de l'argent avec $\tau = 140$ s, ce temps ne serait que de 700 s compte tenu de la dérive mesurée. Ceci indique l'existence de signaux parasites à temps de relaxation très longs. Ces signaux pourraient être dûs à de l' ^3He polarisé hors des frittés (dans les capillaires par exemple) ou à des impuretés magnétiques dans l'argent relaxant par suite du changement de température.

Conventionnellement, on soustrait la dérive entre 1700 et 1800 s, obtenue par régression linéaire sur les 100 derniers points du 3^{ème} fichier. D'après la remarque du paragraphe précédent, le signal résultant (fig. III-10) n'est pas uniquement dû à l' ^3He et à l'argent. On pourrait aussi soustraire la dérive mesurée aux temps très longs, entre 3000 et 4500 s, où les signaux parasites inconnus ont peut-être complètement relaxé. Le résultat de la soustraction n'est cependant pratiquement pas affecté par le choix de la dérive soustraite, comme le montre la fig. III-11: la différence entre les signaux résultants n'est que de 0.1 V environ sur une variation totale de 37 V, soit 0.3 %. Le 3^{ème} fichier est donc suffisant pour l'exploitation des données.

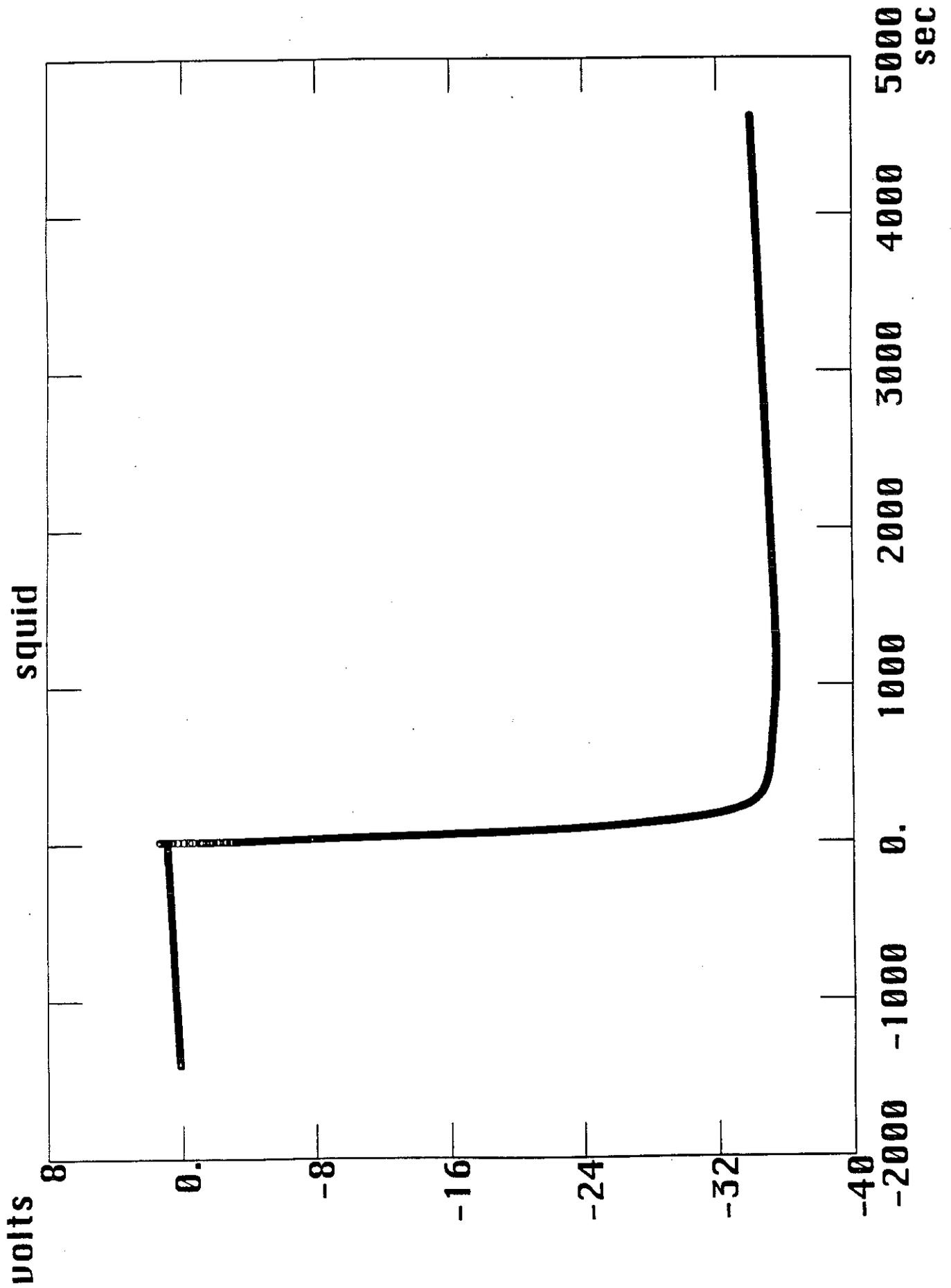


Figure III-9 :
Réponse du SQUID avant, pendant et après
une fusion à 11 Tesla

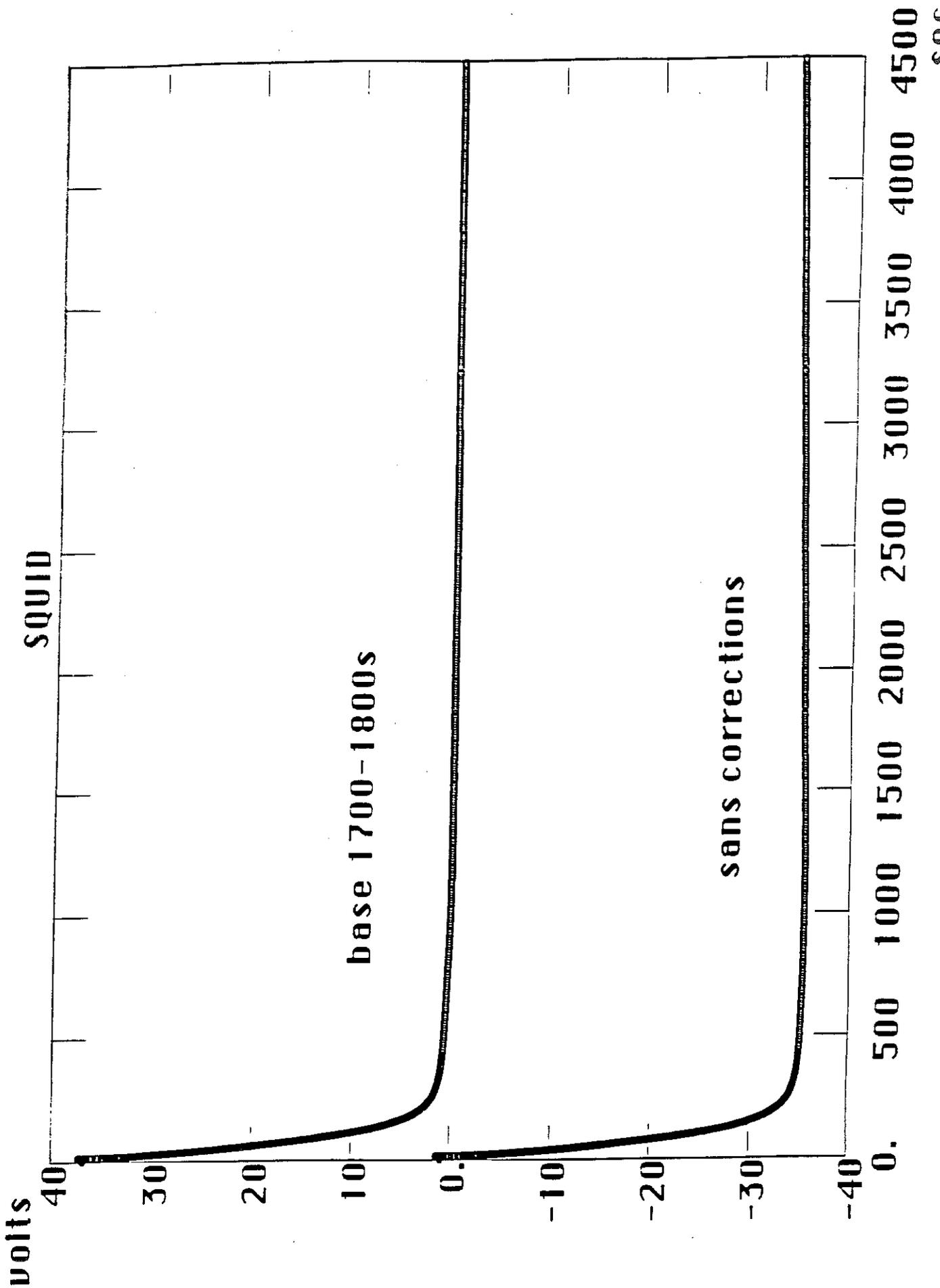


Figure III-10:
Signal du SQUID, sans et avec soustraction de la d rive

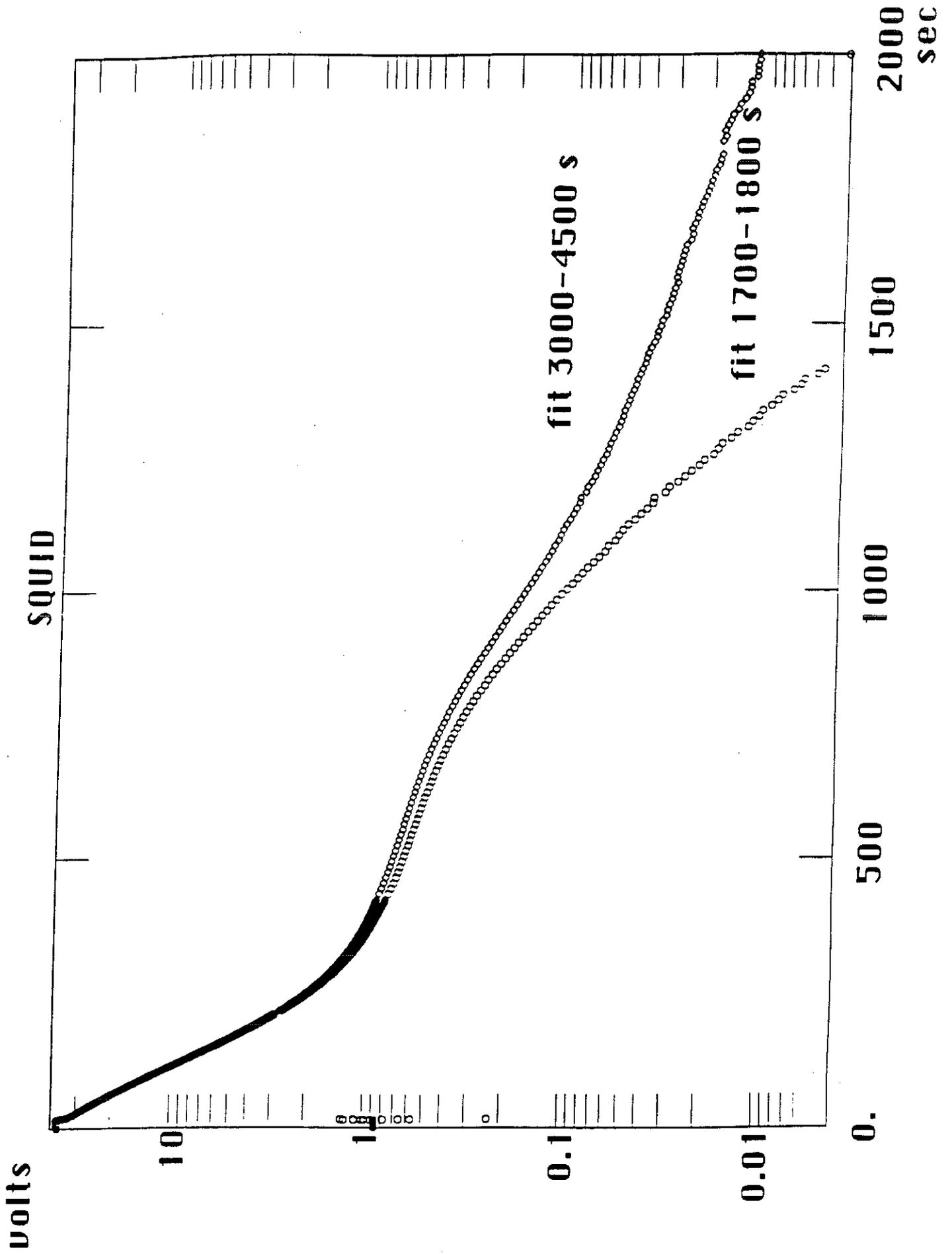


Figure III-11 :
Influence de la dérive soustraite

5) Les corrections

Les signaux thermiques et magnétiques mesurés après fusion ne sont pas uniquement liés à la relaxation de ^3He . L'élévation de température accompagnant la fusion provoque en effet des signaux parasites, qu'il est impératif de quantifier avant de déduire la courbe $m(B_T)$ de nos expériences.

L'origine de ces signaux est double :

- l'échauffement de 5 à 70 mK provoqué par la fusion induit une relaxation des spins d'argent vers leur nouvel équilibre, correspondant à une aimantation plus faible. Par lui-même, ce processus entraînerait une variation du signal du SQUID, et aussi une diminution de température, car il faut fournir de l'énergie aux spins pour les dépolariser. Nous devons évaluer ces deux contributions, pour les soustraire des signaux bruts.
- après la fusion, les capillaires sont remplis de liquide chaud (voir chapitre I-C), à une température supérieure à celle de la cellule. Il en résulte un flux de chaleur parasite, qu'il va aussi falloir soustraire.

Nous allons traiter successivement ces deux points :

a) Correction de l'argent

Les signaux de l'argent peuvent être déterminés au moyen d'une expérience séparée à 11 Tesla, reproduisant l'échauffement de la cellule accompagnant la fusion grâce à une impulsion de chaleur de durée 3 s sur la cellule remplie de liquide à 26 bars. La température initiale doit être la même que dans l'expérience de fusion, pour avoir la même polarisation de l'argent. Ce point est contrôlé en mesurant le facteur de qualité du viscosimètre, la précision étant $\sim 10\%$ sur la température initiale, donc sur la polarisation initiale de l'argent. L'énergie totale de l'impulsion est choisie de sorte à obtenir la même température finale qu'après une fusion. Ceci assure que les spins d'argent relaxent à la même vitesse dans les deux cas. L'évolution temporelle de la polarisation et de la puissance absorbée par les spins d'argent sont alors identiques dans les deux expériences, ce qui permet d'éliminer cette contribution parasite par soustraction.

Le signal du SQUID résultant d'une telle expérience (impulsion de 9 mJ en 2 x 4.5 mJ simultanément sur CHhaut et CHbas) est montré sur la **fig. III-12**. Sur les 200 premières secondes, on relève une relaxation d'aimantation d'amplitude ~ 4 V, en accord avec la valeur prédite pour l'argent dans l'appendice D. Le caractère non monoexponentiel du signal, bien visible même en échelle linéaire, indique clairement la présence d'autres signaux parasites à long temps de relaxation. Cependant, la décroissance observée après soustraction de la dérive reste compatible avec un temps de relaxation de 140 s, déduit de la température finale après fusion (~ 80 mK) et de la loi de Korringa $\tau.T = 11$ s.K pour l'argent. Ceci est montré sur la **fig. III-13**, en échelle semi-log. Le signal brut obtenu après une fusion est également reporté, à titre de comparaison.

Le signal magnétique après fusion, corrigé pour l'argent est montré **fig. III-14**. Les deux courbes présentées correspondent à deux choix différents du domaine temporel où est évaluée la dérive du SQUID pour les deux expériences (fusion et correction). Ces domaines sont de 700 à 800 s et de 1700 à 1800 s, respectivement (le 1er choix éliminant éventuellement les signaux parasites, si ceux-ci varient \sim linéairement de 0 à 800 s). Le résultat obtenu est compatible avec une décroissance exponentielle, avec $T_1 = 68$ s, et attribué à l' ^3He liquide seul. L'écart entre les deux courbes correspond à ~ 0.5 Volts au maximum, soit $\sim 1\%$ de polarisation nucléaire. Il est remarquable que la courbe corrigée est beaucoup moins sensible au choix de la dérive que ne le sont les données brutes, pourvu qu'on choisisse la même plage d'évaluation pour les données brutes et la correction de l'argent. Ceci indique que la majeure partie des signaux parasites à long temps de relaxation existe dans les deux expériences, favorisant la thèse d'impuretés dans l'argent plutôt que de l' ^3He dans les tuyaux. En tout état de cause, cette faible influence de la dérive nous est favorable.

La même expérience démontre également l'existence d'une puissance de refroidissement effective $\dot{Q}_{\text{pulse}11\text{T}}$, principalement due à l'absorption de chaleur \dot{Q}_{Ag} par les spins (**fig. III-16**). Une faible partie de cette puissance provient cependant de la fuite thermique vers les capillaires, dont le liquide est resté froid. On peut tester cette dernière contribution par une 2^{ème} expérience séparée consistant en une impulsion de chaleur identique effectuée en champ nul. Le refroidissement par l'argent est alors absent et on voit le faible refroidissement résiduel attribué aux capillaires

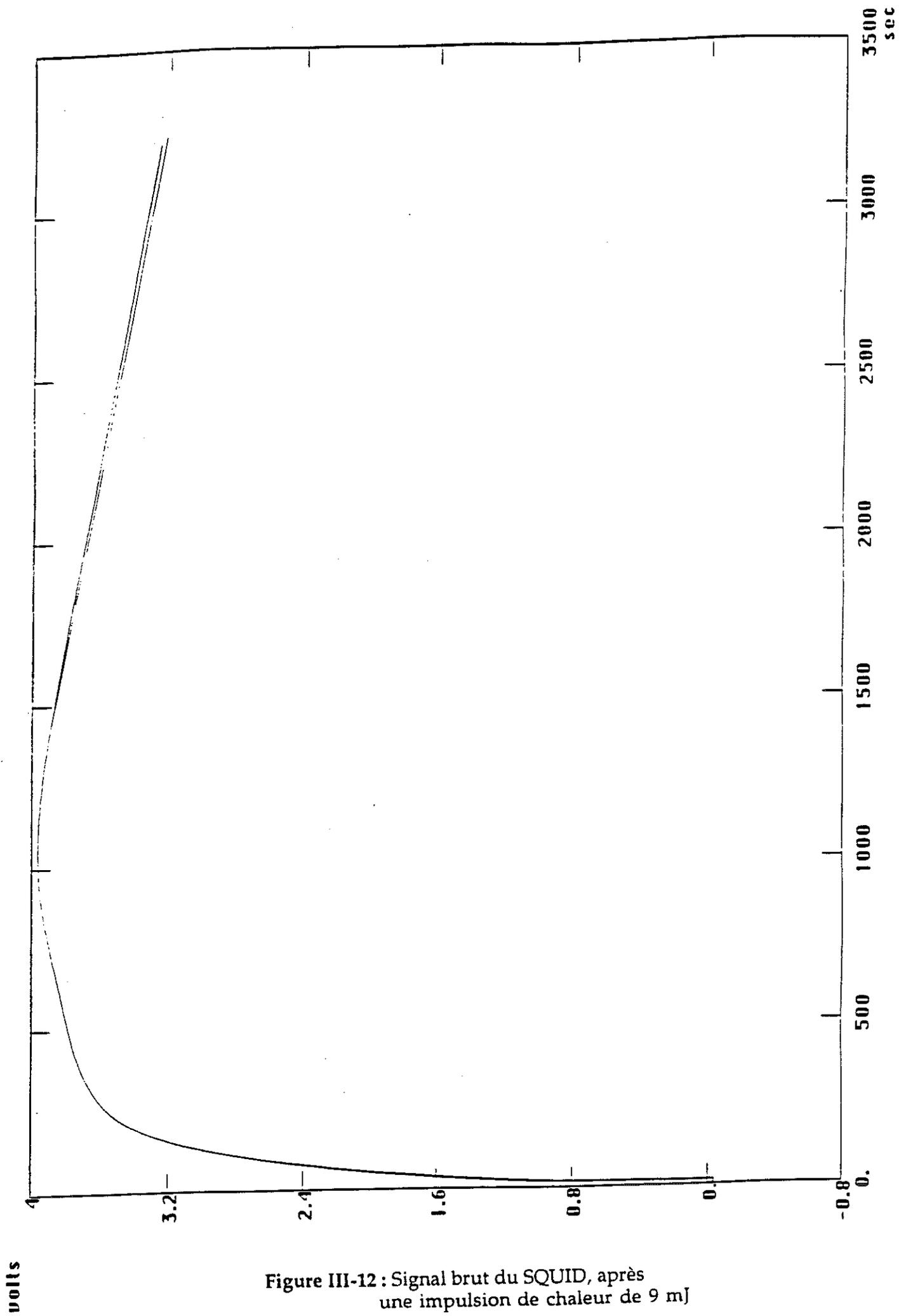


Figure III-12 : Signal brut du SQUID, après une impulsion de chaleur de 9 mJ

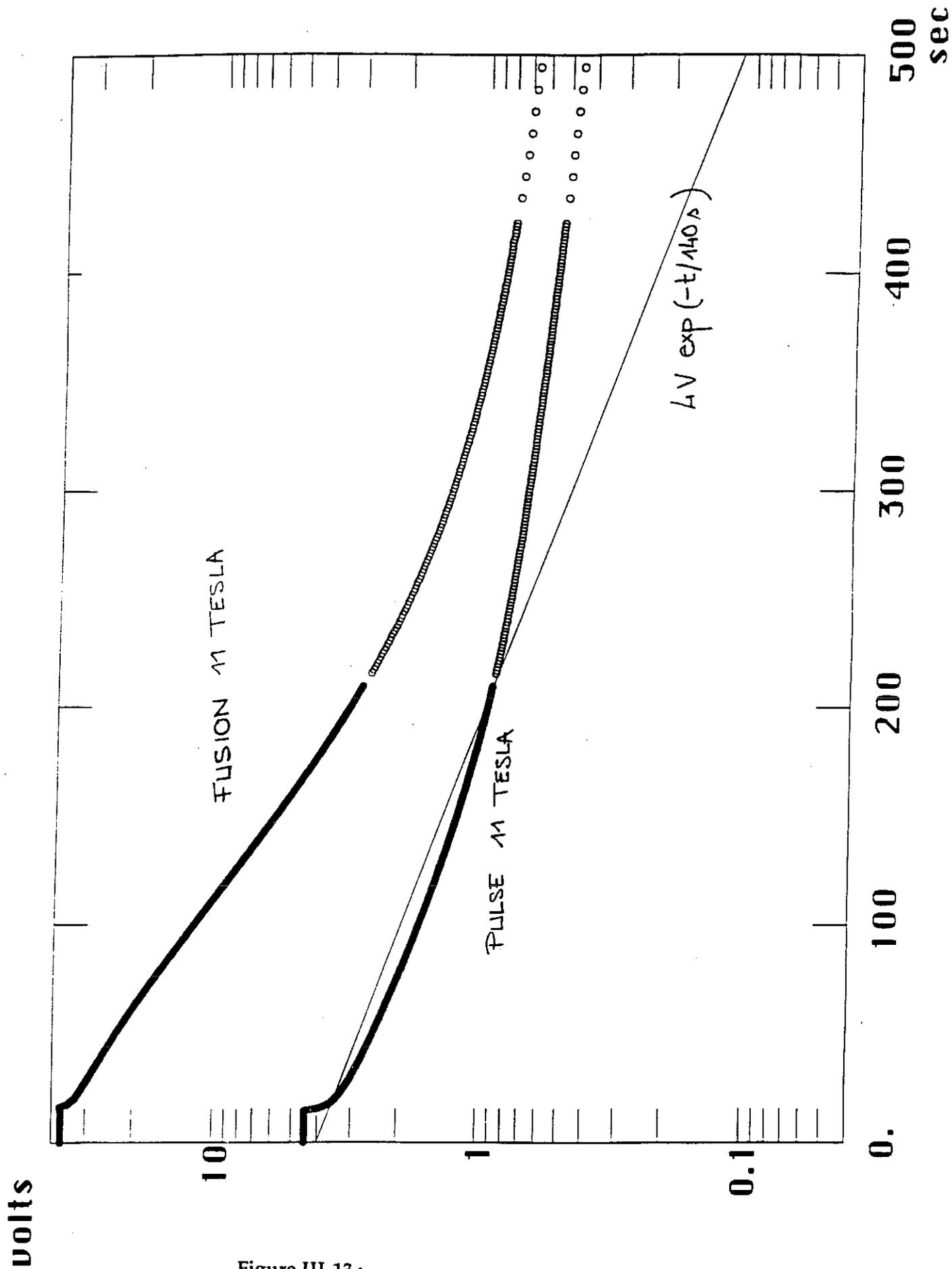


Figure III-13 :
 Réponses du SQUID à 11 Tesla,
 après une fusion et après une impulsion de chaleur

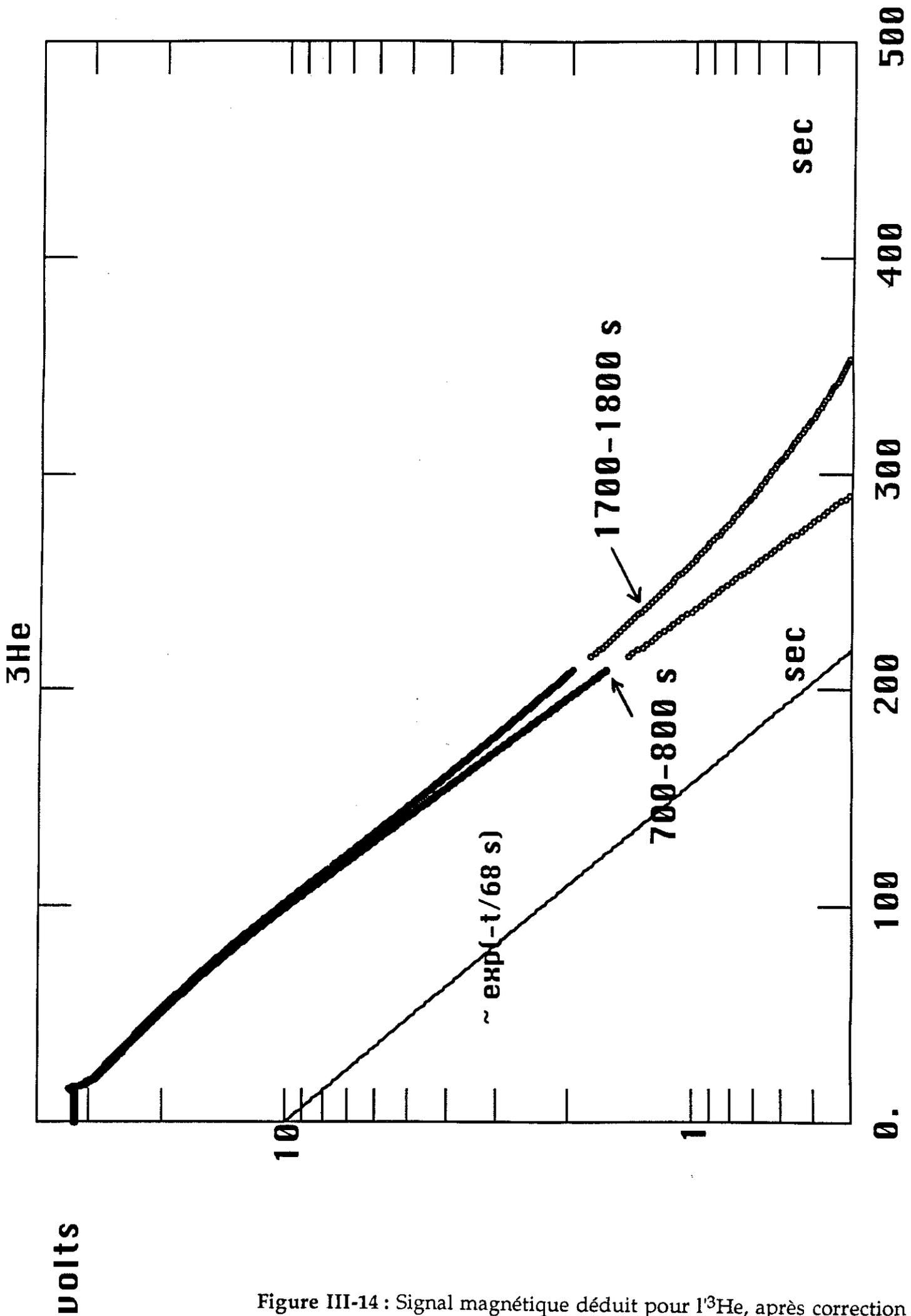


Figure III-14 : Signal magnétique déduit pour ${}^3\text{He}$, après correction

froids. La puissance de refroidissement correspondante est $\dot{Q}_{\text{pulse}0T}$ et on a $\dot{Q}_{\text{pulse}11T} = \dot{Q}_{\text{Ag}} + \dot{Q}_{\text{pulse}0T}$. Notons que la décroissance rapide aux temps courts observée dans les deux cas **fig. III-16** est sans doute liée à la relaxation du fort gradient de température créé initialement entre l'argent et l' ^3He par l'impulsion de chaleur. On constate que la contribution des capillaires froids ($\dot{Q}_{\text{pulse}0T}$) n'a d'influence qu'à $t < 50$ s environ. On déduit qu'au-delà de ce temps, $\dot{Q}_{\text{pulse}11T} \approx \dot{Q}_{\text{Ag}}$. Le temps de relaxation et l'énergie totale relaxée par l'argent, prédits respectivement par la relation de Korringa et la variation d'enthalpie des spins d'argent, sont $\tau = 130$ s et $Q_{\text{Ag}} = 0.54$ mJ.

b) Correction des capillaires chauds

Le dernier effet est inversé après une fusion puisqu'alors les capillaires sont remplis de liquide chaud (car non refroidi par le ballast). On peut quantifier ce point en effectuant une 3^{ème} expérience séparée de fusion en champ nul. On observe alors effectivement un échauffement de la cellule, correspondant à une puissance $\dot{Q}_{\text{fusion}0T}$ due à la lente thermalisation du liquide résiduel mal couplé thermiquement au ballast puisque non contenu dans du fritté. Cette contribution, montrée **fig. III-15**, équivaut typiquement, comme d'ailleurs celle de l'argent, à 10% de la puissance totale relaxée après une fusion à 11 Tesla (**fig. III-15**).

Le signal thermique de l' ^3He seul est alors obtenu en ajoutant à la puissance thermique mesurée après la fusion à 11 T, les puissances thermiques mesurées lors des 3 expériences séparées, avec le bon signe. Cette procédure est résumée dans le tableau ci-dessous :

	^3He	Ag	Tuyaux chauds	Tuyaux froids
Fusion 11 T	1	1	1	0
- Pulse 11 T	0	1	0	1
- Fusion 0 T	0	0	1	0
+ Pulse 0 T	0	0	0	1
Total :	1	0	0	0

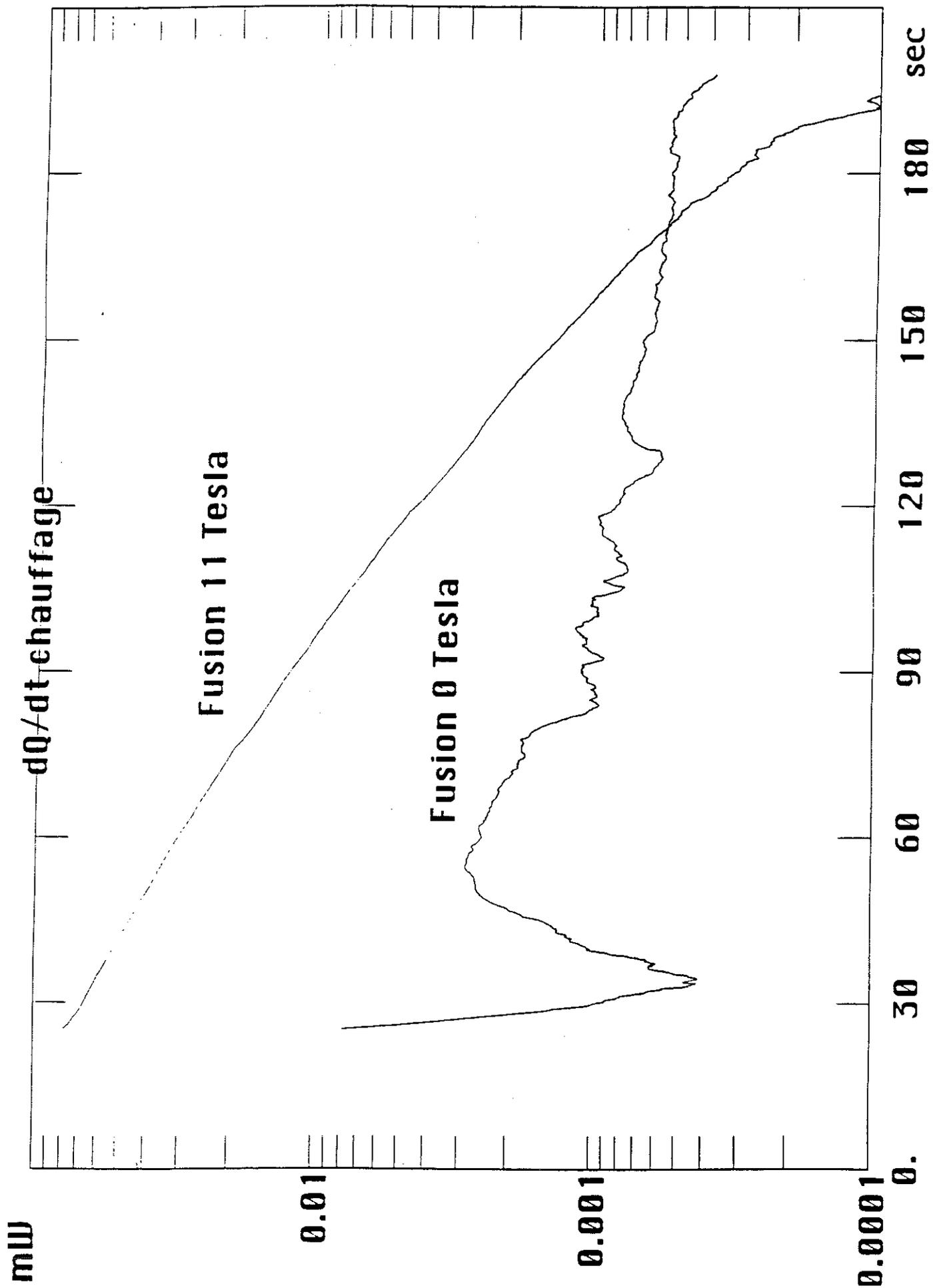


Figure III-15:
Puissances thermiques de chauffage

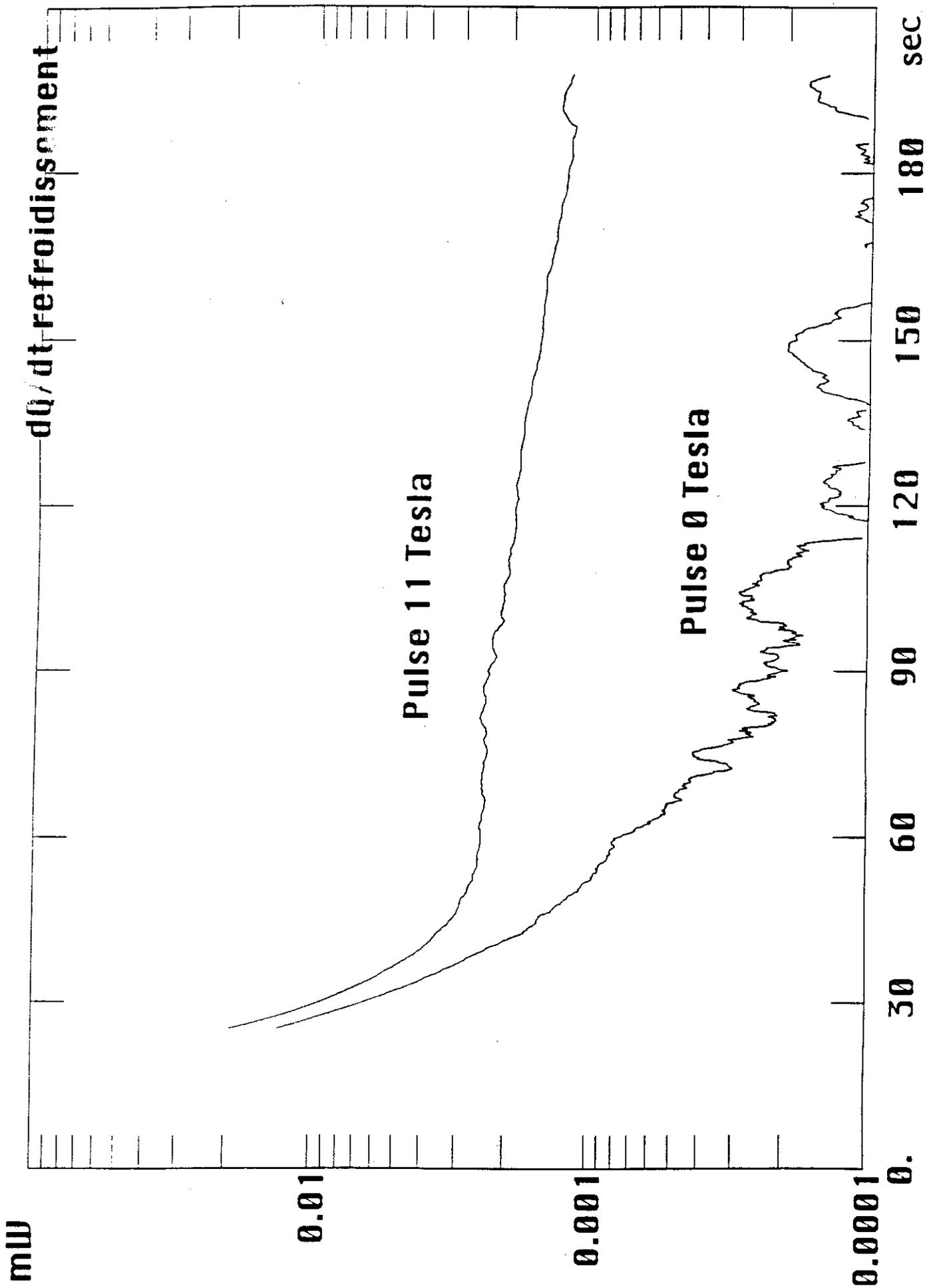


Figure III-16 :
Puissances thermiques de refroidissement

Il faut noter que la correction $\dot{Q}_{\text{fusion}0T}$ due aux capillaires chauds est moins bien contrôlée que les autres car la température du liquide dans les capillaires dépend certainement de l'entropie du solide initial, donc du champ. C'est pourquoi les expériences futures s'efforceront de réduire cette correction, en jouant sur le diamètre des capillaires.

c) Signal corrigé

La fig. III-17 représente la puissance de chauffage \dot{Q}_3 corrigée selon la procédure décrite ci-dessus et attribuée à la seule relaxation des spins d' ^3He du liquide polarisé. La relaxation est quasi-exponentielle avec un temps caractéristique de $35 \text{ s} = T_1/2$, comme attendu. La puissance initiale est $\sim 94 \mu\text{W}$, soit une énergie totale de $\sim 0.094 \times 34 = 3.2 \text{ mJ}$ libérée par l' ^3He .

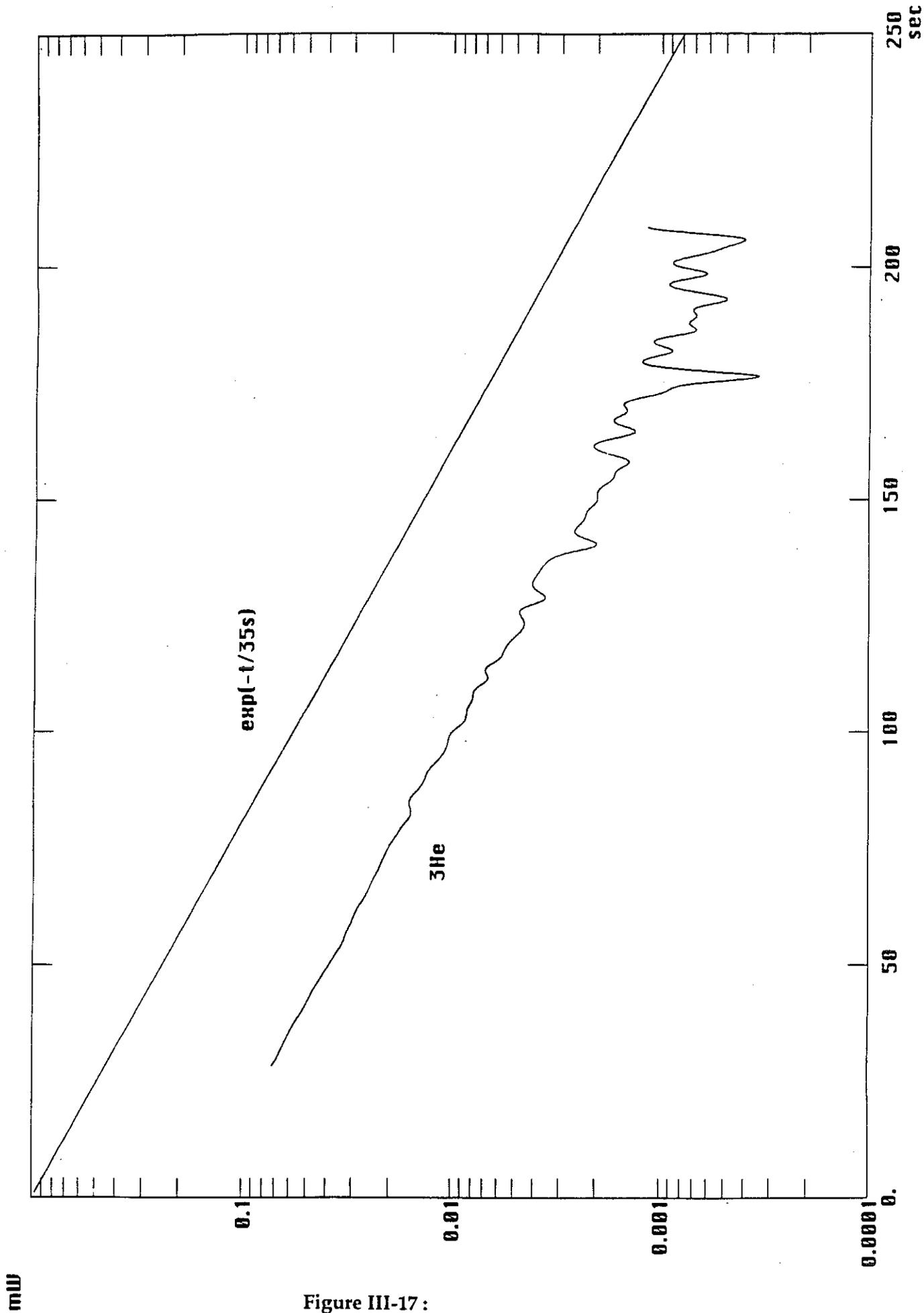


Figure III-17 :
Puissance thermique de chauffage déduite pour ^3He

B). RESULTATS SUR L' ³HE

1) Relation m (B_T) à 26 bars

La courbe de la fig. III-18, fabriquée à partir du signal corrigé, montre l'énergie relaxée par l'³He en fonction de la variation de polarisation. Pour cette dernière, la plus grande valeur mesurable est $\delta m \sim 0.6$.

La pente dQ/dm (m) de cette courbe donne la quantité $B_T - B_a$ pour une polarisation donnée, ce qui permet de tracer la courbe $m(B_T - B_a)$ de la fig. III-19. La droite représente le comportement bas champ attendu à 90 mK (température à la fin de la relaxation), déduit des mesures de Ramm *et al.* par la formule déjà discutée au chapitre I :

$$m/B_T(m,T) = (R \mu_3/k)^{-1} \chi_{\text{mol}}^0 / (1 - \alpha T^2)$$

et $m=0$ pour $B_T = 0$.

Le fait que la courbe $m(B_T)$ déduite présente le bon comportement bas champ (dans la limite de la résolution expérimentale) est un test de la validité de la méthode de mesure et de la procédure de correction, puisque la droite prédite ne dépend d'aucun paramètre ajustable.

Les barres d'erreur indiquées ont été déterminées à partir des bornes sur la reproductibilité des corrections.

On constate que la quantité $B_T - B_a$ obtenue à forte polarisation est plus grande de $\sim 30\%$ que celle extrapolée du régime linéaire bas champ, et vaut environ 200 Tesla à $m=0.6$.

Ceci est le résultat le plus important tiré des expériences de fusion. Il faut donc être attentif aux artefacts possibles :

(i) transitoires liés à la relaxation des gradients thermiques après la fusion, faussant la mesure de la puissance thermique. C'est le point le plus délicat à tester.

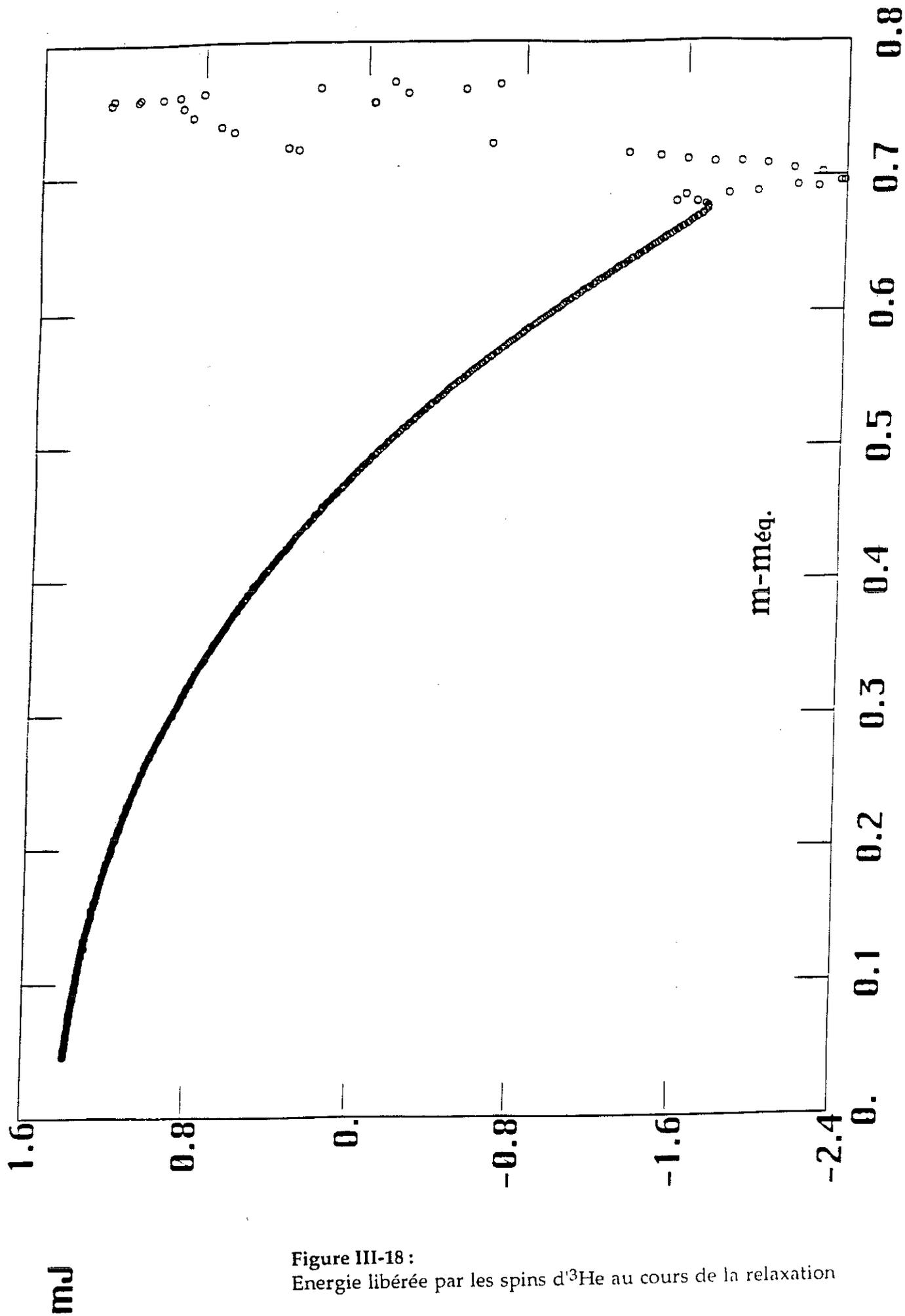


Figure III-18 :
 Energie libérée par les spins d³He au cours de la relaxation

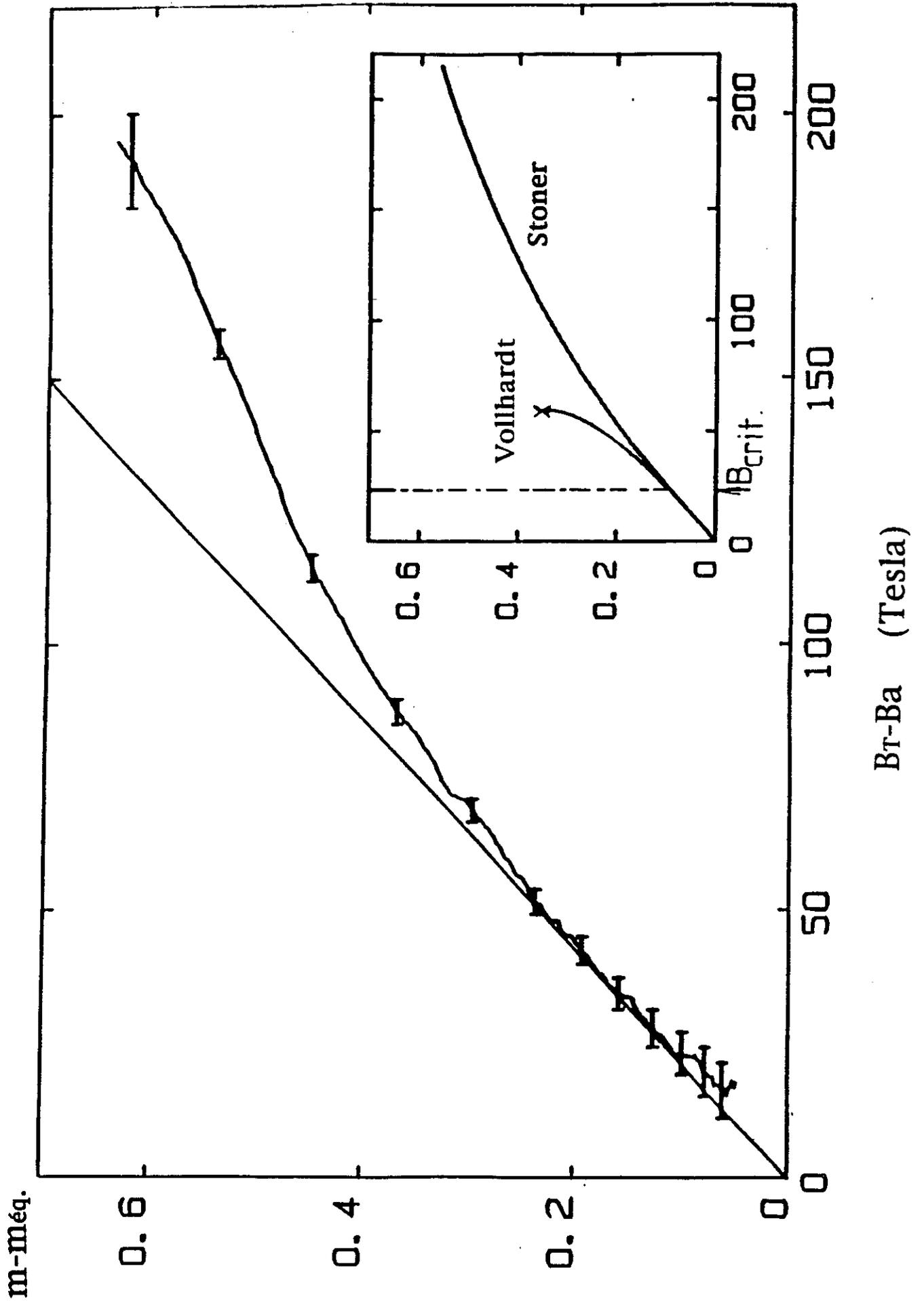


Figure III-19:
 Courbe d'aimantation de l' ^3He liquide dégénéré, à $P=26$ bars

(ii) dépendance en m de la chaleur spécifique du liquide, faussant la conversion résistance-puissance thermique.

(iii) variation de température de 70 à 90 mK pendant la relaxation, provoquant un changement de susceptibilité avec le temps, et donc une courbure sur $m(B_T)$.

Pour tester le point (i), il faut considérer l'évolution thermique après une fusion en champ nul, où le signal n'est pas noyé dans celui de l'argent (fig. III-15) : pour $t > 60$ s, l'effet observé est celui du réchauffement par les tuyaux. Par contre, la rapide baisse initiale ($t < 30$ s) de la puissance de chauffage correspond sans doute à la relaxation de la différence de température entre l' ^3He polarisé (chaud) et le thermomètre (froid). Le raccordement entre les deux régimes n'est pas bien compris, mais en tout état de cause, l'erreur sur la puissance libérée, due à la relaxation thermique initiale, reste inférieure à 10% des 60 μW totaux d'une fusion sous champ, dès $t = 30$ s, soit 15 s après la fusion. On pourra objecter que dans cet argument, nous supposons que la conduction thermique de l'argent, et donc le temps de relaxation des gradients thermiques, ne dépend pas du champ, ce qui est loin d'être évident. La fig. III-16, où la décroissance rapide initiale de la puissance de refroidissement est liée à la relaxation de la différence de température entre l'argent (cette fois surchauffé) et l' ^3He , montre cependant peu d'effet du champ, ce qui pourrait justifier notre argument. Pour échapper à ce problème, nous pouvons de toute façon considérer la relaxation thermique initiale dans le cas de l'impulsion de chaleur à 11 Tesla : elle est plus lente que dans le cas de la fusion à champ nul, ce qui pourrait provenir de la position "idéale" de R4, vis-à-vis des expériences de fusion (cf § II-A-2). L'erreur induite par cette relaxation thermique vaut ~ 6 μW à $t = 30$ s (10 μW au total moins 4 μW dus au refroidissement par l'argent), soit 10% de la puissance thermique libérée après une fusion sous champ.

En conclusion, les erreurs introduites par la relaxation des gradients thermiques sont au maximum de 10% à 15 s après la fusion, alors que $m_{\text{éq.}}$ vaut encore ~ 0.55 . Ces erreurs ne peuvent alors éliminer la courbure observée sur le graphe $m(B_T - B_a)$ de la fig. III-19.

Le point (ii) sera traité en détail au chapitre IV-A-1. Indiquons dès maintenant que l'effet sur les mesures de la dépendance en m de la chaleur spécifique du liquide est rendu négligeable (<2%) par la présence du ballast thermique.

On peut tester le point (iii) en traçant également la droite bas champ attendue à 70 mK (fig. III-20) : si la susceptibilité du liquide ne dépendait pas du champ, la courbe obtenue se situerait entre les deux droites correspondant à 70 et 90 mK, ce qui n'est pas le cas.

L'incertitude la plus importante (~10%) provient du choix du thermomètre utilisé pour exploiter les données. On note sur la fig. III-5 une différence sur les thermomètres après une fusion à 11 tesla, différence qui ne s'amortit qu'aux temps longs ($t > 1000$ s). Cet effet n'est pas dû au chauffage par $l^3\text{He}$: l'effet observé est le même après une fusion et après une impulsion de chaleur (à 11 Tesla); par contre, cet effet n'existe pas à champ nul. Une possibilité est que les thermomètres ne soient pas en équilibre avec la cellule, l'origine de cet écart étant lié au brusque changement de température initial, ainsi qu'au champ. Ceci évoque une puissance thermique relaxée à partir des thermomètres eux-mêmes, peut-être due à la mise en équilibre thermique des spins dans les fils de contact (en CuNi), ou des contacts eux-mêmes (laque à l'argent). Ceci provoquerait un sur-refroidissement des thermomètres par rapport à la cellule, dont la valeur dépend de la résistance thermique de contact entre le thermomètre et la cellule, différente d'un thermomètre à l'autre.

Cependant, l'incertitude sur le $\overset{\circ}{Q}_3$ liée au choix du thermomètre est très largement éliminée par la procédure de correction de l'argent. L'incertitude résiduelle reste nettement inférieure à l'écart observé sur nos courbes d'aimantation par rapport à la loi bas champ.

Pour terminer, la fig. III-21 montre l'influence des corrections sur le résultat final. On constate que l'effet de courbure est indépendant des corrections.

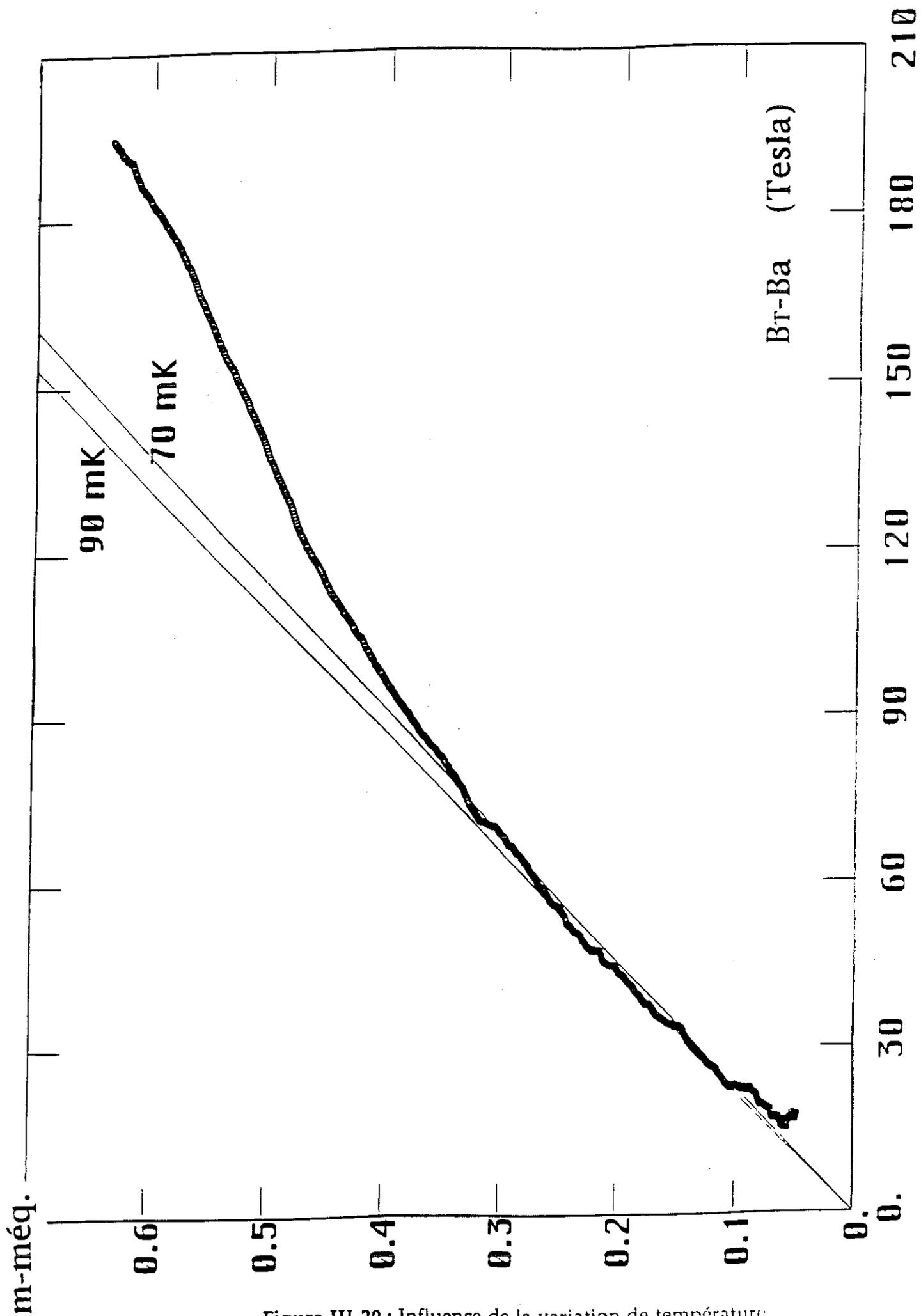


Figure III-20 : Influence de la variation de température au cours de la relaxation

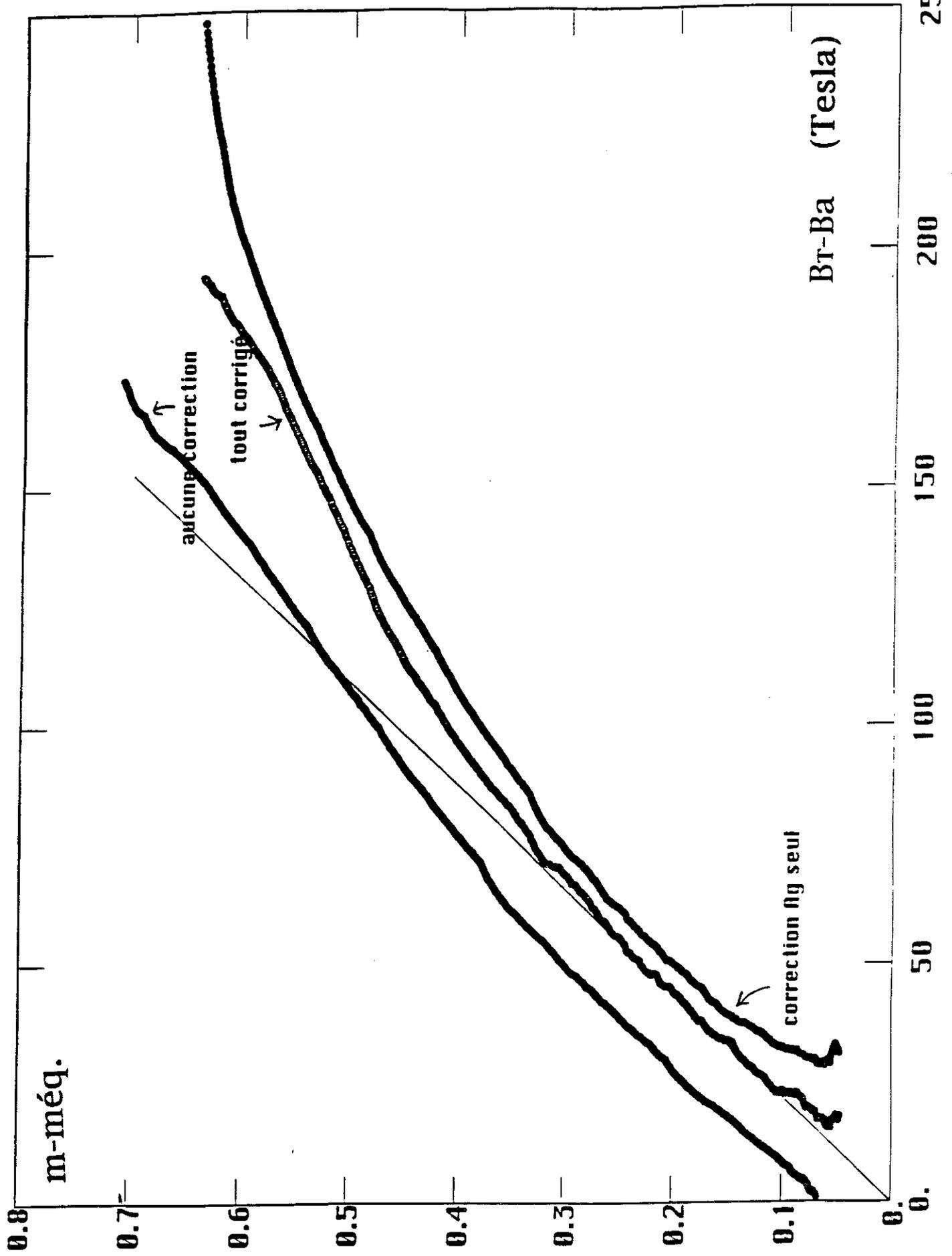


Figure III-21 : Influence des corrections sur la courbe d'aimantation déduite

2) Comparaison aux théories

A partir d'une théorie proposant l'équation d'état magnétique $m/B_{\text{eff}} = \chi(m,T)$ pour ^3He , on peut calculer le résultat que donnerait notre expérience pour cette théorie, compte tenu de la correction entropique.

B_T est déterminé par :

$$B_T(m,T) = B_{\text{eff}} - T (\partial B / \partial T)_m = m \cdot \{ \chi^{-1} - T (\partial \chi^{-1} / \partial T)_m \}$$

La courbe expérimentale obtenue (fig. III-19) est en désaccord avec le modèle presque localisé de Vollhardt [V1], prédisant une transition métamagnétique pour $m \sim 0.2$ ($B_{\text{eff}} \sim 50$ Tesla).

De même, le caractère pseudo-métamagnétique du liquide, prédit par le modèle de Bedell et al. [B2],[B3] est également invalidé par nos résultats (fig. III-22). Notons que la forte déviation observée par rapport à notre courbe expérimentale ne reflète pas le comportement réel de la susceptibilité dans le cadre de ce modèle, mais la forte dépendance en m de l'entropie, qui affecte fortement la quantité $B_T = B_{\text{eff}} + T (\partial S / \partial M)$ à 90 mK (qui serait mesurée par notre expérience).

Par contre, nos résultats sont en accord avec le modèle de Stoner, dont le résultat est donné pour m arbitraire et $T=0\text{K}$ par $B_{\text{eff}} \sim \{ [3S/4] [(1+m)^{2/3} - (1-m)^{2/3}] + [1-S] m \}$ avec $S = 21.3$ tiré de la référence [R1]. L'accord est quantitatif en ce qui concerne l'ordre de grandeur de la courbure de $B_{\text{eff}}(m)$. Comme il a été souligné par Béal-Monod *et al.*, le modèle de Stoner n'est pas en mesure de rendre compte de la différence (13%) sur $\chi(m=0)$ entre $T=0\text{K}$ et $T=0.09\text{K}$ (température en fin de relaxation), contrairement au modèle des paramagnons [B1] (notons que le résultat du modèle de Stoner s'identifie à celui du modèle des paramagnons à $T=0\text{K}$). Une comparaison précise de nos résultats expérimentaux avec ce dernier modèle serait donc souhaitable. Cependant, pour les faibles polarisations ($m < 0.3$), la différence entre le résultat à 0K et 0.09K se situe bien en deçà de notre résolution expérimentale, tandis que pour des polarisations plus élevées, le développement en puissances de m de la susceptibilité ne s'applique plus. Nous concluons qu'à l'heure actuelle, on ne peut pas tester le modèle des paramagnons de façon précise. Pour progresser, il faudrait soit une extension de ce modèle aux fortes valeurs de m , soit des mesures de

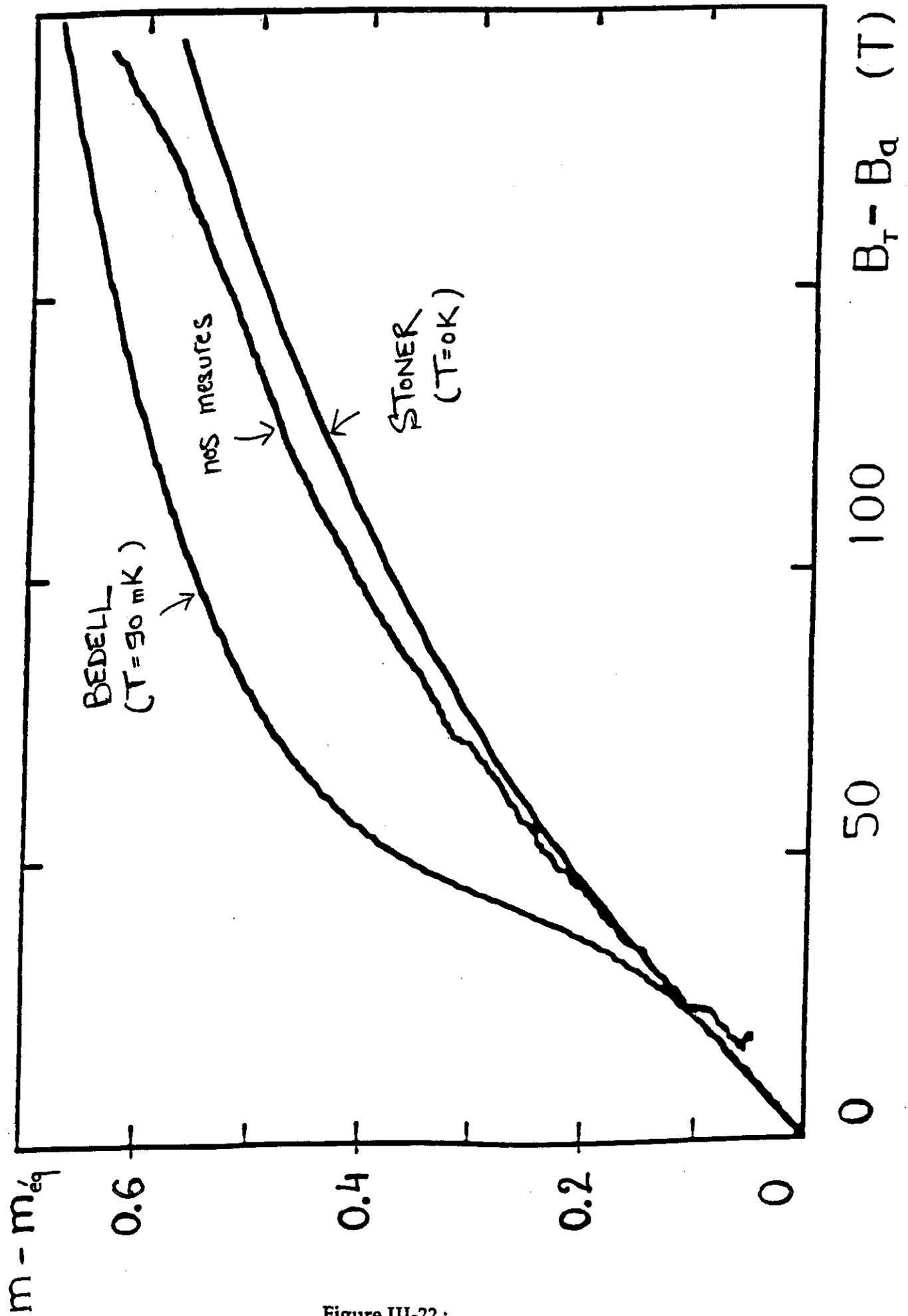


Figure III-22 :
 Comparaison à quelques modèles théoriques

susceptibilité de haute précision aux faibles valeurs de m . Ce dernier point est la motivation principale de l'expérimentation en fort champ statique que nous avons développée en parallèle avec les expériences de fusion rapide, et qui est relatée dans la 2ème partie de cette thèse.

IV. Tests expérimentaux

A). TESTS THERMIQUES

1) Effet de la polarisation sur la chaleur spécifique du liquide

La procédure de détermination de l'énergie néglige la dépendance en m de la chaleur spécifique du liquide pendant la relaxation. Ceci conduit à une erreur sur le champ B_T déduit. Compte tenu de la présence du ballast thermique ($C_{\text{ballast}} \sim 9 C_{3 \text{ exp}}$ à 70 mK) cette erreur est cependant atténuée. Ainsi, la chaleur spécifique totale, l'échantillon ayant la polarisation m , est nécessairement supérieure à 90% de la chaleur spécifique totale à l'équilibre de polarisation, qui est celle employée pour déterminer la chaleur libérée et donc $B_T(m)$. Le champ B_T peut donc être surévalué au maximum de 10%. Ceci ne supprimerait pas la courbure négative observée. (pour $m=0.6$, l'écart du champ au régime linéaire est, rappelons-le, de 30%).

Il serait néanmoins souhaitable de chiffrer l'erreur commise en confondant C_m et C_0 , dans la perspective d'une comparaison quantitative aux théories. Dans ce but, nous avons directement mesuré C_m au cours d'une fusion sous 11 Tesla en tirant partie du faible temps d'équilibrage thermique de notre cellule.

A cet effet, nous avons effectué une fusion sous 11 Tesla, suivie de 4 impulsions de chaleur sur CHhaut pendant la relaxation du liquide. La durée de chaque impulsion est 0.9 s et l'énergie par impulsion $\sim 1\text{mJ}$. Ceci correspond à un δT de ~ 5 mK par impulsion, soit une température finale après relaxation $T_{ff} \sim 110$ mK (au lieu de 90 mK) pour $T_f \sim 70$ mK après fusion (fig. IV-1). La pression du liquide varie entre 25 et 25.2 bars entre le début et la fin de la relaxation.

L'énergie en fonction du temps, déduite des mesures de résistances à partir de la correspondance $Q(R)$ déterminée à $m=0$, est représentée sur la fig. IV-2, ainsi que le signal du SQUID corrigé pour l'argent.

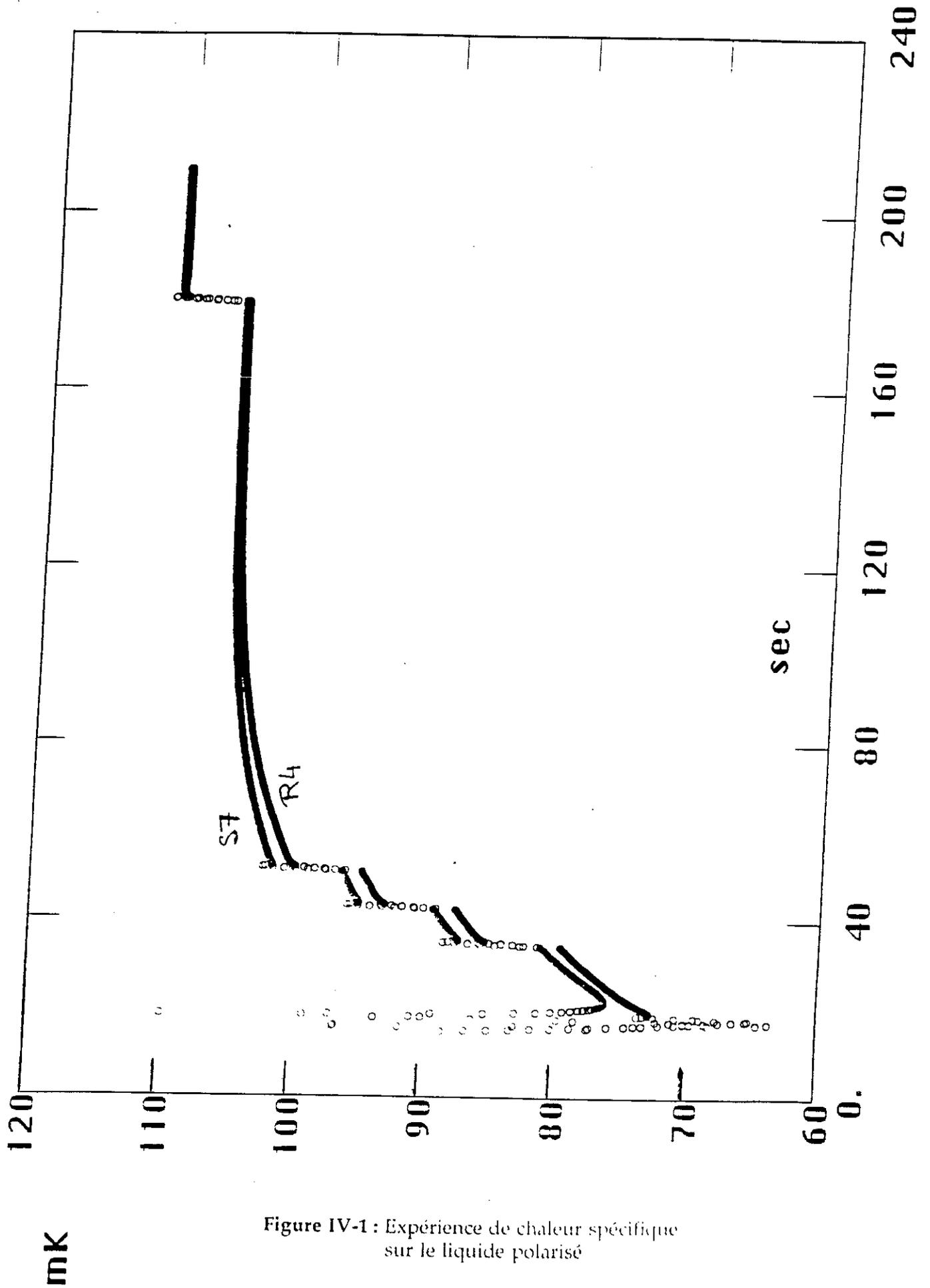


Figure IV-1 : Expérience de chaleur spécifique sur le liquide polarisé

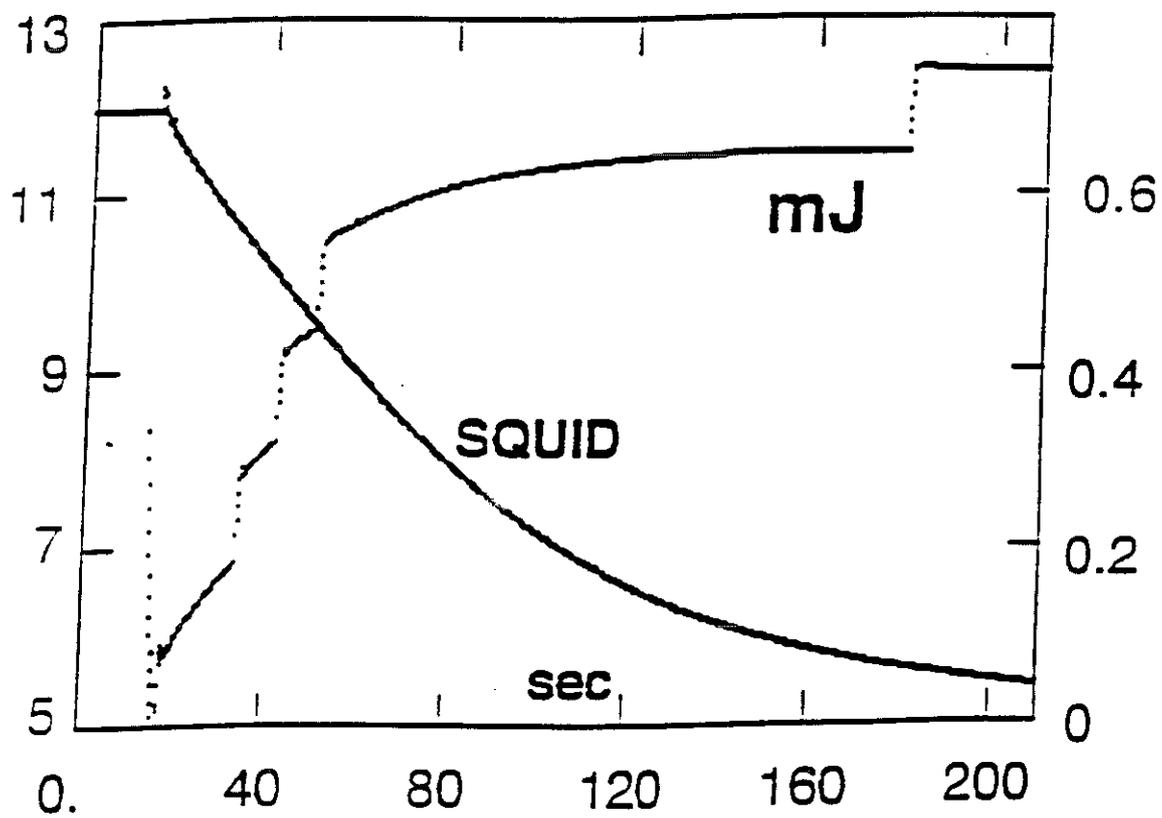
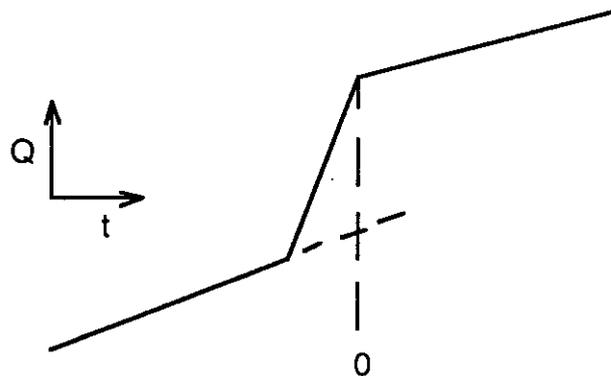


Figure IV-2 : Evolution de la polarisation et de l'énergie au cours de l'expérience de chaleur spécifique

Pour exploiter les mesures, on fait un ajustement des sauts d'énergie et on compare les sauts entre eux (la détermination absolue de l'énergie n'est donc pas nécessaire).

Les trois premières impulsions, effectuées tôt après la fusion, correspondent respectivement à $m-m_{\text{éq.}} = 0.57$, 0.51 , 0.41 , tandis que la dernière, en fin de relaxation, correspond à $m-m_{\text{éq.}} = 0.06$. Ceci permet de comparer $C_3(m \sim 0.6)$ à $C_3(m \sim 0.1)$ car $m_{\text{éq.}} \sim 0.04$.

La procédure utilisée pour déterminer l'amplitude des sauts est la suivante : on ajuste la courbe avant et après un saut dans deux fenêtres correspondantes, dont on fait varier la taille pour comparer. Les positions des fenêtres sont définies par $[\pm P, \pm(P+N)]$, l'unité étant le point de mesure (0.15 s entre 2 points) et l'origine fixée à la fin d'une impulsion donnée. La valeur du saut est alors donnée par la différence des 2 courbes ajustées, déterminée à l'origine :



En pratique, on ne constate aucune différence significative entre un ajustement exponentiel de la forme $A+B\exp(-t/34s)$ et un ajustement linéaire $C+Dt$.

Un test de χ^2 effectué à partir de l'erreur déterminée sur les 100 derniers points du fichier indique que les valeurs déduites pour les sauts d'énergie ne varient pas de manière significative en fonction de la taille des fenêtres ($P=10$). Moyennant quoi, on trouve, à partir de R4 et S7 :

	R4	S7	m
Impulsio. 1	: 0.960 ± 0.005 mJ	0.975 ± 0.01 mJ	0.6
" 2	: 0.965 ± 0.005 mJ	0.97 ± 0.01 mJ	0.55
" 3	: 0.965 ± 0.01 mJ	0.96 ± 0.01 mJ	0.45
" 4	: 0.960 ± 0.005 mJ	0.955 ± 0.01 mJ	0.1

On constate un décalage entre les valeurs déduites à partir de chacun des thermomètres, surtout marqué pour l'impulsion 1. Par ailleurs, les valeurs déduites de R4 sont légèrement inférieures à la valeur attendue (0.971 ± 0.001 mJ) et ne présentent pas d'évolution systématique avec la polarisation, au contraire de celles déduites de S7, qui sont toutefois entachées de plus grandes barres d'erreur (appareil de mesure différent). Au total, ces valeurs permettent de déterminer une borne sur la variation de chaleur spécifique de la cellule :

$$|(C_{\text{tot}}(0.6) - C_{\text{tot}}(0.1))/C_{\text{tot}}(0.1)| = 2 \%$$

En ce qui concerne l'expérience de fusion rapide, l'erreur introduite sur le champ B_T pour m grand est donc très inférieure devant la déviation au régime linéaire observée ($\sim +30\%$ à $m=0.6$).

De la valeur ci-dessus, on déduit, pour ${}^3\text{He}$ (en prenant $C_{\text{ballast}} > 8 C_{3\text{exp}}(0)$, d'après calcul) :

$$|(C_3(0.6) - C_3(0.1))/C_3(0.1)| < 18 \%$$

$$\text{soit certainement : } |\Delta C_3(0.6)/C_3(0)| < 20 \%$$

Comparons cette valeur à celle que donnerait l'extrapolation aux grandes valeurs de m du régime bas champ, pour lequel s'appliquent les relations suivantes :

$$M_{\text{mol}} = \chi_{\text{mol}}(T) \cdot B_{\text{eff}} \quad \text{avec} \quad \chi_{\text{mol}}(T \rightarrow 0) = \chi_{\text{mol}}(0) \cdot (1 - \alpha T^2)$$

La relation de Maxwell $(\partial M_{\text{mol}}/\partial T)_{B_{\text{eff}}} = (\partial S_{\text{mol}}/\partial B_{\text{eff}})_T$ conduit, avec $\chi(0) = C_{3\text{mol}}(0)/(RT)$ et $T^* = R(\mu_3/k)^2/\chi_{\text{mol}}(0)$, à :

$$(1/C_3(0)).(\partial C_3/\partial m)_T = - 2 \alpha T^* (1 + 6 \alpha T^2) m / \gamma(0) \quad \text{au 1}^{\text{er}} \text{ ordre en } \alpha T^2$$

soit, à T fixé : $\Delta C_3(m)/C_3(0) = - \alpha T^* (1 + 6 \alpha T^2) m^2 / \gamma(0)$

pour P=25 bars ($v=26.8 \text{ cm}^3/\text{mol}$) et T=0 K , on a :

$$\gamma(0) \approx 4 \text{ K}^{-1}$$

$$\alpha \approx 14 \text{ K}^{-2}$$

$$T^* \approx 0.2 \text{ K}$$

$$\Delta C_3(m)/C_3(0) = - \alpha T^* m^2 / \gamma(0) \approx - 0.7 m^2$$

soit : $\Delta C_3(0.6)/C_3(0) \approx - 25 \% \text{ à } T=0 \text{ K}$

A température finie, l'écart augmente, à cause du terme $1+6 \alpha T^2$ et de la diminution de $\gamma(0)$. Ainsi, pour T=0.08 K et T= 0.1 K, on a respectivement: $1+6 \alpha T^2 = 1.54$ et 1.84 et $\gamma(0)_{0K}/\gamma(0)_{T\text{fini}} = 1.44$ et 1.58 , d'où :

$$- 55 \% < \Delta C_3(0.6)/C_3(0) < - 73 \% \quad \text{pour } 80 \text{ mK} < T < 100\text{mK}$$

(à comparer à la borne expérimentale de 20%)

Ces résultats supposent la susceptibilité indépendante du champ. On peut considérer le fait que la valeur expérimentale est bien en dehors de cette plage comme une indication supplémentaire que le régime bas champ ne s'applique pas pour les fortes polarisations.

2) Fiabilité de la mesure d'une puissance thermique

Afin de tester la fiabilité de notre méthode de détermination de l'énergie en fonction du temps, nous avons injecté (sous 11 Tesla) une puissance thermique bien définie sur la cellule remplie de liquide sous pression, la température initiale étant comparable à celle obtenue après une fusion. La chaleur totale est typiquement 3 mJ et injectée en $\exp(-t/34 \text{ s})$ pour simuler l'énergie libérée par ${}^3\text{He}$ après fusion. La puissance correspondante est donc $\dot{Q}(t) = (3/34)\text{mW}.\exp(-t/34\text{s})$, ce qui correspond par exemple à un courant de 0.5235 mA $\exp(-t/68 \text{ s})$ dans CHhaut ($R=322 \Omega$).

La puissance thermique, déterminée, comme dans les expériences de fusion, au moyen de l'ajustement de $Q(R)$ (relation énergie-résistance) à 11 Tesla, est mesurée en fonction du temps. La comparaison de cette puissance mesurée à la puissance injectée permet alors de tester deux points :

- la bonne homogénéité thermique de la cellule : Si la cellule n'est pas à une température uniforme, les deux puissances thermiques ne coïncideront pas.

- la précision de l'ajustement de $Q(R)$ (fig. III-1)

En pratique, nous avons effectué cette comparaison en traçant la quantité $\dot{Q}_{\text{mesuré}}(t).\exp(+t/68)$ en fonction de $\dot{Q}_{\text{injecté}}(t).\exp(+t/68)$. Le facteur $\exp(+t/68)$ permet de donner le même poids aux temps longs que dans un graphe expérimental ($m-m_{\text{éq.}}$, B_T-B_a). En effet, les deux quantités décroissent alors théoriquement en $\exp(-t/68)$, de même que $m-m_{\text{éq.}}$ et B_T-B_a après une fusion. La représentation ci-dessus est donc analogue à celle d'un graphe ($m-m_{\text{éq.}}$, B_T-B_a) pour lequel on n'attendrait pas de déviation par rapport à la linéarité.

Le graphe correspondant pour R4 est donné fig. IV-3 . On observe un écart de $\sim 3\%$ par défaut sur la puissance mesurée par rapport à la puissance injectée. Cette différence, observée aussi bien sur S7 que sur R4, est typique de toutes les expériences effectuées en injectant 3mJ en $\exp(-t/34 \text{ s})$, quelle que soit la résistance de chauffage utilisée (CHhaut ou CHbas), et pour une température initiale $\sim 80 \text{ mK}$.

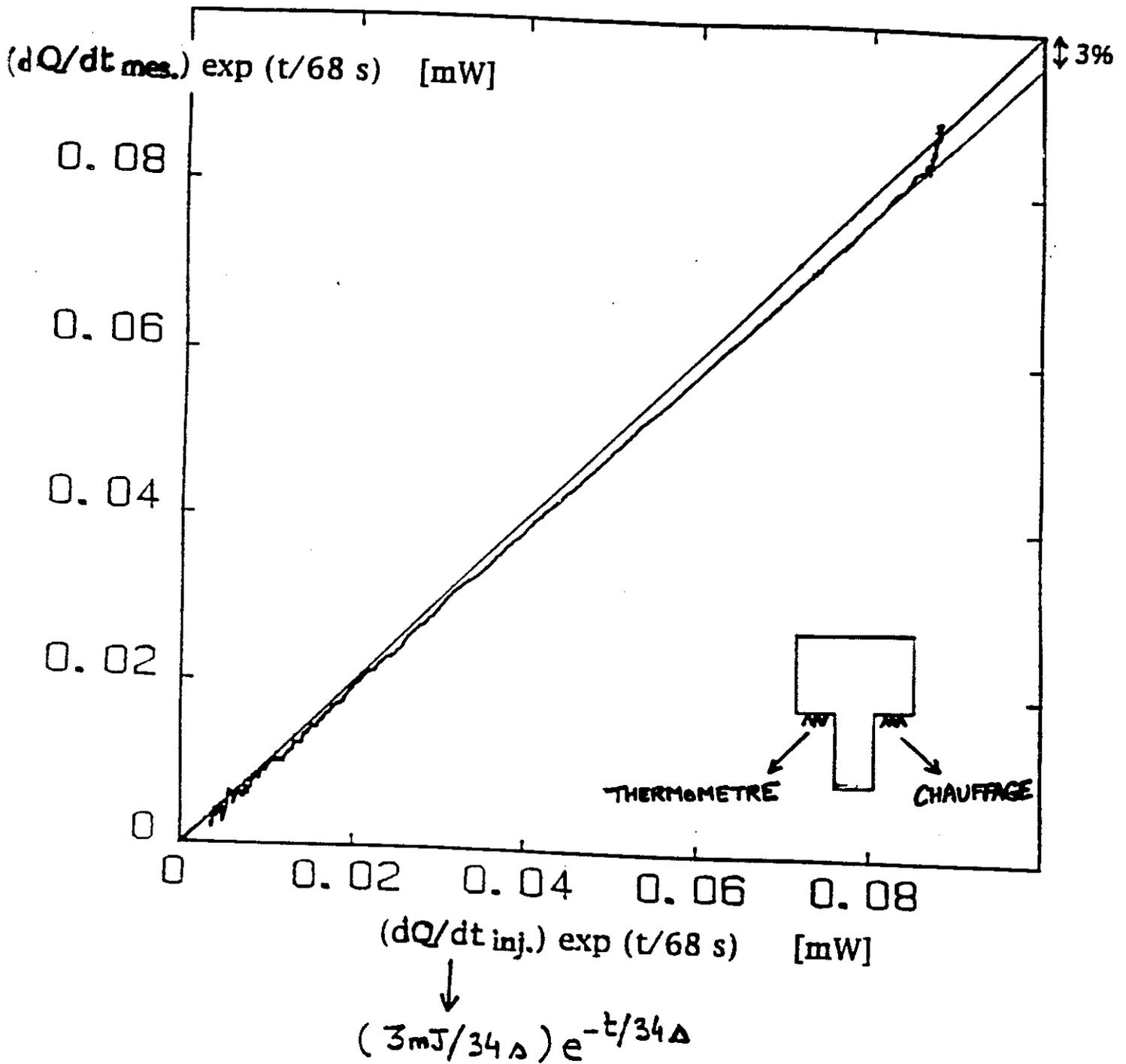


Figure IV-3 : Fiabilité de la mesure d'une puissance thermique

On peut interpréter l'écart observé comme dû à une différence $\delta \overset{\circ}{T}(t)$ sur l'évolution attendue $\overset{\circ}{T}_{\text{théorique}}(t)$. Cet effet résulte de la surchauffe de l'argent pendant une injection de chaleur, à cause de la résistance de Kapitza entre l'argent et l' ^3He . Un modèle simple, négligeant la résistivité thermique du fritté, conduit à :

$$\delta \overset{\circ}{T} / \overset{\circ}{T}_{\text{théorique}} = (R_K/s) \times x_3 c_3 / \tau$$

où R_K est la résistance de Kapitza, s la surface spécifique dans le fritté, x_3 la fraction volumique occupée par l' ^3He , c_3 la chaleur spécifique volumique de l' ^3He et τ la constante de temps d'injection de la chaleur. L'écart de 3% mesuré à 80 mK permet donc d'estimer la constante $R_K T^3$:

Avec $s = 6 \text{ m}^2/\text{cm}^3$, $c_3 \approx 1 \text{ T J/K.cm}^3$, $x_3 = 0.55$, $\tau = 34 \text{ s}$, on trouve :

$$R_K T^3 \approx 420 \text{ K}^4 \text{cm}^2/\text{W}$$

Cette valeur estimée est 6 fois plus faible que celle admise dans la littérature et citée dans la référence [P3] ($2400 \text{ K}^4 \text{cm}^2/\text{W}$). Ceci est favorable puisque le temps caractéristique de relaxation des gradients thermiques après une fusion s'en trouve diminué d'autant par rapport à la valeur calculée précédemment :

$$\tau_K \approx 0.5 \text{ s} \quad (\text{au lieu de } 3 \text{ s calculées précédemment}).$$

Cette expérience permet de conclure que la puissance thermique relaxée par l' ^3He pendant une expérience de fusion est mesurée de façon fiable par notre méthode (3%).

De façon équivalente, l'homogénéité de la température lors des mesures est garantie puisque le temps caractéristique d'équilibrage thermique est estimé expérimentalement $< 1 \text{ s}$, soit $\ll T_1$.

3) Test de la procédure de correction thermique de l'argent

En plus de la relaxation d'énergie 3 mJ $\exp(-t/34 \text{ s})$ de l' ^3He , on simule, en partant de la cellule froide ($\sim 5 \text{ mK}$), l'effet thermique de la fusion par application préalable d'une puissance thermique en créneau (8.5 mJ en 3 s, calculés pour arriver à $\sim 70 \text{ mK}$). De la même façon que dans l'expérience de simulation partielle décrite dans le paragraphe précédent, on trace alors la quantité $\dot{Q}_{\text{mesuré}}(t) \cdot \exp(t/68\text{s})$ en fonction de $\dot{Q}_{\text{injecté}}(t) \cdot \exp(t/68\text{s})$, à partir du début de la "relaxation". Ce test est cependant plus sévère car la détermination significative de $\dot{Q}_{\text{mesuré}}(t)$ nécessite de tenir compte du signal thermique parasite dû (principalement) à l'argent. De fait, au signal brut obtenu, on soustrait le signal Q_{pulse11T} correspondant (T_i, T_f), obtenu par une expérience séparée et déjà utilisé pour corriger une expérience de fusion. Sachant que nos mesures de puissance thermique sont fiables à 3% près par défaut, on teste ainsi la procédure de soustraction de l'argent, ainsi que l'existence de forts gradients thermiques initiaux (ou en tout cas leur suppression par la procédure de correction).

Un résultat typique est montré fig. IV-4, déterminée par la méthode usuelle au moyen de l'ajustement $Q(R4)$ à 11 Tesla. On observe une déviation supplémentaire d'amplitude caractéristique $\sim 2\%$ par défaut par rapport au résultat d'une simulation de relaxation seule. La puissance thermique injectée étant ~ 10 fois celle de l'argent en début de relaxation, ce résultat indique que la correction \dot{Q}_{Ag} est contrôlée à $\sim 20\%$ près.

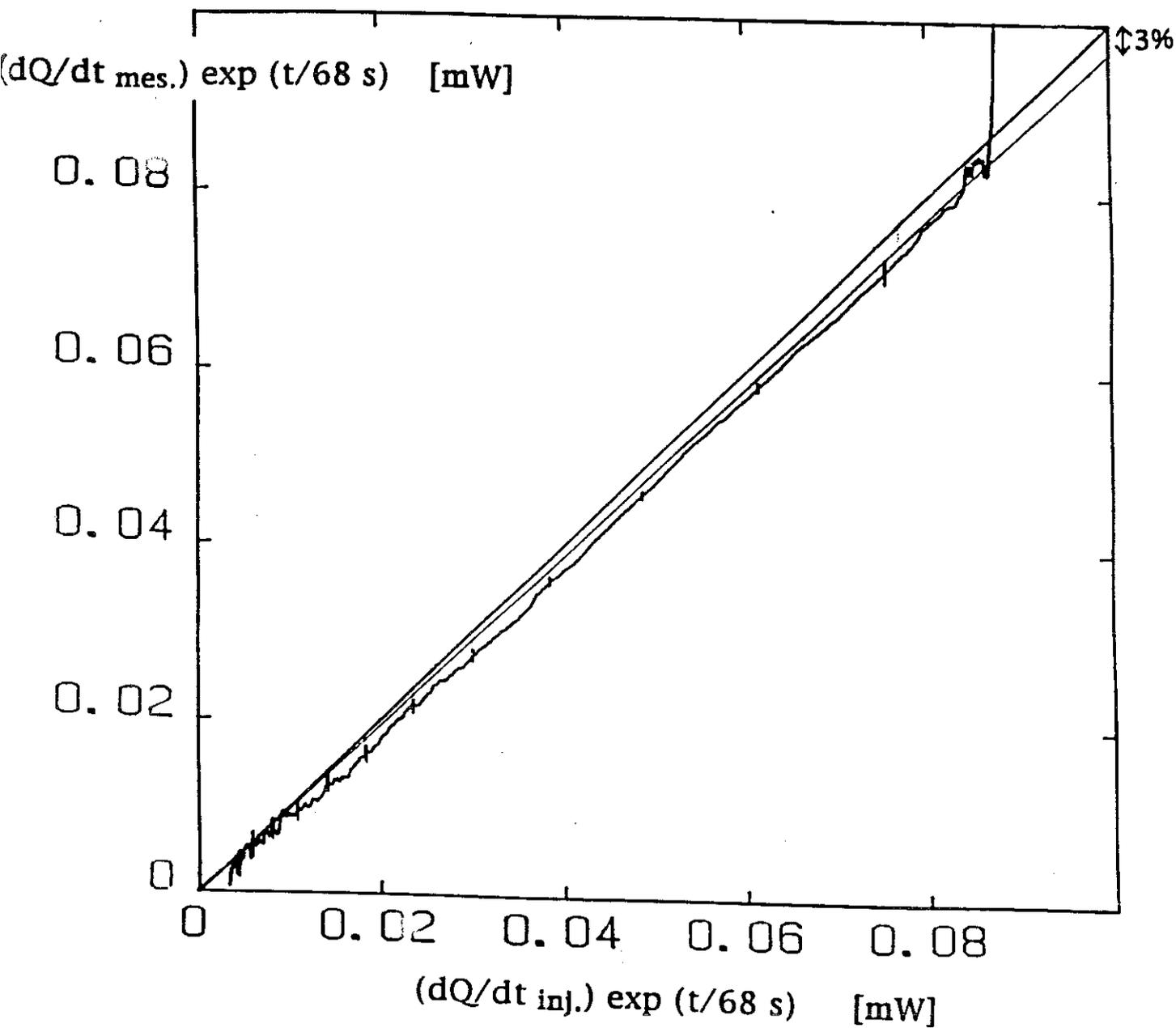


Figure IV-4 : Test de la procédure de correction thermique de l'argent

4) Détermination de $B_T - B_a$ dans ^3He solide

La cellule expérimentale permet de faire une expérience de relaxation avec ^3He solide, pour lequel le comportement magnétique est connu. L'état hors équilibre est créé en appliquant une impulsion de chaleur sur la cellule à 5 mK contenant le solide à 34 bars. Comme pour le liquide obtenu après une fusion, on mesure alors simultanément la dépolarisation des spins due à l'élévation de température ($T_f \sim 80$ mK) et la relaxation d'énergie associée (la chaleur est ici absorbée par les spins d' ^3He , d'où une puissance thermique de refroidissement à laquelle s'ajoute celle due aux spins d'argent). Cette expérience est rendue possible parce que le T1 du solide est du même ordre de grandeur que celui du liquide aux températures d'intérêt, et que la susceptibilité de type Curie permet de fortes variations d'aimantation avec la température.

La relation $\overset{\circ}{Q}_3 = (B_T - B_a) \cdot \overset{\circ}{M}_3$ avec $B_T = B_{\text{eff}} - T \cdot (\partial B_{\text{eff}} / \partial T)_M$ s'applique encore lors de la relaxation. L'équation d'état magnétique $M = M(B, T)$ étant connue pour le solide, on peut calculer la quantité $B_T - B_a$ mesurée et comparer avec l'expérience :

$$T \cdot (\partial B_{\text{eff}} / \partial T)_M = T^2 (\partial (B_{\text{eff}} / T) / \partial T)_M + B_{\text{eff}}$$

or, le solide étant un paramagnétique parfait à T_f , la quantité B_{eff} / T détermine M de façon univoque pendant la relaxation et par suite $(\partial (B_{\text{eff}} / T) / \partial T)_M = 0$. On en déduit $B_T = 0$ et :

$$\overset{\circ}{Q}_3 = - B_a \cdot \overset{\circ}{M}_3 > 0 \quad (\text{chaleur absorbée})$$

$$dQ_3/dM_3 = - B_a$$

Le test consiste donc à vérifier dans quelle mesure la quantité expérimentale - dQ_3/dM_3 est indépendante de M_3 (c'est-à-dire du signal du SQUID) et de valeur égale au champ appliqué (11 Tesla).

Ce test est le plus réaliste quant aux méthodes utilisées pour tirer l'information d'une expérience de fusion. D'une part, la chaleur est ici relaxée au même endroit qu'après une fusion, que ce soit pour ^3He et pour l'argent. D'autre part, la bonne détermination de dQ_3/dM_3 pour le solide

nécessite de soustraire les signaux parasites thermique et magnétique dus à l'argent. Ces signaux sont obtenus ici par une expérience d'impulsion de chaleur à 11 Tesla sur la cellule vide. En effet, la chaleur spécifique du solide étant négligeable, cette configuration permet d'obtenir la correction $\overset{\circ}{Q}_{Ag}(t)$ signifiante. Seule la correction associée aux capillaires remplis de liquide chaud après une fusion n'est pas testée par l'expérience présente.

La fig. IV-5 montre les signaux corrigés obtenus dans une expérience effectuée dans les conditions suivantes :

- impulsion de 10 mJ dans le solide froid ($T_i \sim 5\text{mK}$), formé dans tout le volume expérimental (4 trous) à partir du liquide à 46 bars et 1.2 K. Température atteinte : $T_f \sim 85\text{ mK}$.

- corrections fournies par impulsion de 10 mJ sur la cellule vide ($T_i \sim 5\text{mK}$). Température atteinte : $T_f \sim 90\text{ mK}$.

On constate que $\overset{\circ}{m}$ ne relaxe pas exponentiellement (la relaxation est d'autant plus rapide que la polarisation est importante). On observe cependant la même évolution sur $\overset{\circ}{Q}_3$, comme on s'y attend si les deux quantités sont proportionnelles.

Au total, $\sim 1\text{ mJ}$ est absorbé par les spins du solide, en accord avec la variation d'enthalpie pour $T_i = 5\text{ mK}$ et $T_f = 85\text{ mK}$, calculée avec la formule $\Delta H_{3\text{solide}}(4\text{ trous}) = 4.6 \cdot 10^{-8} B^2 \Delta(1/T^2)$ Joule. Notons que ceci ne représente que ~ 2 fois l'énergie totale Q_{Ag} absorbée par les spins d'argent, tandis que les spins du liquide dégagent $\sim 6 Q_{Ag}$. Par ailleurs, le temps de relaxation pour le solide est plus long que pour le liquide. Ceci conduit à un $\overset{\circ}{M}$ environ 2 fois plus faible.

La fig. IV-6 représente la quantité dQ_3/dM_3 , obtenue pour le solide en fonction de la polarisation, tracée sur la figure correspondante pour le liquide à titre de comparaison. Le champ déduit vaut - 11 Tesla à $\pm 20\%$ pendant la première partie de la relaxation ($0.6 < m_3 < 0.3$) puis s'écarte de la valeur attendue, du fait de l'atténuation des signaux $\overset{\circ}{Q}_3$ et $\overset{\circ}{M}_3$ par rapport aux signaux parasites de l'Ag et de la perte de résolution qui en découle.

Pour en tirer des conclusions en ce qui concerne l'expérience de fusion rapide, il faut noter que la valeur de dQ_3/dM_3 déduite pour le solide est beaucoup plus sensible aux corrections que celle déduite pour le liquide

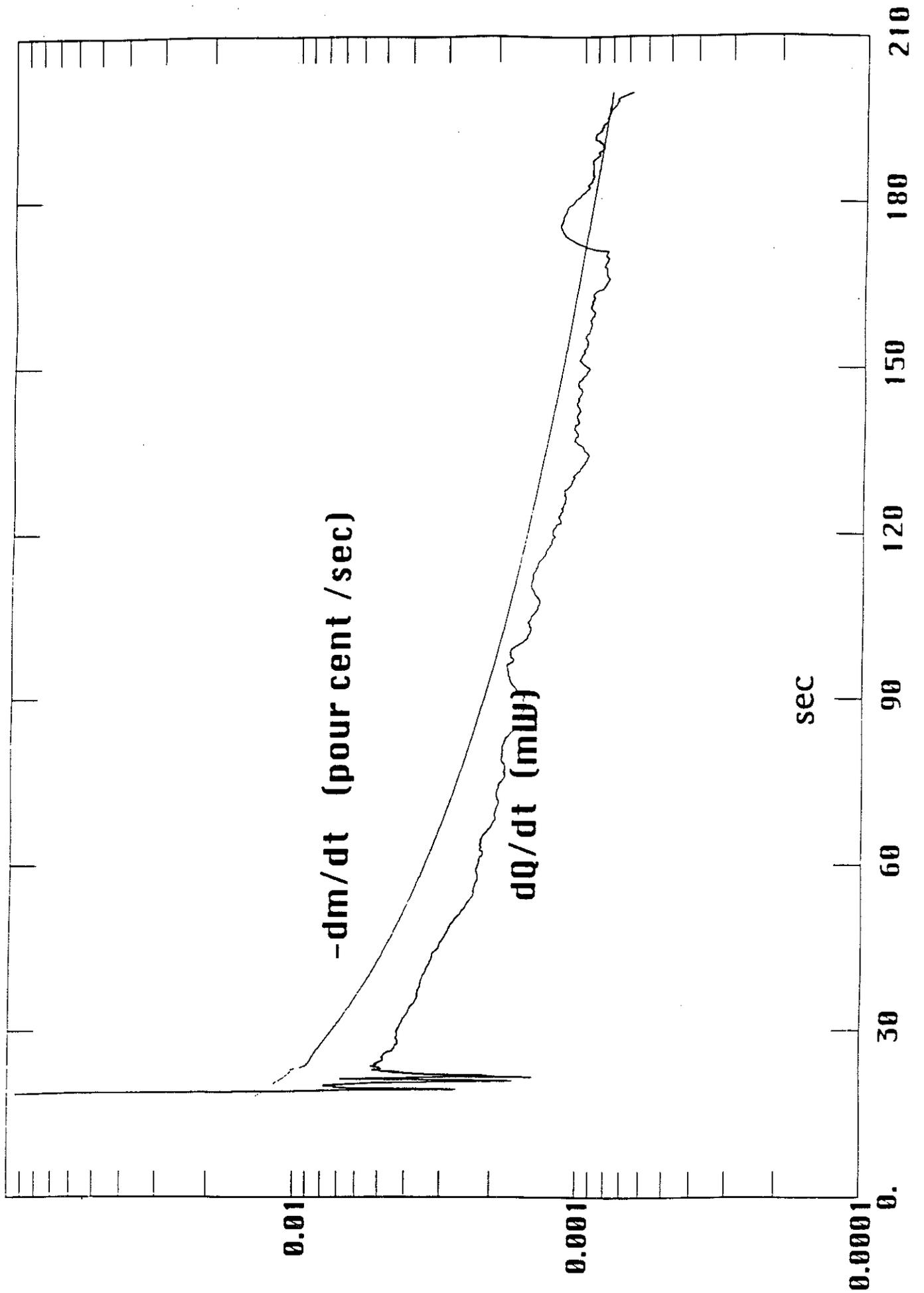


Figure IV-5 : Signaux de relaxation pour l'³He solide

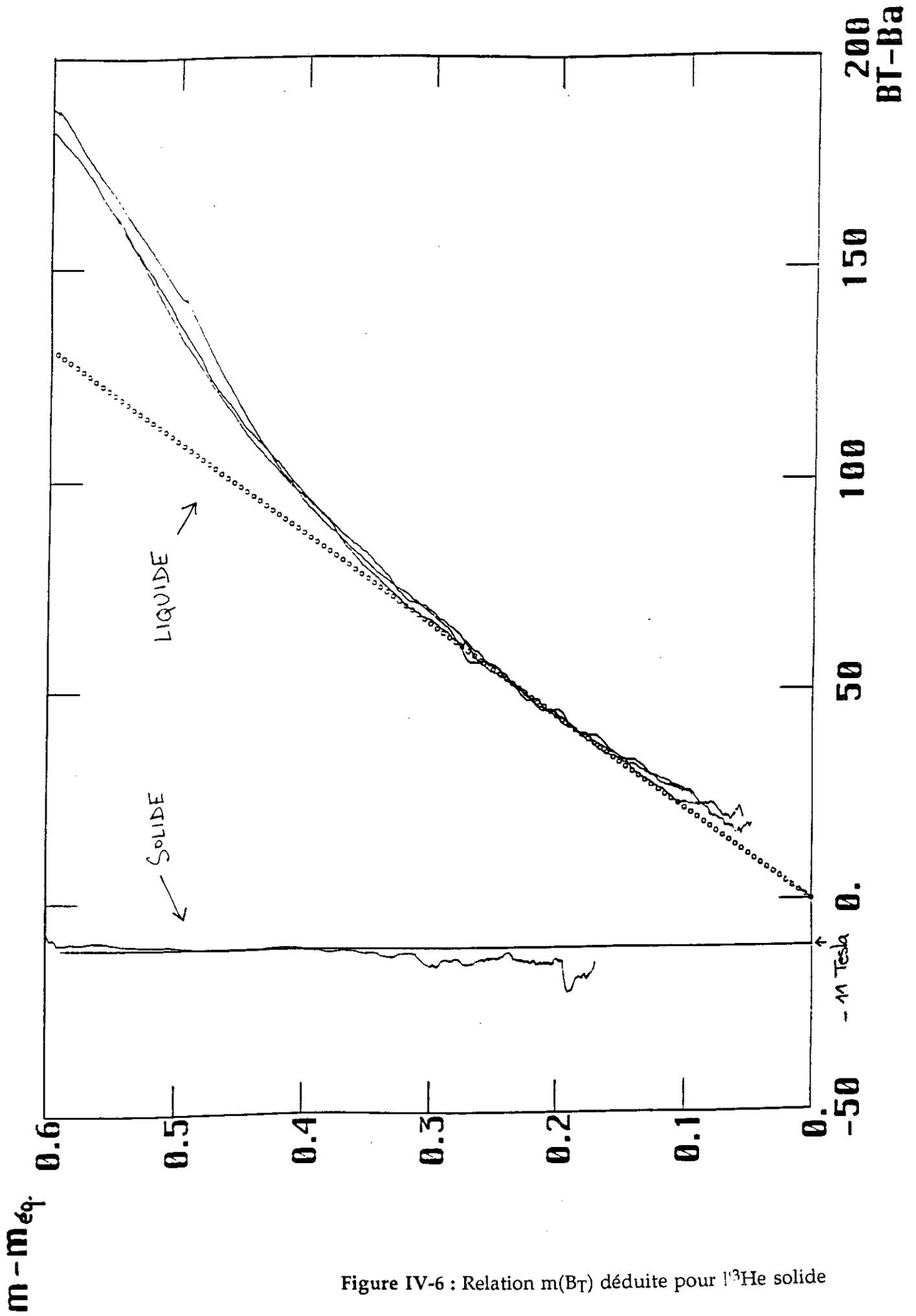


Figure IV-6 : Relation $m(B_T)$ déduite pour ^{13}He solide

dans une expérience de fusion, compte tenu de l'importance comparée des signaux bruts mesurés par rapport aux signaux parasites. La fluctuation sur le dQ_3/dM_3 du liquide est donc très inférieure à 20%, ce qui est consistant avec la marge de reproductibilité de $\sim 5\%$ observée sur les courbes $m(B_T-B_a)$ lorsque les signaux sont importants, c'est-à-dire en début de relaxation. De fait, l'écart observé pour m grand au régime linéaire basse aimantation est significatif.

B). ETUDE DU SQUID

1) Introduction

Les mesures magnétiques conditionnent doublement le résultat final d'une expérience de fusion, puisqu'elles déterminent à la fois la polarisation m du liquide et le champ $B_T - B_a = dQ_3/dm$. Une étude systématique du magnétomètre à SQUID s'imposait donc, compte tenu des problèmes spécifiques liés à son utilisation sous fort champ (11 Tesla). Les différentes étapes de l'étude réalisée sont présentées dans ce qui suit.

Comme nous l'avons déjà souligné dans le § II-B, l'écran supraconducteur entourant le transformateur de flux du magnétomètre est un élément essentiel permettant l'utilisation du SQUID sous champ fort, puisqu'il écrante les variations de champ extérieur. Ce point a été étudié de façon quantitative en fonction du champ et de la température de l'écran (§ 2 ci-dessous).

Par ailleurs, le problème du bruit de flux qui pourrait résulter du mouvement des vortex induit par le passage du courant de mesure dans le circuit du transformateur de flux est réglé au moyen de notre régulation externe (cf chapitre II-B). Il est montré dans le § 3 que la régulation externe est de plus rendue nécessaire dans 11 Tesla car le courant, sans régulation, induit par la relaxation de $l^3\text{He}$, serait du même ordre que le courant critique.

La nécessité de l'écran et de la régulation externe étant établie, la question se pose de savoir si les signaux mesurés en utilisant ces deux concepts reflètent bien les variations d'aimantation de la cellule. En effet, la bobine TOP utilisée pour la régulation externe n'étant pas située sur le même diamètre que $l^3\text{He}$ expérimental, ce n'est qu'au niveau du transformateur de flux que le flux reste nul. Des courants circulent donc dans l'écran, qui pourraient engendrer des signaux parasites, dus aux mouvements des vortex de l'écran.

Nous avons donc effectué une expérience de contrôle du même type que celle ayant permis de démontrer la fiabilité des mesures d'énergie : un

signal magnétique exponentiel connu reproduisant celui de l' ^3He après une fusion a été créé au moyen de la bobine de calibration BOTTOM et mesuré par régulation sur TOP. Les résultats obtenus, discutés dans le § 4, sont satisfaisants, ce qui est crucial pour l'interprétation de nos expériences de fusion.

Dans l'idée de tester la calibration absolue effectuée au moyen de la loi de Curie de l' ^3He solide, nous avons construit deux ensembles de bobines calibrées reproduisant les parties magnétiques de la cellule. Ces bobines nous ont permis (cf § 5) :

- de tester la fiabilité de nos calculs de mutuelles absolues,
- par suite, de connaître précisément l'influence de l'écran sur les signaux mesurés (écranage par les courants de Foucault induits par les variations d'aimantation de la cellule).

Grâce à ces bobines, nous avons également mis en évidence une dépendance en champ de la sensibilité du magnétomètre, effet qui n'est pas compris à l'heure actuelle (§ 6).

Les implications de cet effet en ce qui concerne la calibration absolue du signal de l' ^3He sont discutées dans le § 7.

2) Qualité de l'écrantage

La variation du champ intérieur à l'écran a été mesurée en fonction de la variation du champ appliqué, pour différents champs de départ et différentes températures d'écran.

La fig. IV-7 montre un cycle d'hystérésis obtenu à 11 Tesla et 100 mK. Les grandeurs d'intérêt pour nous sont la largeur du plateau ΔB_a et sa pente dB_{int}/dB_a (visible sur la vue agrandie en encart). Ici, $\Delta B_a = 200$ G, ce qui, avec une dérive de B_a d'environ 5 G/heure, implique une durée d'écrantage de ~ 40 heures, suffisante pour effectuer une expérience de fusion complète (refroidissement du solide sous champ maximal + fusion proprement dite). Le facteur d'écrantage, donné par dB_{int}/dB_a , vaut ~ 0.01 , soit $dB_{int}/dt = 0.05$ G/heure $= 1.4$ nT/s. Le flux détecté par le gradiomètre à cause du défaut de compensation ($\sim 1\%$) vaut alors :

$$d\Phi_{dét.}/dt = 0.01 (8 S_{spire}) (dB_{int}/dt) = 1.48 \cdot 10^{-14} \text{ Wb/s} = 7.1 \Phi_0/s$$

Avec le facteur d'atténuation 14×300 pour le flux vu au niveau de l'anneau du SQUID et une sensibilité de $20 \text{ mV}/\Phi_0$, on arrive à $0.34 \cdot 10^{-4} \text{ V/s}$ en sortie, ce qui représente moins de 10^{-6} s^{-1} en terme de polarisation du liquide, négligeable devant tous les signaux d'intérêt (pour ^3He à m - $m_{\text{éq.}} = 0.01$, on a $\dot{m} = 0.01/68 = 1.5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$).

A titre de comparaison, le tableau ci-dessous donne la valeur des plateaux et des pentes observées en fonction du champ.

Ba	1.4T (0.1K)	4.3T (0.1K)	9T (0.1K)	9T (3K)	11T (0.1K)
ΔB_a (G)	750	400	220	130	200
dB_i/dB_a	$<10^{-4}$	10^{-4}	$4 \cdot 10^{-3}$	10^{-2}	10^{-2}

Pour un champ donné, l'écrantage semble amélioré à plus basse température. Il faut noter cependant qu'à basse température et bas champ, le cycle continu d'hystérésis est remplacé par des variations de flux brusques et importantes (fig. IV-8), correspondant à des "avalanches" thermiques (le supra transite localement, ce qui induit une dissipation, donc un échauffement, étendant la transition à des régions voisines, etc.).

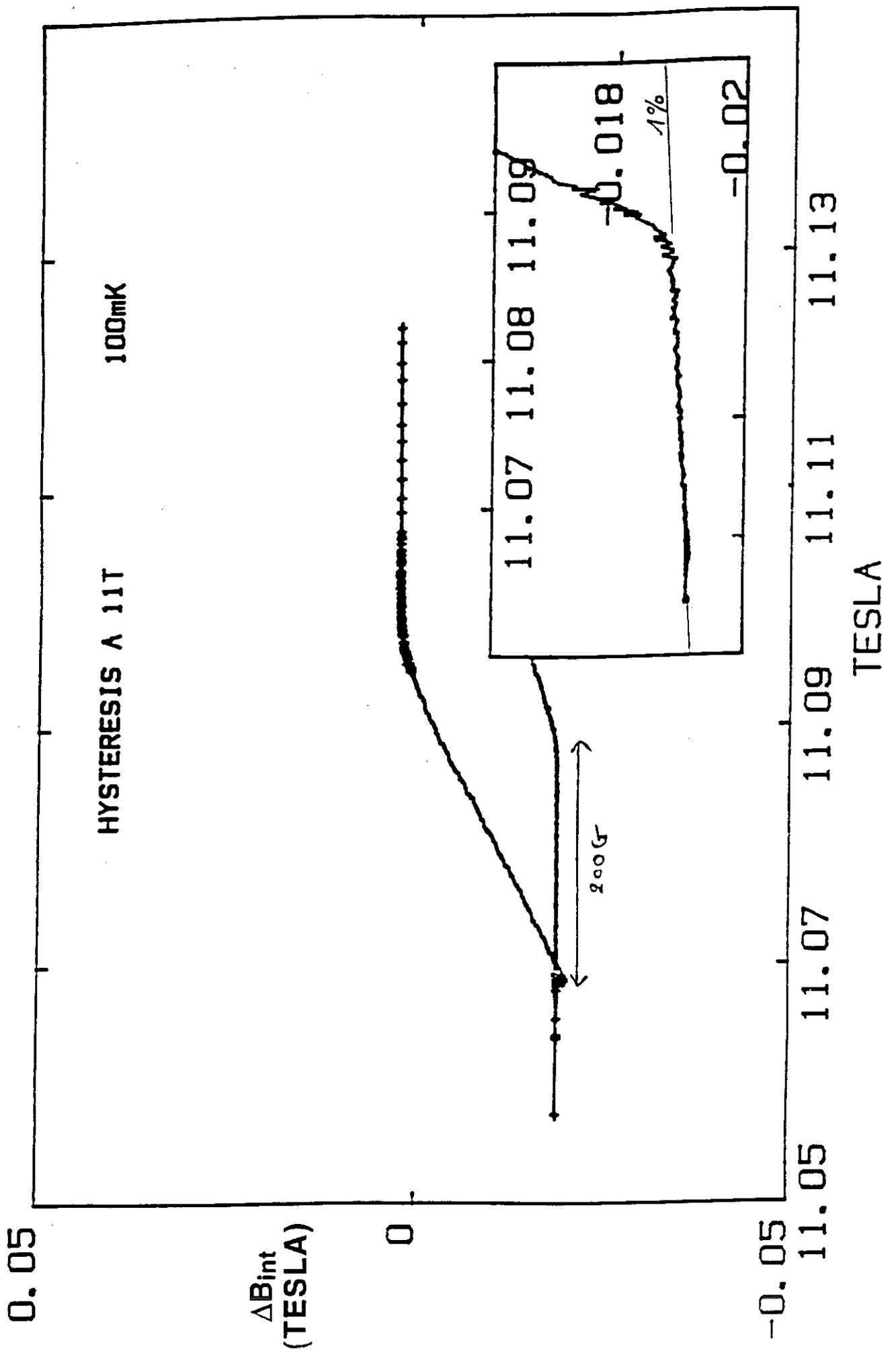


Figure IV-7 : Ecrantage à 11 Tesla et 100 mK

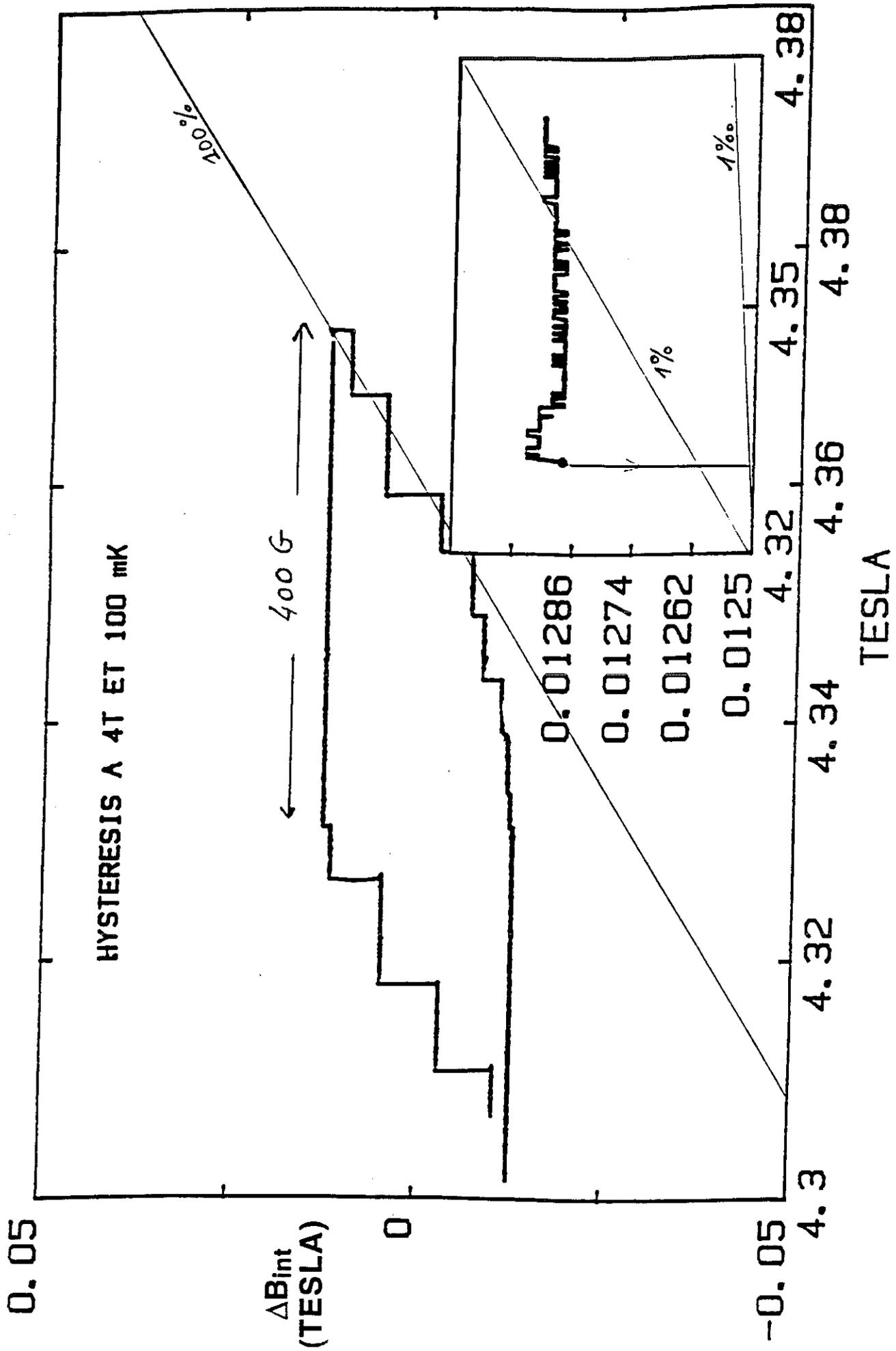


Figure IV-8 : Ecrantage à 4 Tesla et 100 mK

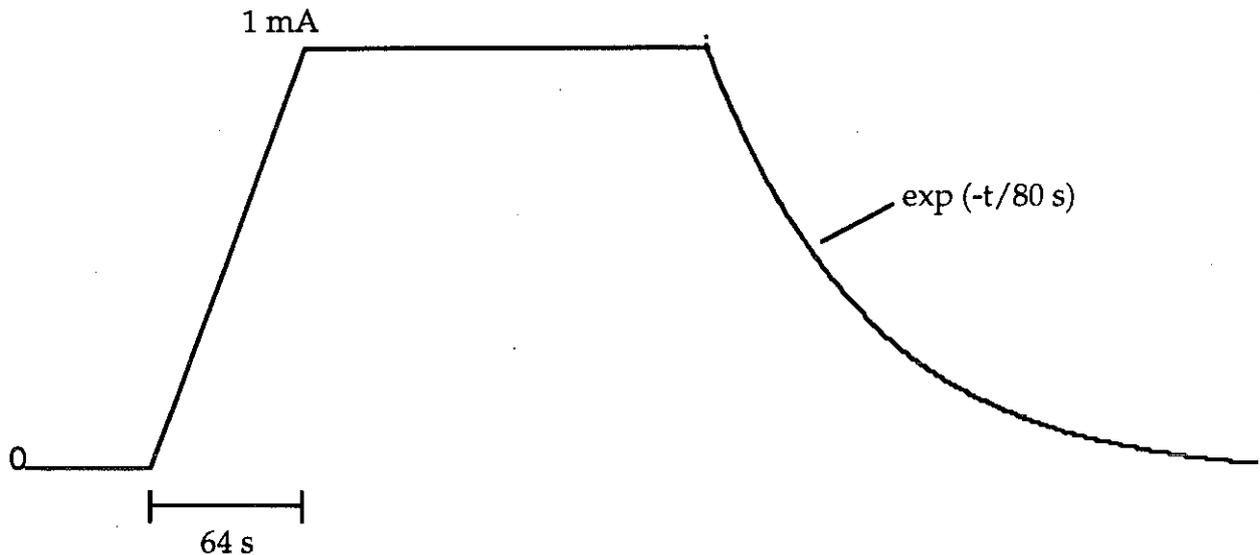
3) Courant critique

Le courant critique dans le transformateur de flux a été mesuré en injectant un courant dans la bobine BOTTOM (sans régulation sur la bobine TOP). Au delà d'un courant de l'ordre de 1 mA dans BOTTOM, le SQUID décroche, correspondant à des variations très rapides de flux. Ce phénomène est associé au courant critique. De l'inductance mutuelle $\delta\Phi_{\text{dét}}/\delta I_{\text{BOTTOM}} \sim 18\mu\text{H}$ calculée entre la bobine BOTTOM et la bobine de détection, ainsi que de la formule $\delta\Phi_{\text{dét}} + L_{\text{transfo}} \delta I_{\text{transfo}} = 0$ (où $L_{\text{transfo}} \sim 4\mu\text{H}$), on détermine un courant critique dans le transformateur de flux de 2 à 6 mA.

La valeur la plus forte observée pour le courant critique ne dépend pas du champ, suggérant que le point du circuit limitant se trouve en dehors de la zone de champ, probablement au niveau des contacts vissés, à 1 K. La valeur la plus faible (observée dans certaines expériences seulement, sans que nous en comprenions l'origine) correspond à environ 50% du signal de ^3He , ce qui démontre l'importance de la régulation externe, qui permet de garder le courant nul dans le circuit du transformateur de flux.

4) Réponse du SQUID à un signal exponentiel

Dans le même esprit que pour les expériences de simulation thermique, nous avons excité le SQUID par un signal simulant en amplitude et en dynamique la relaxation de ^3He . Pour ce faire, un courant de la forme indiquée ci-dessous a été injecté dans la bobine BOTTOM en réglant le SQUID sur TOP ($B=0\text{T}$, $T_{\text{écran}}\sim 100\text{mK}$) :



La régulation est nécessaire car 1 mA dans BOTTOM induirait ~ 5 mA dans le transformateur de flux, de l'ordre du courant critique mentionné ci-dessus. A partir de la sensibilité $\Delta V_{\text{SQUID}}/\Delta I_{\text{BOTTOM}}$ mesurée indépendamment (au moyen de variations ΔI_{BOTTOM} en créneaux) on peut soustraire le signal attendu du signal mesuré. Le résultat est montré fig. IV-9, sur une échelle de temps longue.

Le résultat de la soustraction est correct à 0.025 V près. La sensibilité mesurée est donc fiable à 0.05% (amplitude du signal : 50V, correspondant à $\sim 100\%$ de polarisation nucléaire équivalente).

La dérive observée (<0.1 mV/s) est constante jusqu'à ~ 3000 s, puis se met à dévier. En ce qui concerne les mesures magnétiques lors d'une expérience de fusion, il est donc bon de ne pas calculer la ligne de base à soustraire trop loin. Les fig. IV-10 et IV-11 illustrent ce point : le signal corrigé est représenté après soustraction d'une dérive calculée à 600, 1700 et 2100 s après le début de la "relaxation", sur une durée de respectivement 500, 100 et 100 s. L'unité verticale correspond à une pleine échelle de mesure, soit 50 V. L'erreur introduite par la soustraction est $<0.01\text{V}$ (0.02 %) dans le meilleur des cas et 0.1V (0.2%) dans le moins bon.

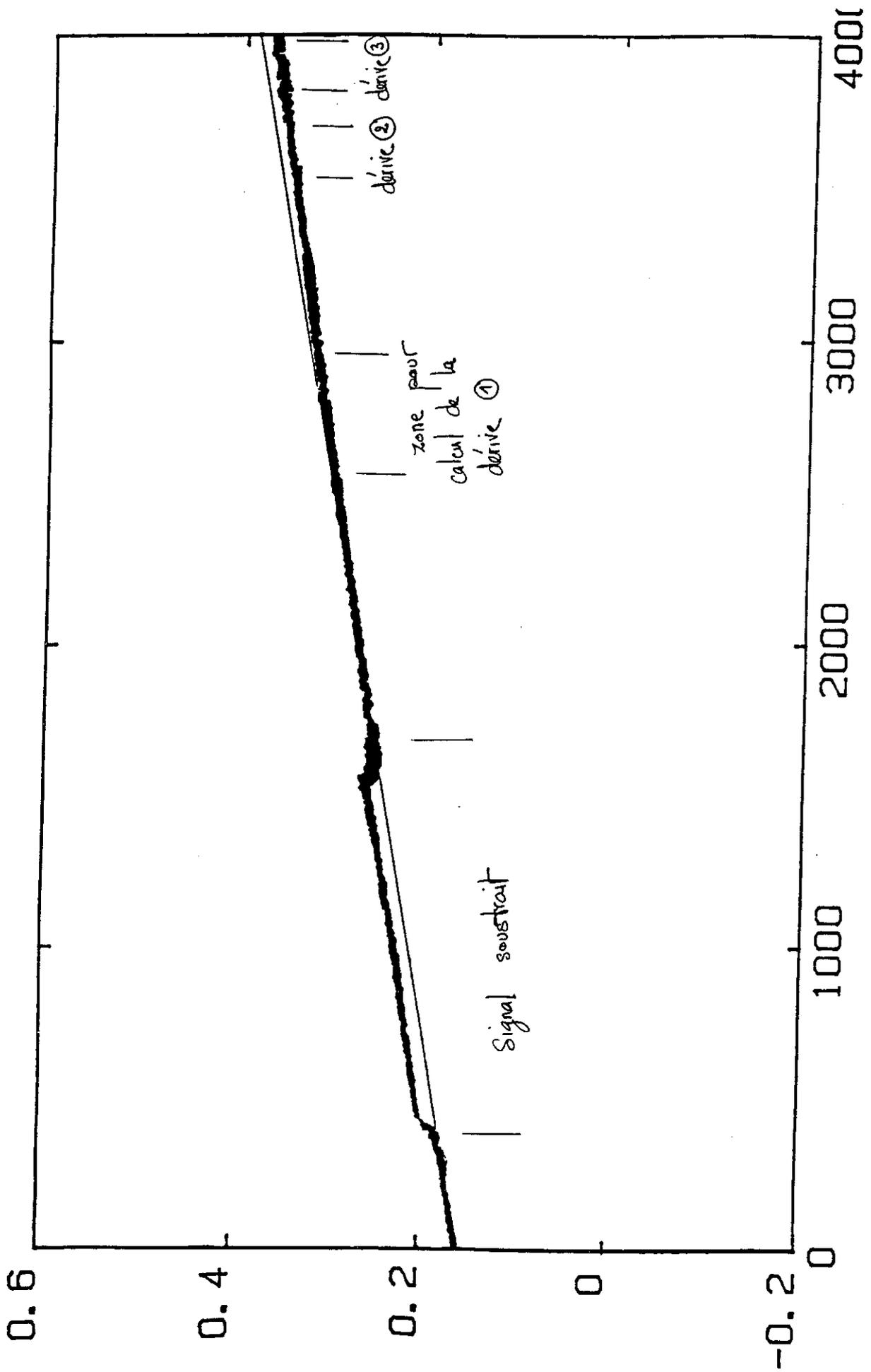


Figure IV-9 :
Réponse du SQUID à un signal connu
(signal résiduel après soustraction du signal attendu)

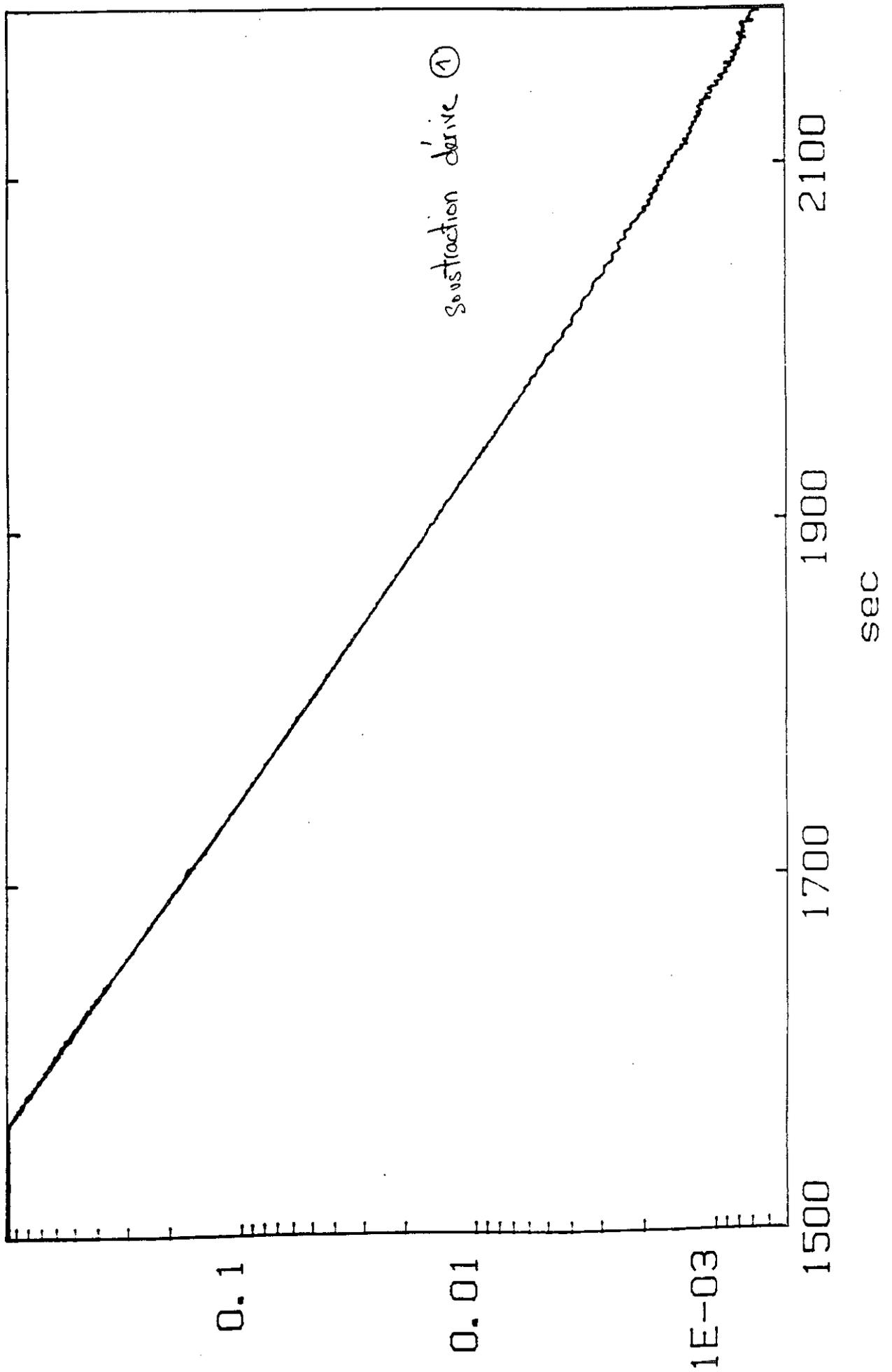


Figure IV-10 : Signal mesuré en réponse au signal d'excitation exponentiel

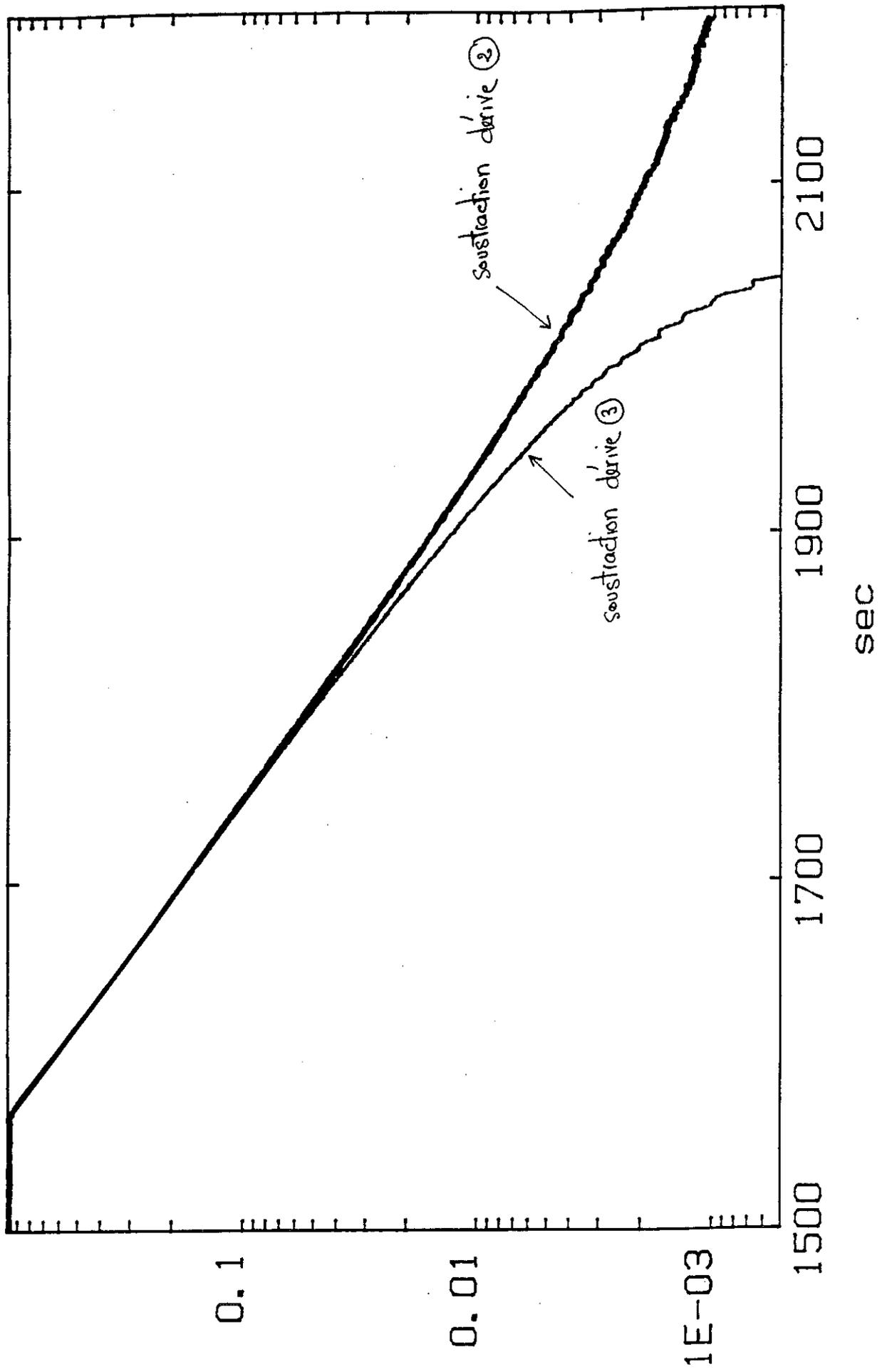


Figure IV-11 : Influence du choix de la dérivé soustraite

5) Effets d'écrantage

Afin d'étudier l'influence des courants induits dans l'écran supra lors d'une variation d'aimantation de la cellule, nous avons construit deux jeux de bobines calibrées permettant d'exciter le SQUID au moyen de signaux bien déterminés. Ces bobines de test reproduisent en taille et en position les différentes parties de la cellule, de sorte à ce que les signaux détectés soient échantés de manière similaire à ceux résultant d'une expérience de fusion.

Le premier ensemble est constitué de 4 bobines indépendantes en fil de cuivre ϕ 120 μ m enroulé sur des mandrins en araldite. Ces bobines, baptisées "Ag ϕ 30", "Ag ϕ 10", "³He" et "comp" simulent respectivement l'argent dans la partie de la cellule de grand diamètre, la partie de la cellule de petit diamètre, l'³He expérimental, et un ³He fictif formant compensation, disposé de façon symétrique par rapport au gradiomètre.

Le deuxième ensemble ne comporte que 2 bobines indépendantes en fil supra (Nb-Ti cuivré, ϕ 70 μ m) sur mandrin de Cu-Ni, simulant l'³He avec une compensation.

La géométrie simple et la symétrie de révolution permettent la détermination théorique des inductances mutuelles entre les bobines de test et la bobine de détection, ceci en tenant compte de la présence de l'écran supra (supposé infiniment long dans le calcul) [O1].

Afin de tester la fiabilité des calculs, on peut d'une part, pour les bobines deux à deux, comparer le rapport des mutuelles calculées au rapport des mutuelles mesurées, ce dernier étant simplement le rapport des réponses du SQUID pour un même courant d'injection dans chacune des bobines. La fig. IV-12 montre cette comparaison pour "Ag ϕ 10"/"³He" et "comp"/"³He" en fonction du positionnement vertical de l'ensemble par rapport au gradiomètre, ainsi que la barre d'erreur au montage estimée. Les résultats sont satisfaisants (<1% pour "comp"/"³He" et 3% pour "Ag ϕ 10"/"³He"). Ceci indique qu'on peut utiliser la géométrie connue à 300 K pour faire les calculs de mutuelles à froid.

D'autre part, la comparaison des rapports des mutuelles calculées et mesurées pour deux bobines de géométries très différentes donne d'excellents résultats (respectivement 0.0488 et 0.0484 par exemple pour

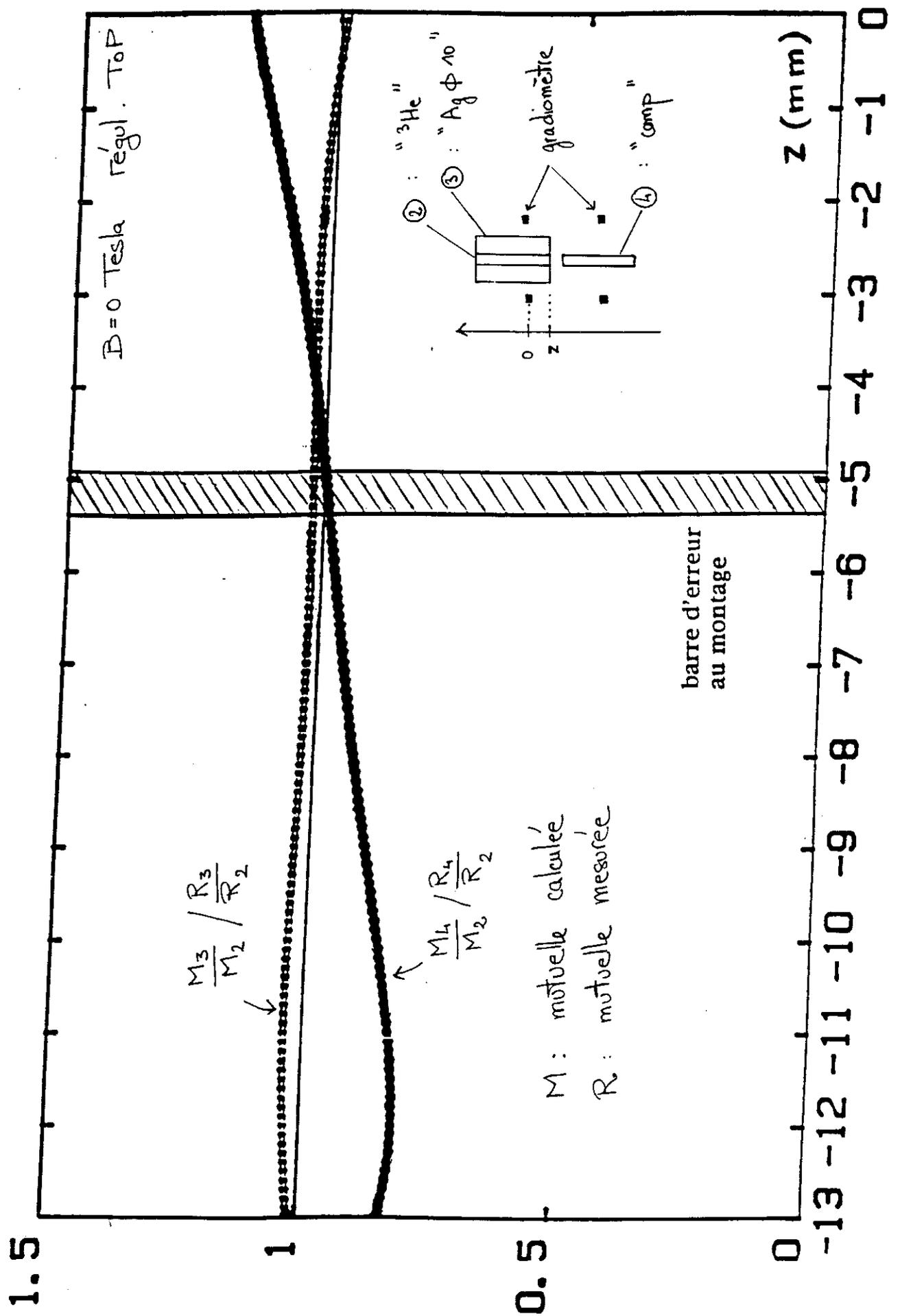


Figure IV-12 : Test du bon positionnement vertical des bobines, par rapport au gradiomètre

"³He"/BOTTOM). Ceci indique que nous pouvons avoir confiance dans les valeurs individuelles des mutuelles, calculées avec écran. L'influence de ce dernier peut donc être prédit de manière fiable.

Ainsi, pour les bobines de cuivre, le rapport R des mutuelles calculées respectivement avec écran (φ 35 mm) et sans écran est donné ci-dessous :

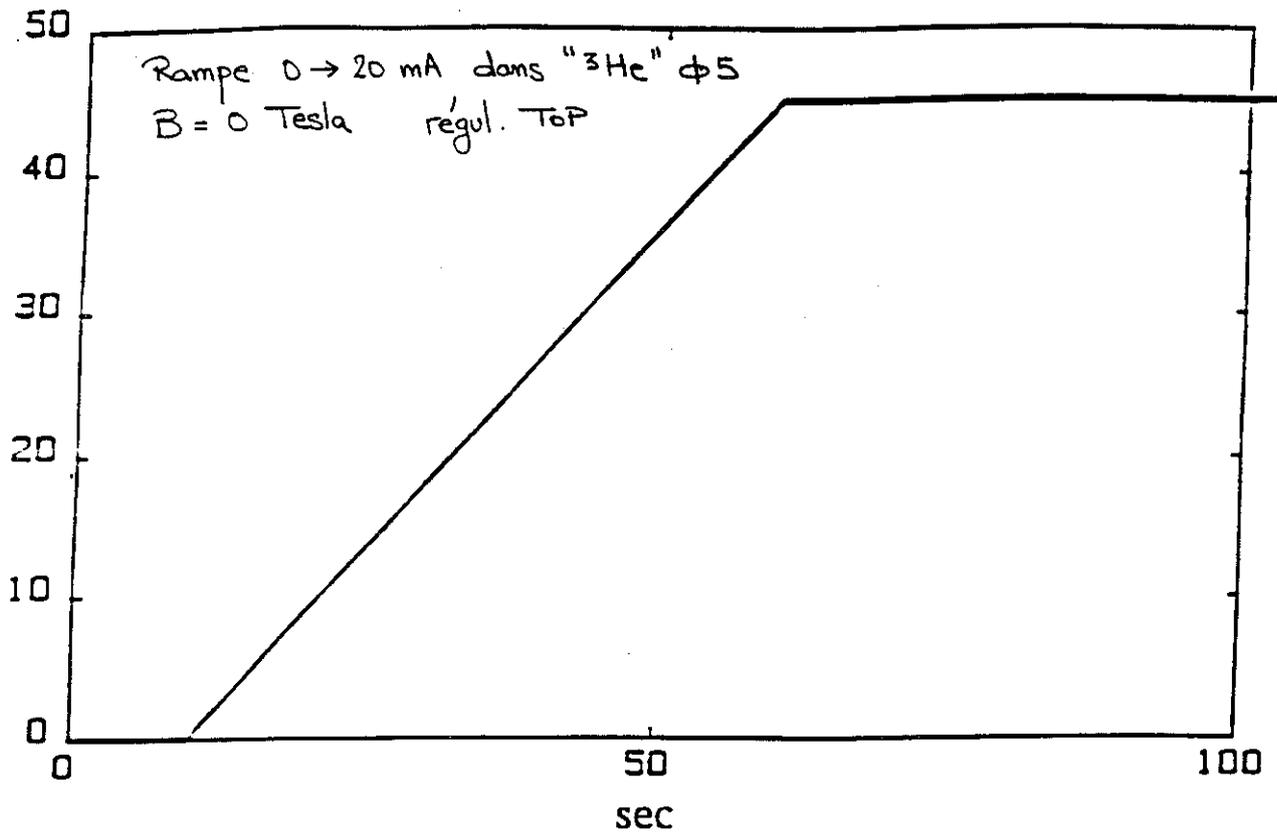
Bobine	R	μH (avec écran)	Effet de l'écran
"Agφ30"	: 0.0538	0.0154	(division par 18.6)
"Agφ10"	: 0.9635	3.59	(- 3.7 %)
" ³ He"	: 0.962	0.91	(- 3.8 %)
"comp"	: 0.965	0.93	(- 3.5 %)

(Le même calcul pour un déplacement vertical des bobines compatible avec la barre d'erreur estimée au montage indique que les effets d'écrantage ne sont pas modifiés de façon significative).

On note le fort écrantage attendu pour la bobine de grand diamètre. On peut vérifier cet effet expérimentalement. Ainsi, la fig. IV-13 montre la réponse à une rampe de courant 0 → 20 mA dans "³He" et 0 → 5mA dans "Agφ30" (B=0T, régulation sur la bobine TOP). De ces signaux, on déduit un rapport "Agφ30"/"³He" = 0.027, tandis que le rapport théorie déduit des chiffres ci-dessus est 0.017. Bien que l'accord ici ne soit pas excellent (sans doute parce que la mutuelle calculée pour "Agφ30" est plus sensible à une erreur sur la position introduite), l'effet d'écrantage est indiscutable.

Par ailleurs, un résultat intéressant du calcul est que, pour une position verticale donnée, l'écrantage varie peu lorsque le diamètre passe de 5 à 10 mm (respectivement -3.8 et -3.7%). Cette circonstance permet d'attribuer raisonnablement un effet d'écrantage de -3.8% sur le couplage au SQUID des 4 cylindres contenant l'³He expérimental, effet ne pouvant se calculer directement à cause du décentrage des cylindres par rapport à l'axe de la cellule. Pour les autres parties de la cellule, l'écrantage est calculable directement du fait de la géométrie centrée. On peut alors déterminer à quel point les bobines sont représentatives de l'³He et de l'argent dans la cellule en comparant les mutuelles respectives avec le gradiomètre, calculées avec écran :

Volts



Volts

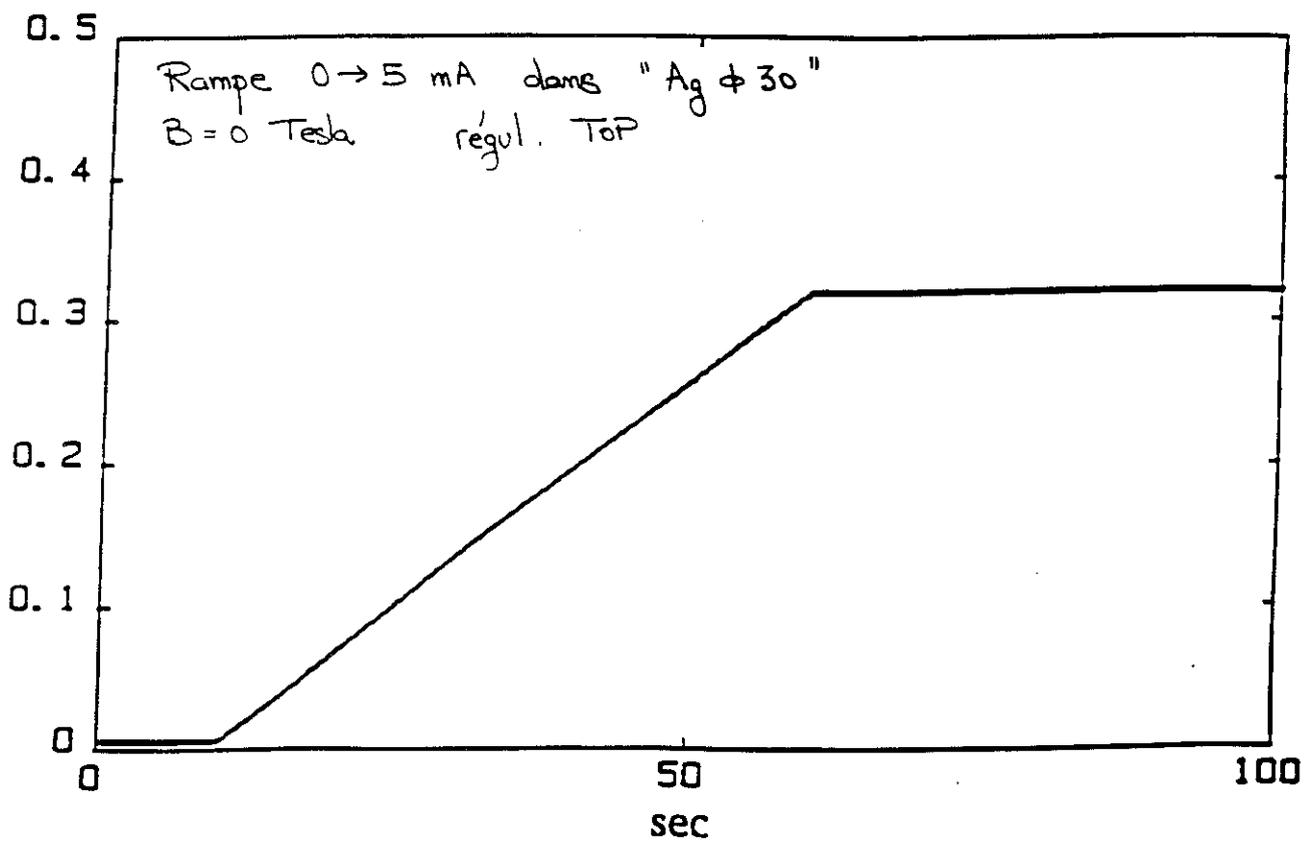


Figure IV-13 : Mise en évidence du fort écrantage pour la bobine de diamètre voisin à celui de l'écran

Bobine	ϕ (mm)	tours/mètre	μ H	nWb/A.m ⁻¹
"Ag ϕ 30"	29.7	117/0.0163	0.0154	0.00214
"Ag ϕ 10"	9.92	135/0.020	3.59	0.532
" ³ He"	5.12	137/0.020	0.91	0.133

Cellule		longueur (m)	nWb/A.m ⁻¹
Ag ϕ 30	30	0.027	0.0187
Ag ϕ 10	10	0.019	0.539
³ He	5	0.020	0.128

On notera que pour la partie de la cellule ϕ 30mm, l'écrantage calculé (division du signal par 70) indique que pour des expériences futures, un barreau d'argent ϕ 10mm reproduisant seulement le bas de la cellule, vissé sous cette dernière, éliminerait le signal magnétique de l'argent à $\sim 99.7\%$ (dans l'hypothèse d'un positionnement vertical parfaitement symétrique par rapport au gradiomètre).

En ce qui concerne la comparaison entre les bobines et la cellule, les résultats ci-dessus montrent que les bobines "³He" et "Ag ϕ 10" simulent bien l'³He et l'argent du point de vue magnétique.

6) Dépendance en champ de la sensibilité du dispositif

L'origine de la dépendance en champ de la sensibilité, reportée dans l'article précédent, n'est pas claire. L'effet ne dépend pas du jeu de bobines tests utilisé (fig. IV-14). Ceci suggère que la cause doit être recherchée au niveau du circuit de détection. Une dilatation - sous l'effet des gradients de champ - du mandrin en epoxy qui supporte à la fois les bobines de calibration et la bobine de détection rendrait compte de nos observations : par le calcul, on trouve que la self-inductance de la bobine de détection et la mutuelle avec une bobine de calibration donnée varient en proportion, laissant la sensibilité correspondante pratiquement inchangée, tout en diminuant celle aux bobines de test. Cependant, la variation de 10% observée nécessiterait une variation de 5% sur le diamètre, ce qui semble irréaliste.

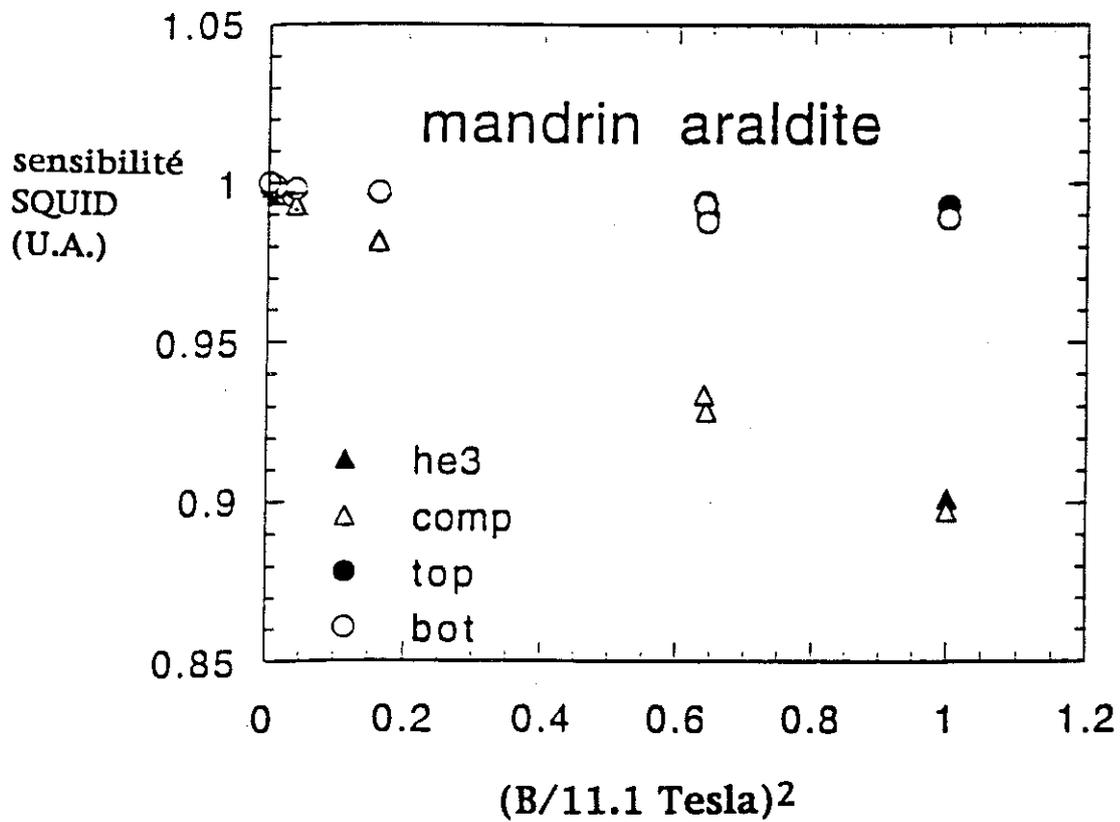
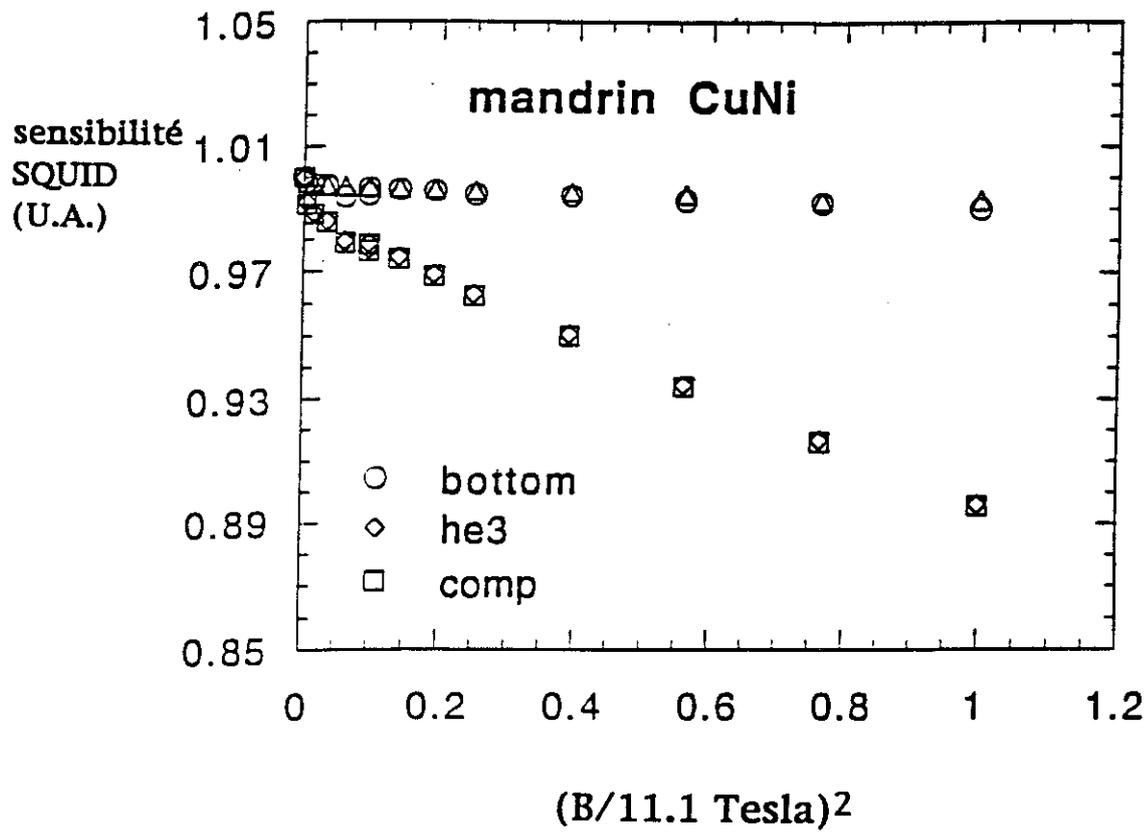


Figure IV-14 : Dépendance en champ de la sensibilité du SQUID

7) Calibration du signal de ^3He

Ce qui précède montre qu'il faut calibrer le signal de ^3He au même champ que celui sous lequel sont effectuées les mesures, ce qui était le cas pour la calibration utilisée, effectuée à partir de la loi de Curie du solide sous 11 Tesla. Le résultat déduit était 47 V pour le solide saturé. La précision est celle estimée sur l'échelle de température sous champ, soit 5 à 10%.

A partir des mutuelles calculées, on peut effectuer une nouvelle calibration. Le problème est de déterminer le nombre de volts en sortie pour une variation d'aimantation donnée dans le volume expérimental (en pratique, celle qui correspondrait à l'introduction de solide complètement polarisé dans la cellule vide). La procédure comporte deux étapes :

- détermination du flux Φ_{sat} pour le solide complètement polarisé.
- détermination de la sensibilité en volts (sortie analogique du SQUID) par flux : $V/\Phi_{\text{dét}}$.

1ère étape :

La procédure de calcul de Φ_{sat} est rappelée ci-dessous :

- à partir de la mutuelle calculée entre les cylindres contenant ^3He expérimental et la bobine de détection, et compte tenu de l'effet d'écrantage supposé (-3.7 %), on détermine un $\Phi_{\text{dét}}/M$ [Wb/Am^{-1}].
- le taux de compactage supposé pour le fritté (45%) permet de calculer la densité d'aimantation effective M_{sat} [Am^{-1}] pour le solide complètement polarisé.
- il en résulte $\Phi_{\text{sat}} = (\Phi_{\text{dét}}/M) M_{\text{sat}}$

2ème étape :

Deux approches sont possibles :

- a) - la mutuelle calculée entre la bobine de calibration BOTTOM et la bobine de détection donne $\Phi_{\text{dét}}/I_{\text{BOTTOM}}$

- la sensibilité mesurée V/I_{BOTTOM} (avec régulation sur TOP) permet alors la détermination de $V/\Phi_{\text{dét}}$.

b) - la mutuelle entre une bobine de test ${}^3\text{He}$ et la bobine de détection donne $\Phi_{\text{dét}}/I_{{}^3\text{He}}$

- la sensibilité mesurée $V/I_{{}^3\text{He}}$ donne alors la correspondance $V/\Phi_{\text{dét}}$.

Résultat :

Les mesures de sensibilité reportées au paragraphe précédent indiquent que la détermination de la sensibilité $V/\Phi_{\text{dét}}$:

- ne dépend pas du champ avec la méthode a)
- dépend du champ avec la méthode b)

Les valeurs de $V/\Phi_{\text{dét}}$ obtenues par a) et b) coïncident à 2% près, pour $B=0$.

Avec la méthode b), cette valeur est diminuée de 10% sous 11 Tesla.

Pour que les deux méthodes restent compatibles quel que soit B, il faut supposer que le couplage réel entre l' ${}^3\text{He}$ et la bobine de détection diminue effectivement de 10% lorsque l'on passe de 0 à 11 T, si l'on croit que la dépendance en champ de la sensibilité mesurée n'est pas un effet spécifique dû aux bobines. Dans le cas contraire, la question ne se pose pas et le couplage pertinent pour calibrer le signal d' ${}^3\text{He}$ serait celui à $B=0$.

Si l'on applique les résultats précédents aux valeurs mesurées de V/I_{BOTTOM} lors des expériences de fusion, on retrouve le résultat de $47V(\pm 1)$ à saturation, mais à $B=0$. A 11 Tesla, la valeur correspondante ne serait donc que de $42V(\pm 1)$ si l'on pense que l'effet de dépendance en champ s'applique pour la cellule. Ceci pose un réel problème d'interprétation :

- il n'y a pas de raison évidente pour laquelle l'effet de champ s'appliquerait seulement pour les bobines, d'autant que cet effet a été trouvé identique pour deux jeux de bobines de structure différente (fils résistifs sur mandrin d'araldite d'une part, fils supra sur mandrin métallique - moins déformable - d'autre part).

- par ailleurs, une différence de - 10% sur les volts à saturation, donc sur la calibration de la polarisation, impliquerait une réévaluation de + 20% sur la pente de la courbe $m(B_T - B_a)$ déterminée expérimentalement, ce qui aurait donc pour effet de redresser cette courbe. Cependant, la pente bas champ observée ne serait alors plus en accord avec celle déduite des mesures de Ramm *et al.*

D'autre part, il faut noter que plusieurs mois se sont écoulés entre les dernières expériences de fusion et cette série d'expériences sur le SQUID. Nous avons constaté une différence de 13% sur la valeur V/I_{BOTTOM} mesurée lors des fusions et lors de l'étude du SQUID. Il semble donc clair que certains paramètres peuvent changer à chaque intervention manuelle au niveau de la cellule, ce qui n'est pas étonnant pour un dispositif aussi sensible. Aussi, la chiffre de 42 V déterminé peut être erroné, même si le mandrin se déforme sous champ. Nous nous sommes donc tenu à la loi de Curie pour les expériences passées. Pour les expériences futures, nous comparerons ce chiffre avec celui obtenu par calibration du signal diamagnétique lors du remplissage initial de la cellule par de ^3He ou de ^4He .

V. Fusion rapide : Conclusion

J'ai mesuré dans l'³He liquide, l'énergie produite par la relaxation de la polarisation des spins. Cette mesure conduit à déterminer la courbe $m(B)$ de l'aimantation en fonction du champ magnétique effectif. Ce dernier est le champ qu'il faudrait appliquer pour obtenir la polarisation m à l'équilibre. Le champ effectif atteint 200 Tesla à $m=0.6$, $P=26$ bars et $T=70$ mK. La susceptibilité magnétique $\partial m/\partial B$ diminue de façon monotone lorsque B augmente. La valeur de B à $m=0.6$ est supérieure de 30% à l'extrapolation du régime bas champ. Ce résultat est en contradiction avec les prédictions du modèle de Vollhardt, c'est-à-dire une transition métamagnétique à $m\sim 0.2$, ainsi qu'avec celles du modèle de Bedell. Par contre, le modèle très simple de Stoner ($T=0K$, m arbitraire) est qualitativement en accord avec nos mesures. Pour pouvoir comparer de façon quantitative avec le modèle des paramagnons (T fini, $m<0.2$), il faudrait soit une résolution accrue sur les mesures pour $m<0.2$, soit une amélioration de la théorie permettant des prédictions fiables pour $m>0.2$.

J'ai testé les résultats obtenus, au moyen d'expériences systématiques mettant en jeu les effets thermiques et magnétiques. En particulier, la fiabilité de la méthode employée pour mesurer l'énergie de relaxation des spins a été démontrée, et une étude du magnétomètre à SQUID opérant sous 11 Tesla a été réalisée.

L'étape suivante consiste à mesurer les courbes $m(B)$, obtenues par cette méthode de fusion rapide, en fonction de la pression du liquide. Pour cela, j'ai réalisé une nouvelle cellule expérimentale, qui vient d'être montée sur notre réfrigérateur.

2ème Partie :

POLARISATION PAR
"FORCE BRUTE"

I. Généralités

A). MOTIVATIONS

Afin d'étudier le régime de faible polarisation ($m < 0.1$) qui autorise des comparaisons fines avec les théories existantes, nous avons été amenés à concevoir et développer un système permettant des mesures de précision sur le liquide dégénéré, aimanté dans de forts champs statiques (jusqu'à 30 Tesla). Cette méthode est complémentaire de la méthode de fusion rapide puisque, pour cette dernière, la résolution sur les courbes obtenues se dégrade pour $m < 0.2$.

En ce qui concerne la dépendance en polarisation des grandeurs physiques, on s'attend à des corrections relatives en m^2 dans la limite $m \rightarrow 0$. De fait, si on définit χ par $m = \chi(m)B$, on peut écrire :

$$\chi(m) = \chi_0 (1 + \beta m^2)$$

et la 1ère correction en aimantation est :

$$\delta m / m = \beta m^2$$

Notons qu'avec cette définition, le développement en m de la "vraie" susceptibilité, définie par $\xi = \partial m / \partial B$, est alors :

$$\xi(m) = \xi_0 (1 + 3\beta m^2)$$

Les théories disponibles à l'heure actuelle ne s'accordent ni sur la valeur, ni sur le signe de β . Ainsi, pour $m \sim 0.1$, à $P=30$ bars, $B=30$ Tesla et $T=0K$:

- Beal-Monod & Daniel : $\delta m / m \sim -1.5\%$
(paramagnons)
- Vollhardt : $\delta m / m \sim +5\%$
(modèle presque localisé)
- Bedell et al. $\delta m / m \sim +6\%$
(théorie de Landau étendue à m fini)

Ces chiffres justifient l'intérêt de mesures de précision sur la susceptibilité, ne serait-ce que pour infirmer définitivement toute tendance métamagnétique du liquide ($\delta m/m > 0$), déjà contredite par les résultats obtenus en fusion rapide. D'autre part, une vérification précise de la théorie des paramagnons serait alors possible, cette théorie ne permettant des prédictions fiables que pour $m < 0.2$ environ (correspondant à $B \sim 50$ Tesla).

B). CONTRAINTES

Obtenir une résolution de l'ordre de 1% sur $\delta(\Delta m)/\Delta m$, avec un rapport signal/bruit de 10 par exemple, implique de pouvoir mesurer des variations d'aimantation Δm à 0.1%. Ces dernières sont forcément faibles en pratique, car :

- les moments en jeu sont des moments nucléaires,
- la susceptibilité de l' ^3He liquide massif, de type Pauli, est intrinsèquement faible ($m \sim 0.12$ à 50 mK, 28 bars, 30 Tesla).

Les méthodes usuelles de mesure de susceptibilité ne sont pas adaptées aux conditions présentes :

- RMN : inadéquate car on veut mesurer la susceptibilité en fonction du champ appliqué. Par ailleurs, la fréquence de Larmor des spins d' ^3He est élevée sous fort champ ($\sim 1\text{GHz}$ pour $B=30$ Tesla).
- SQUID : problème du champ critique, même pour les supra de type II .
- technique de susceptibilité alternative : le T1 de l' ^3He est beaucoup trop long (~ 1000 s à 100 mK).

Ceci impose pratiquement l'utilisation d'une méthode mécanique, avec les contraintes spécifiques qui en découlent :

- problème des vibrations, en particulier dans l'environnement prévu (bobine haut-champ de type Bitter ou hybride, avec refroidissement par courant d'eau de fort débit).

- nécessité d'une méthode compensée, afin de soustraire le magnétisme du dispositif de mesure lui-même.

Une technique déjà utilisée pour l' ^3He liquide est l'ascension capillaire [M1], mais cette méthode ne permet de travailler qu'à pression de vapeur saturante, soit 0 bar à très basse température. Or, il est question pour nous de faire des mesures jusqu'à haute pression (~30 bars idéalement), où l'on attend le maximum d'effet sur la dépendance en m de la susceptibilité.

C. PRINCIPE DE MESURE

Nous avons donc retenu une méthode de couple, exploitant la force $F_z = M_z dB/dz$ subie par un échantillon d' ^3He dans le gradient de champ vertical de la bobine dans laquelle cet échantillon est aimanté (fig. I-1).

Suivant une idée d'A. Benoit et B. Castaing, le système est constitué d'une roue en araldite collée sur un fil de torsion passant par son axe. La roue est percée hors-axe de 2 trous de même volume dont l'un est vide et bouché, et l'autre ouvert (fig. I-2). L'ensemble plonge dans l' ^3He liquide. Lorsque ce dernier est polarisé en dehors du centre de champ de la bobine ($dB/dz \neq 0$), la force sur l' ^3He dans le trou ouvert provoque une rotation de la roue et par suite un couple de rappel, détecté capacitivement au moyen de 2 demi-électrodes (connectées) sur la roue, et 4 contre-électrodes fixes en regard, reliées 2 à 2 en croix (fig. I-3). La grandeur mesurée est le rapport $R = C1/(C1+C2)$ dont la variation ΔR est proportionnelle au couple $\Delta\Gamma$ appliqué :

$$\Delta R = 1/2 (D/e) (\Delta\Gamma/c)$$

où D est le débattement d'une des demi-électrodes mobiles (de l'ordre de sa longueur), e la séparation entre les électrodes en regard et c la constante de rappel du fil de torsion. Remarquons que dans cette approximation (qui néglige les effets de bord), la sensibilité ne dépend pas de la surface des électrodes en regard .

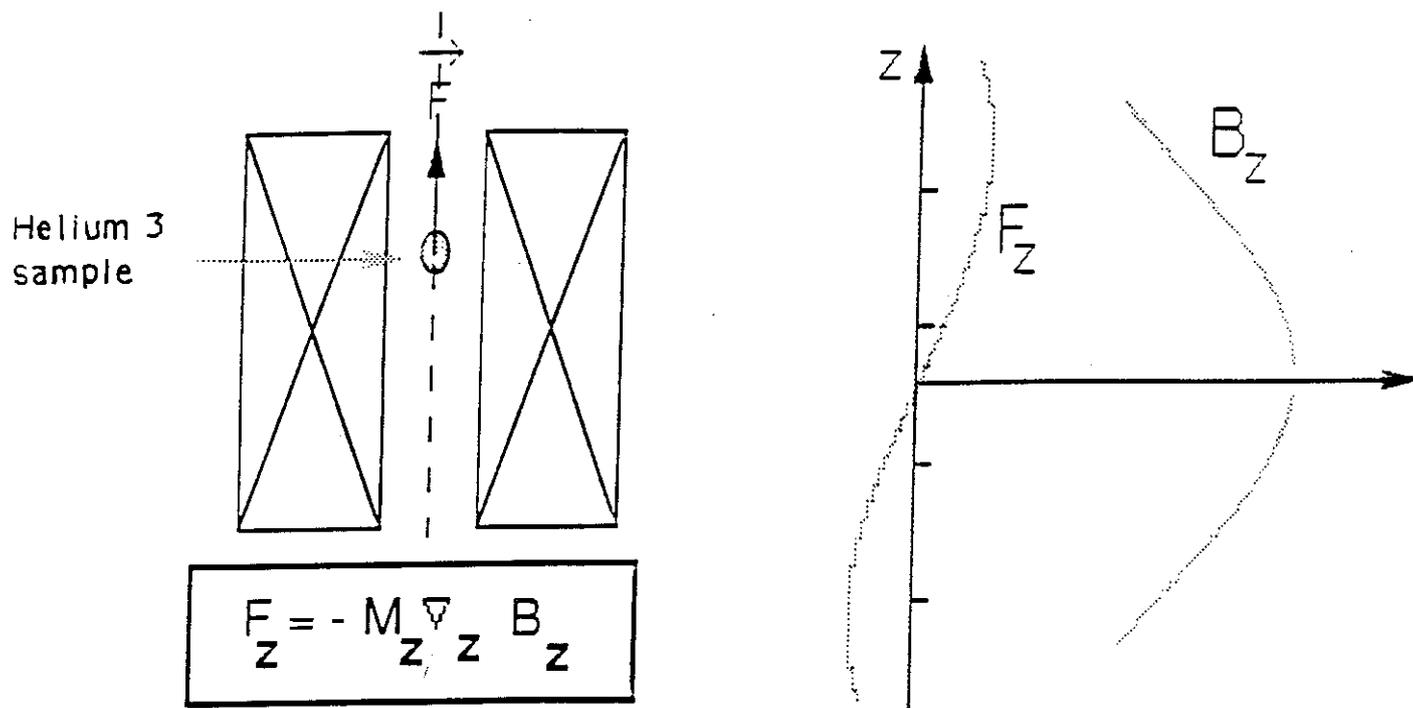


Figure I-1 : Principe de mesure

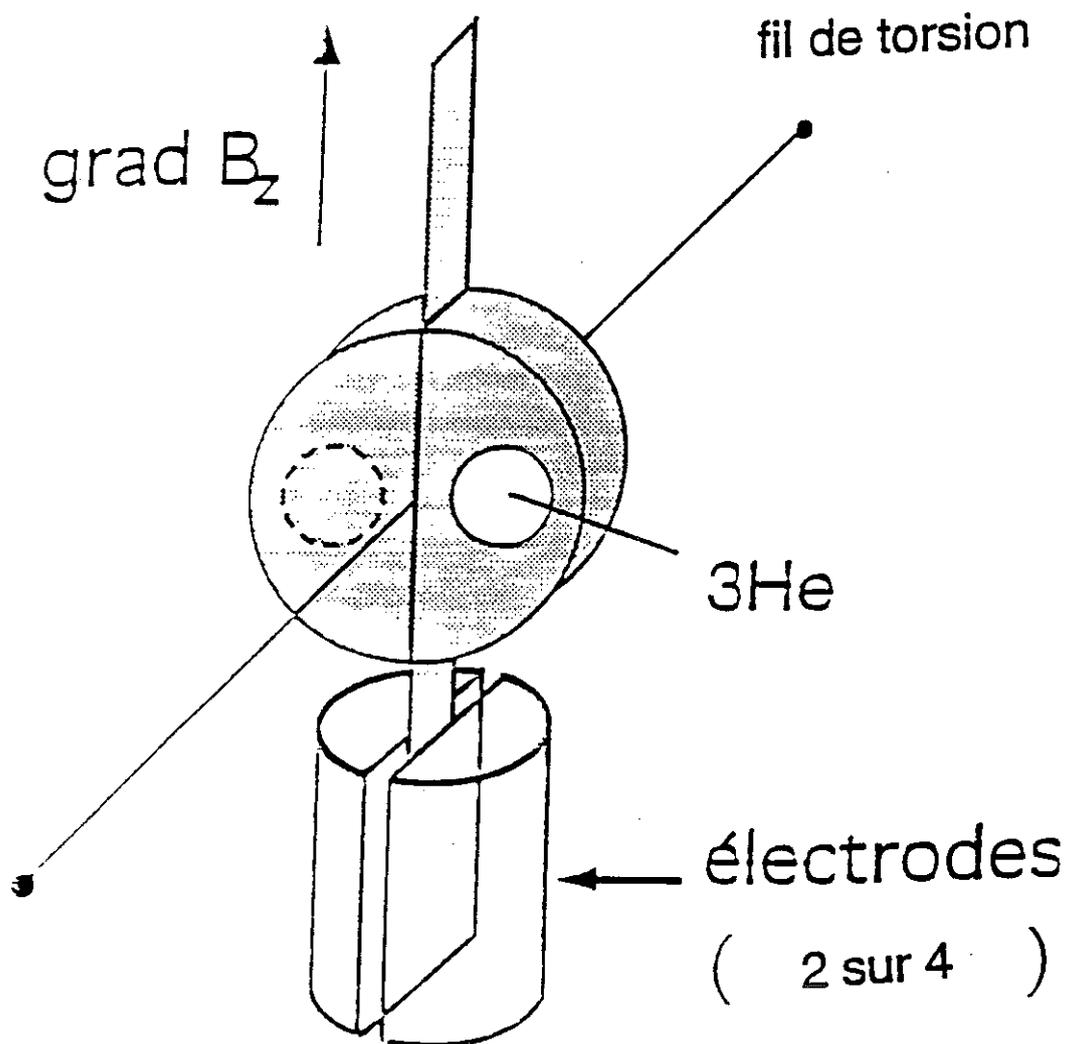


Figure I-2 : Le magnétomètre à couple

DETECTION

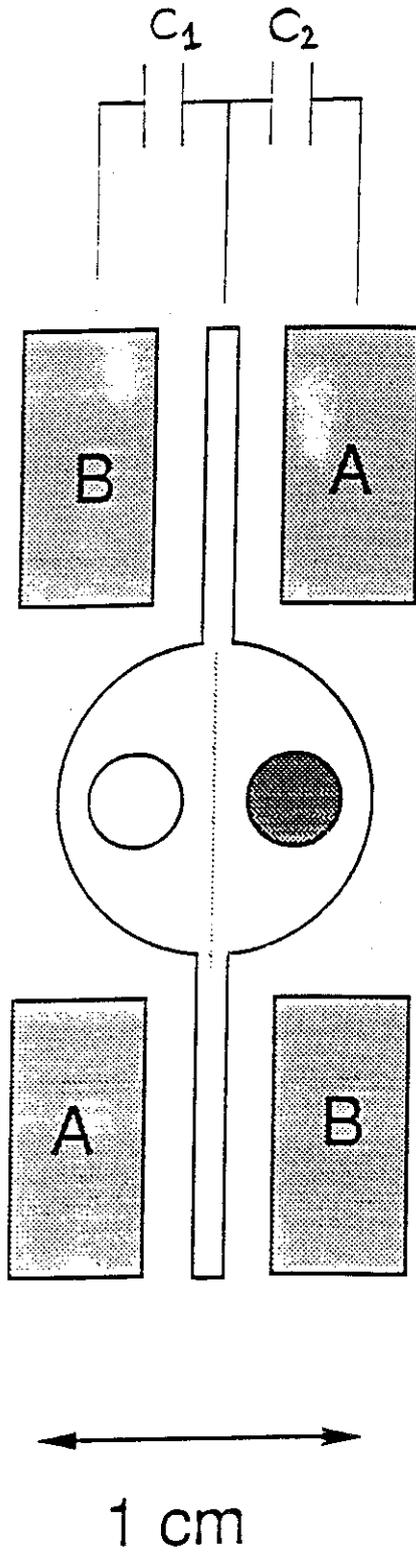


Figure I-3 : Electrodes de détection

Les avantages de principe de ce système sont les suivants :

- il permet de travailler avec du liquide sous pression,
- la géométrie ouverte (trou débouchant) permet un contact thermique optimal entre le liquide à l'intérieur et à l'extérieur du trou, ce qui a son importance vu la faible diffusivité thermique de ^3He à très basse température ($\sim 3 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^2/\text{s}$ à 50 mK).
- il n'est pas nécessaire de travailler à une position précise à l'intérieur de l'aimant (par exemple au centre de champ) : il suffit d'être en dehors du centre pour avoir du gradient (bien sûr, il existe une position précise où le signal sera maximal),
- sous l'hypothèse d'une géométrie parfaite (centre de gravité de la roue sur l'axe de rotation):

- le magnétisme de l'araldite est éliminé par construction (compensation par le trou vide symétrique),

- le système n'est pas couplé aux vibrations transversales et longitudinales, ce qui est important du point de vue du bruit de mesure.

En pratique, le système peut être réglé à une position fixée en équilibrant le couple sur ^3He par le couple créé sous champ par une bobine de régulation collée sur la roue et parcourue par un courant $I_{\text{régul}}$. Si on règle à la position correspondant à l'absence de champ appliqué, on a :

$$\delta(r M_z dB_z/dz + I_{\text{régul}} S_{\text{tot}} B_z) = 0$$

où r est le bras de levier associé à ^3He et S_{tot} la surface totale associée à la bobine.

Pour une position z donnée dans la bobine, dB_z/dz est proportionnel à B_z . Il en résulte $\delta I_{\text{régul}}$ proportionnel à δM_z .

La variation du courant de régulation reflète directement la variation d'aimantation.

D). CALCUL DE FAISABILITE

1) Détection

Avec un pont de capacités, si le niveau de bruit le permet, on peut mesurer jusqu'à $\delta R = \pm 10^{-6}$ par rapport à la valeur R_0 pour laquelle le pont est équilibré (pour une symétrie parfaite : $R_0=0.5$). En pratique, si on table sur un niveau de bruit de $\sim 10^{-5}$ (plus réaliste), il faudrait que l'effet ultime à mesurer ($\delta m = \beta m^3$) corresponde à une variation $\delta R \sim 10^{-4}$ (avec un rapport signal/bruit de 10), et donc que la variation d'aimantation Δm totale mesurée corresponde à $\Delta R \sim 10^{-2}$.

Dans la géométrie présente, la constante de rappel du fil est donnée par :

$$c = (1/32)(\mu\pi\phi^4/L) \quad \text{avec :}$$

- μ module de torsion
- ϕ diamètre du fil
- $L=l/2$ où l est la longueur du fil de chaque côté de la roue.

Avec un fil de tungstène ($\mu=13.4 \cdot 10^{10} \text{ N/m}^2$) de $\phi 66 \mu\text{m}$ et $l = 3 \text{ mm}$, on calcule :

$$c = 1.7 \cdot 10^{-4} \text{ Nm/rad}$$

Et avec $D/e = 30$ (correspondant à $D \approx 1 \text{ cm}$ et $e \approx 300 \mu\text{m}$), la sensibilité $\Delta R/\Delta \Gamma = 1/2 (D/e) (1/c)$ vaut :

$$\Delta R/\Delta \Gamma \approx 10^{-4} / \text{nNm}$$

ΔR mesuré = 10^{-2} correspond donc à $\Delta \Gamma \approx 100 \text{ nNm}$ appliqués.

Est-il possible de créer un tel couple sur $l^3\text{He}$ dans une bobine haut-champ, sachant que la taille du système est forcément limitée par le diamètre du trou de l'aimant ($\phi 50\text{mm}$) ?

2) Excitation

Dans l'aimant, le profil du champ est parabolique autour du centre de la bobine et en un point z donné, B_z et dB_z/dz sont proportionnels à B_c , valeur maximale. La quantité $(B_z dB_z/dz)/B_c^2$ ne dépend donc que de z .

L'aimantation totale de n moles d' ^3He situées à la position z est :

$$M_3(z) = n \chi_{\text{mol}} B(z)$$

et le couple instantané subi est :

$$\Gamma = r M_3(z) (dB_z/dz)(z) = r (V/v) \chi_{\text{mol}} \{(B dB/dz)/B_c^2\} B_c^2$$

- r : distance du trou contenant ^3He à l'axe de rotation
- V : volume du trou
- v : volume molaire de l' ^3He à la pression de travail

Pour une variation $\Delta B_c = B_{cf} - B_{ci}$ du champ central, la variation de couple correspondante, à l'équilibre, est donc donnée par :

$$\begin{aligned} \Delta \Gamma &= r M_3(z) (dB_z/dz)(z) = r (V/v) \chi_{\text{mol}} \{(B dB/dz)/B_c^2\} (B_{cf}^2 - B_{ci}^2) \\ &= 2r (V/v) \chi_{\text{mol}} \{(B dB/dz)/B_c^2\} B_{c \text{ moyen}} \Delta B_c \end{aligned}$$

Dans la bobine résistive M9 du SNCL, on a $\{(B dB/dz)/B_c^2\}_{\text{max}} = 5.4 \text{ m}^{-1}$.

Prenons $\chi_{\text{mol}} = +24.2 \cdot 10^{-6} \text{ Am}^2/\text{Tesla.mol}$, correspondant au paramagnétisme de l' ^3He à $T=80 \text{ mK}$ et $v=26.5 \text{ cm}^3/\text{mol}$ (~ 28 bars). Par ailleurs, avec $r = 3 \text{ mm}$, $V=0.02 \text{ cm}^3$, $\Delta B_c = 5 \text{ Tesla}$, $B_{c \text{ moyen}} = 20 \text{ Tesla}$, on trouve : $\Delta \Gamma = 60 \text{ nNm}$. La valeur obtenue est de l'ordre de grandeur désiré et conduirait à un rapport signal/bruit de 5 environ.

II. Réalisation pratique

A). CONSTRUCTION DE LA CELLULE

Dans ce qui suit, je donne quelques points importants en ce qui concerne le montage de la cellule utilisée pour les expériences décrites par la suite :

- les dimensions caractéristiques importantes sont essentiellement celles utilisées dans le calcul de faisabilité précédent. On peut rajouter que le diamètre de la roue est 11.5 mm, l'épaisseur 4.0 mm, et la longueur totale avec électrodes 32 mm.
- la quantité de métal à l'intérieur de la cellule a été minimisée, de sorte à limiter l'échauffement par courants de Foucault lors des variations de champ.
- ainsi, le matériau de base retenu pour la partie mobile et le corps de la cellule est l'araldite. En particulier, les électrodes sont formées de feuilles de kapton de 100 μ m sur lesquelles a été déposé un film d'or de 0.1 μ m. Ces feuilles ont été collées sous presse sur des supports rigides en araldite. Les parties métallisées formant l'électrode mobile de la roue ont été connectées entre elles par un film de laque à l'argent. La sortie se fait par le fil de torsion. Cette conception évite les signaux magnétiques parasites qui résultent de l'utilisation d'électrodes en métal massif.
- dans le même esprit, la bobine de régulation n'est composée que de 2 tours de fil de cuivre de diamètre 40 μ m, collés au Stycast blanc (Stycast 1266, Emerson & Cuming). Les fils ont été torsadés en sortie. Lors du montage, il faut protéger le fil par une couche de colle car la laque d'argent dissout le vernis, d'où risque de court-circuit entre l'électrode mobile et la bobine de régulation.

- la roue comporte un axe en araldite percé à 0.3 mm pour le passage du fil de torsion, collé au Stycast blanc. Ce fil est en tungstène, de diamètre ϕ 66 μm , collé aux bouts sous tension (\sim 200 grammes) sur 2 languettes flexibles en araldite, découpées dans le corps de la cellule et précontraintes. Cette astuce permet au fil de rester tendu à froid, malgré la contraction thermique de l'araldite.
- le trou vide a été bouché sous atmosphère d' ^4He , de sorte à minimiser la quantité d'oxygène piégé, dont certaines phases solides sont magnétiques.
- le corps de la cellule est un tube en araldite en 2 parties, facilitant le montage de la roue. Un soin particulier a été apporté pour minimiser le volume d' ^3He autour de la roue afin de réduire au maximum d'éventuels gradients thermiques, l'apparition de ces derniers étant favorisée par la mauvaise conduction thermique de l' ^3He à très basse température ($\kappa_{3(0 \text{ bar})} \sim 3.3 \cdot 10^{-4} \text{ T}^{-1} \text{ WK}^{-1}\text{m}^{-1}$).
- l'intérieur de la cellule comporte 2 thermomètres de carbone (2 x 3 mm) découpés dans la même résistance (Speer 100 Ω), amincis à \sim 0.5 mm et dont les contacts ont été réalisés à la laque à l'argent. Ces thermomètres se trouvent à quelques mm au-dessus et en dessous de la roue, ce qui permet de tester la présence d'un éventuel gradient thermique vertical.
- dans une position symétrique par rapport à la roue, se trouvent également un viscosimètre à fil vibrant (Cu-Ni ϕ 70 μm , L=3mm), relié en 4 fils, ainsi qu'une résistance de chauffage.
- les connexions électriques sont faites au moyen de fil de Cu-Ni de ϕ 100 μm . Les fils actifs ont été blindés au mieux en les torsadant avec un fil neutre relié à la masse, puis fixés dans des rainures le long du corps de la cellule.
- l'étanchéité de la cellule a été réalisée par un tube de kapton encollé (1 mm de paroi), collé au Stycast noir (Stycast 2850, Emerson&Cuming) à ses deux bouts sur deux bouchons en araldite. Le bouchon inférieur comporte les passages étanches des fils de mesure.

B). CRYOGENIE (cf fig. II-1)

L'ensemble de la cellule est conçue pour rentrer dans la boîte à mélange (diamètre intérieur 23 mm) d'un réfrigérateur à dilution, lui-même conçu pour être inséré dans un cryostat ^4He s'introduisant dans le trou de champ de l'aimant (ϕ 50 mm) et découplé mécaniquement de ce dernier.

La connexion thermique entre le mélange ^3He - ^4He et l' ^3He pur à l'intérieur de la cellule est assurée au moyen de 2 frittés d'argent rectilignes traversant le bouchon supérieur de la cellule. L'étanchéité est faite au Stycast noir (au niveau des passages, le fritté (1 mm d'épaisseur) s'interrompt et seul le métal massif (0.5 mm d'épaisseur) traverse. La géométrie retenue pour les frittés minimise les courants induits et est conçue pour assurer un refroidissement homogène du liquide au niveau de la roue.

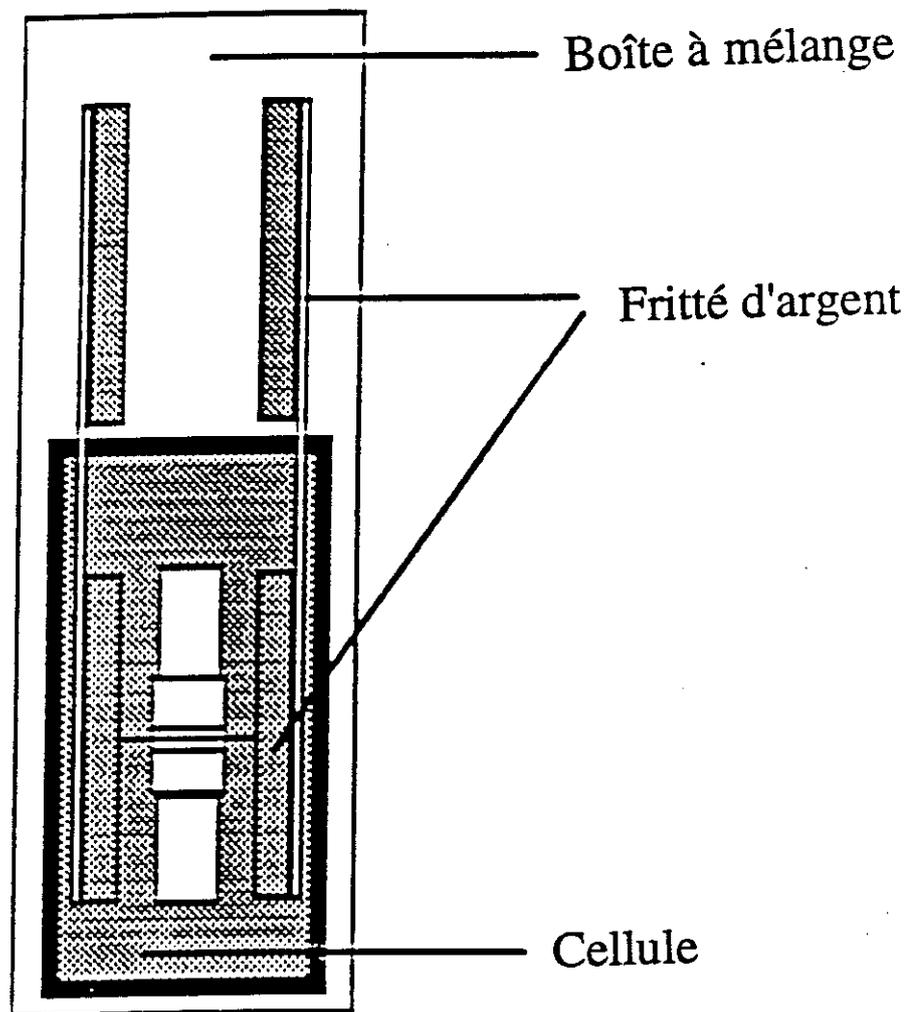


Figure II-1 : Cryogénie

III. Expériences

A). INTRODUCTION

Nous avons effectué plusieurs expériences, tant au Service National des Champs Intenses à Grenoble, qu'au High Field Magnet Laboratory de Nijmegen (Pays-Bas). Nous avons travaillé sur bobine résistive et bobine hybride dans chacun de ces deux laboratoires. Chaque séance (de durée 10 jours environ) a donné lieu à des progrès continus dans la compréhension du système de mesure et de l'environnement particulier d'un aimant haut-champ. Dans ce qui suit, je présente la dernière expérience à laquelle j'ai participé, menée au SNCI dans la bobine résistive M9. La cellule utilisée, décrite dans les pages précédentes, est celle qui a donné les meilleurs résultats pour l'instant.

B). CELLULE VIDE

1) Carte de champ de la bobine M9

La sortie du pont en volts a été mesurée en fonction de la position du vase (donc de la cellule) dans le trou de champ de l'aimant, pour un courant d'injection donné dans la bobine de régulation (+ et - 9 mA) et un champ central (maximal) $B_c = 5$ Tesla. Le résultat est reporté fig. III-1, et reflète le profil du champ à l'intérieur de la l'aimant, puisque le couple est $S_{tot} \cdot I \cdot B$ (avec $S_{tot} = 0.95 \text{ cm}^2$ et B le champ local).

Grâce à ces mesures, on détermine un ajustement de B/B_c jusqu'au 2ème ordre en $(\Delta z)^2$, Δz étant l'écart au centre de champ (signe + si au-dessus). On peut ainsi déterminer le gradient $(dB/dz)/B_c$ en fonction de Δz , et par suite la quantité $(B \cdot dB/dz)/B_c^2$ dont est proportionnelle la force instantanée sur un échantillon paramagnétique où diamagnétique situé en dehors du centre de champ. La fig. III-2 montre que, dans le cas présent, cette force est maximale pour $\Delta z = \pm 60$ mm du centre du champ (la position -60 mm n'étant cependant pas accessible pour nous en pratique).

Carte de champ de l'aimant M9 (SNCI)

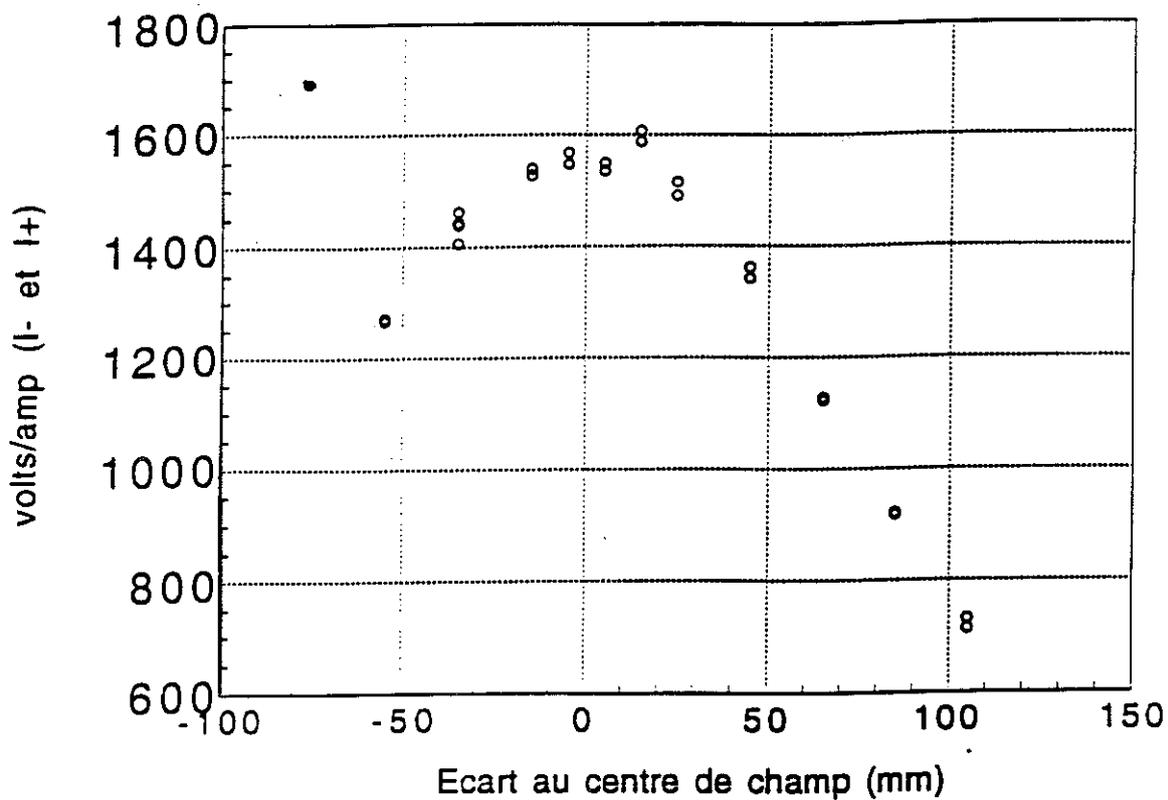


Figure III-1

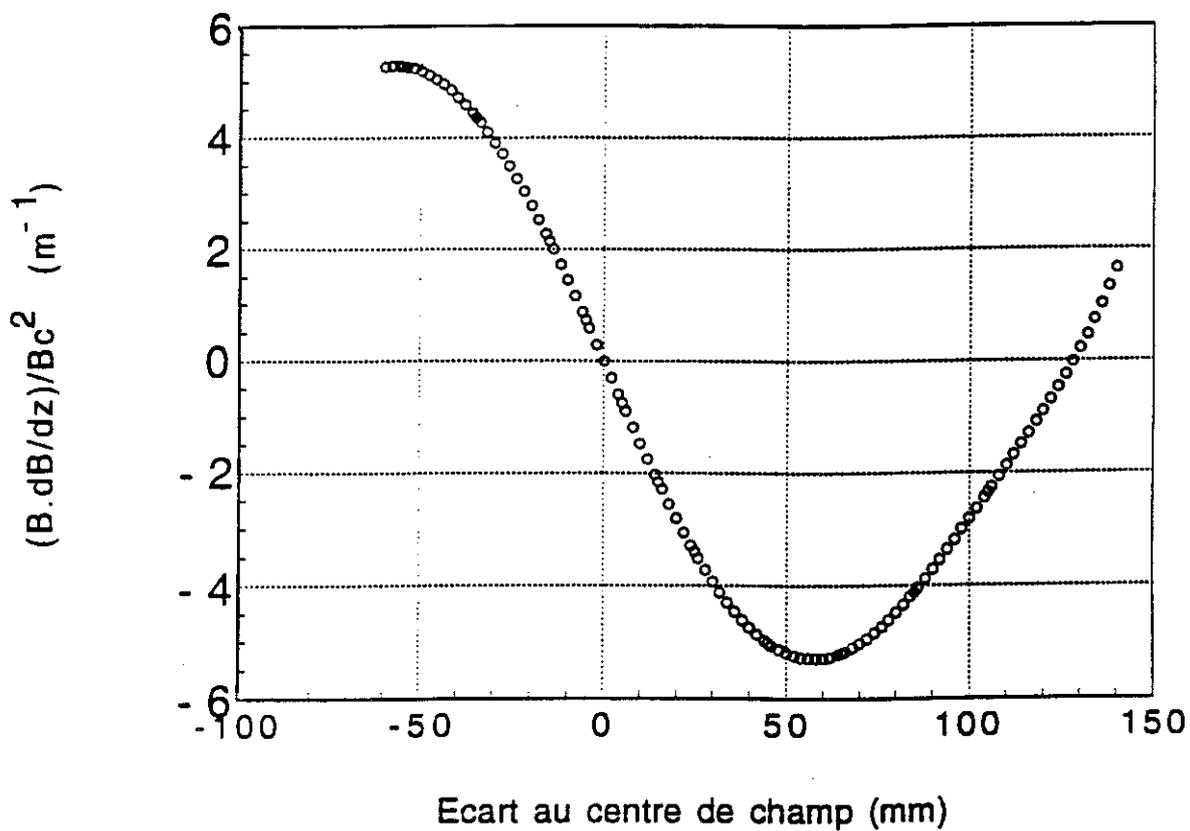


Figure III-2

Figure III-3

Déséquilibre du pont en fonction du couple appliqué

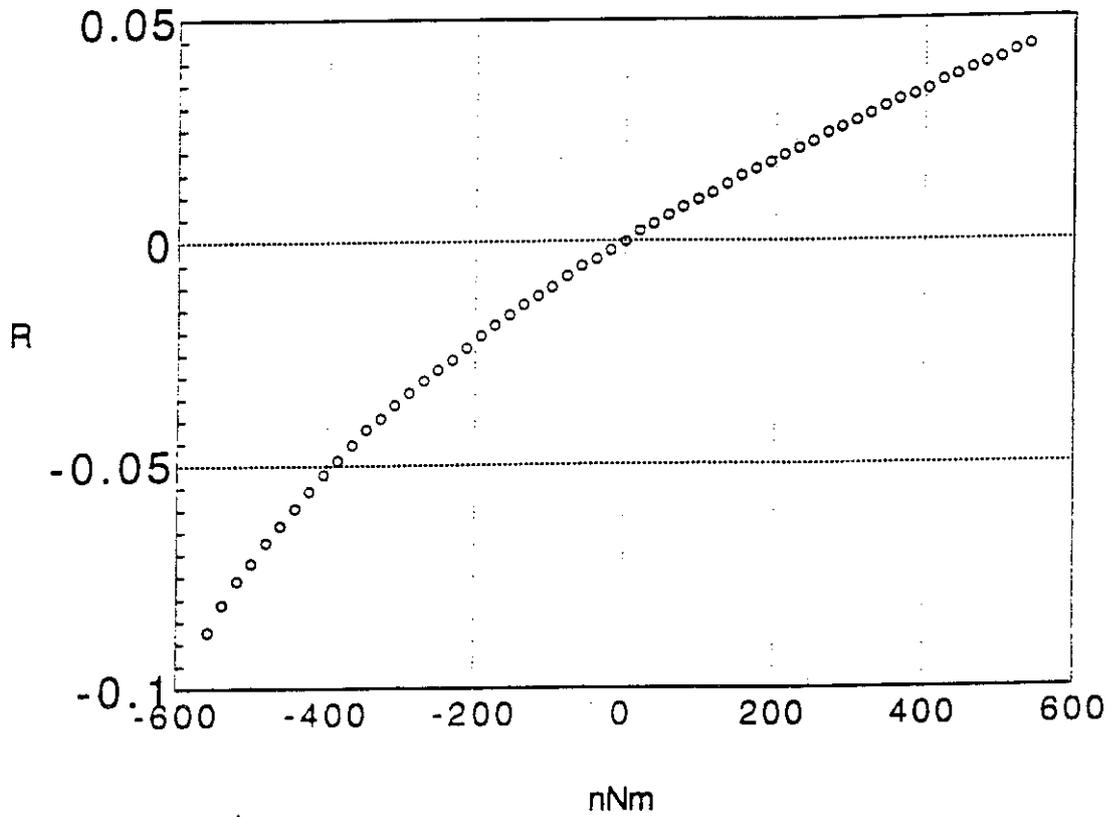
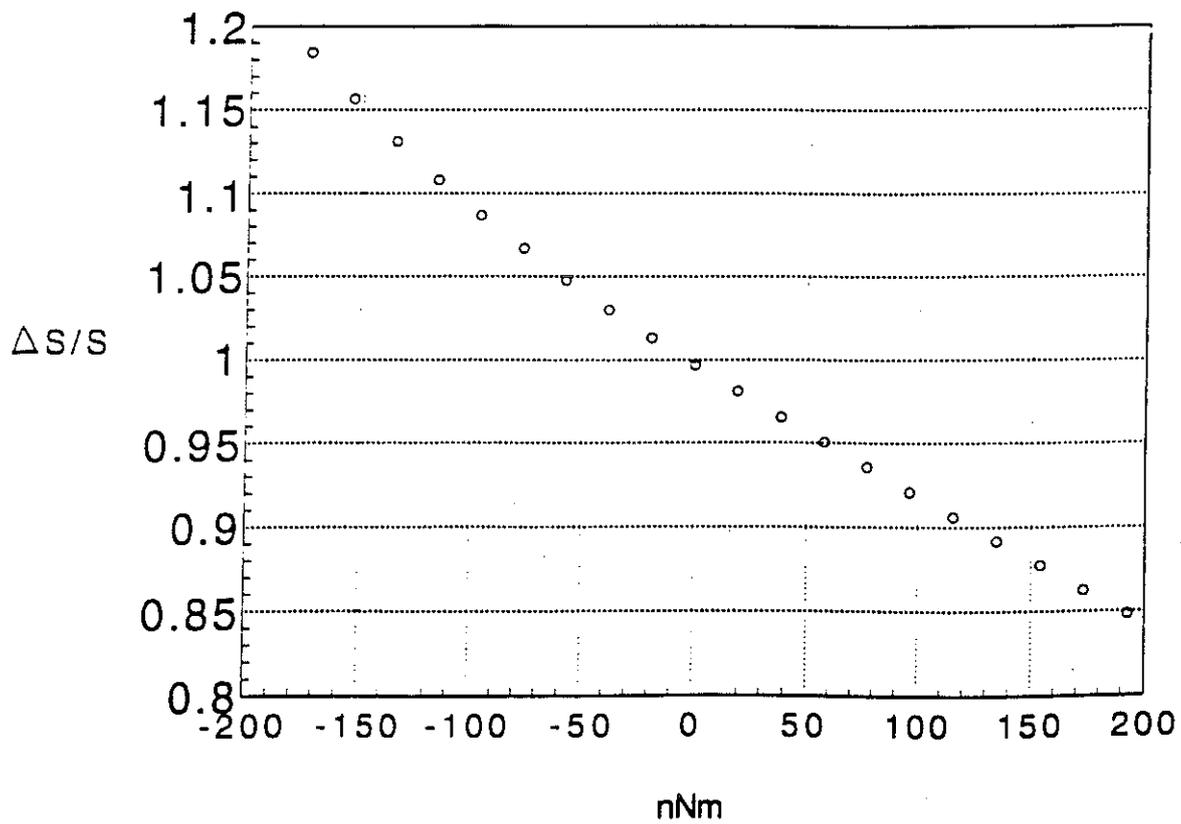


Figure III-4

Variation relative de sensibilité en fonction du couple appliqué



2) Sensibilité du système en fonction du couple appliqué

La réponse du pont à courant d'injection de forme triangulaire (fréquence 1 mHz) a été mesurée à une position fixée ($\Delta z = -50$ mm) et avec $B_c=5T$. Le résultat est reporté fig. III-3, avec le courant converti en couple :

- on n'observe aucune hystérésis avec le sens du courant.
- la réponse n'est pas linéaire avec le couple appliqué : les déplacements en jeu sont sans doute suffisamment importants pour mettre en évidence la dépendance en angle au-delà du 1^{er} ordre des capacités mutuelles, dépendance due à la géométrie.
- la variation relative de pente (déduite d'un ajustement polynomial de la courbe précédente) est représentée fig. III-4, en fonction du couple appliqué. On déduit une variation de sensibilité de ~ 0.08 % par nNm appliqué dans la gamme ± 100 nNm. Ceci montre l'intérêt de réguler à position fixée, l'amplitude du signal paramagnétique de ^3He tel que mesuré dans nos expériences étant de l'ordre de 100 nNm, comme nous le verrons.
- à partir de la correspondance $\delta V / \delta R$ mesurée, on détermine une sensibilité absolue $\delta R / \delta \Gamma = 1.0 \cdot 10^{-4} / \text{nNm}$ autour de la position de régulation correspondant à $B=0$ (couple appliqué nul), en accord avec l'estimation théorique.
- il faut noter que la stabilité sur la sensibilité mesurée à vide n'est pas très bonne : pour une position donnée, nous avons observé des variations de $\pm 1\%$ par rapport à la moyenne d'un jour à l'autre.

3) Réponse à une rampe de champ

Pour un dispositif parfaitement compensé, on n'attend aucune réponse à vide suite à une variation de champ appliqué. Pour tester ce point, nous avons effectué (à T~4K) des rampes de champ (B_c : 0->16 et 16->0 Tesla, vitesse : 12 s/Tesla) et mesuré la réponse du système, régulé à sa position en champ nul. La fig. III-5 montre le courant de régulation mesuré, converti en couple, pour différentes positions de la cellule dans l'aimant.

On constate l'existence d'un fort signal de fond, linéaire en B_c^2 et changeant de signe à la traversée du centre de champ. L'amplitude est maximale pour $\Delta z = +60$ mm et vaut $\Delta\Gamma/\Delta(B_c^2) \approx 2.7$ nNm/Tesla² à cette position.

Ces observations indiquent un défaut de compensation de l'araldite composant la partie mobile du système. Un décentrage $\delta \approx 0.1$ mm du fil de torsion par rapport au centre de la roue est compatible avec l'amplitude de l'effet observé et la valeur de la susceptibilité diamagnétique de l'araldite ($\chi_{\text{araldite}}(4.2 \text{ K}) = -5.05 \cdot 10^{-7}$ emu/g).

L'existence de ce décentrage a d'importantes conséquences pratiques :

- le système est couplé aux vibrations transversales et longitudinales des supports, d'autant plus que le décentrage est grand. Ceci augmente le bruit de mesure et explique son origine mécanique dominante.

Le niveau de bruit correspondant est ~ 4 pA.m² rms, ce qui correspond typiquement à 0.1 nNm dans les champs les plus forts. Compte tenu de la sensibilité mesurée, le bruit de mesure correspond donc bien à $\delta R = 10^{-5}$, valeur utilisée dans le calcul de faisabilité. La réduction de ce bruit d'un facteur 4 permettrait l'observation de l'effet recherché sous pression avec un rapport signal/bruit de 10 environ.

- pour la cellule remplie, l'obtention du signal de l'³He à la précision voulue, par soustraction du signal de fond mesuré à vide, est aléatoire dans les conditions présentes, vu l'importance de ce dernier (~ 10 x le signal paramagnétique de l'³He). En effet, une résolution de 0.1% sur la variation d'aimantation de l'³He nécessiterait alors une reproductibilité du signal de l'araldite meilleure que 0.01% entre les mesures dans l'état vide et l'état rempli, ce qui semble illusoire. La

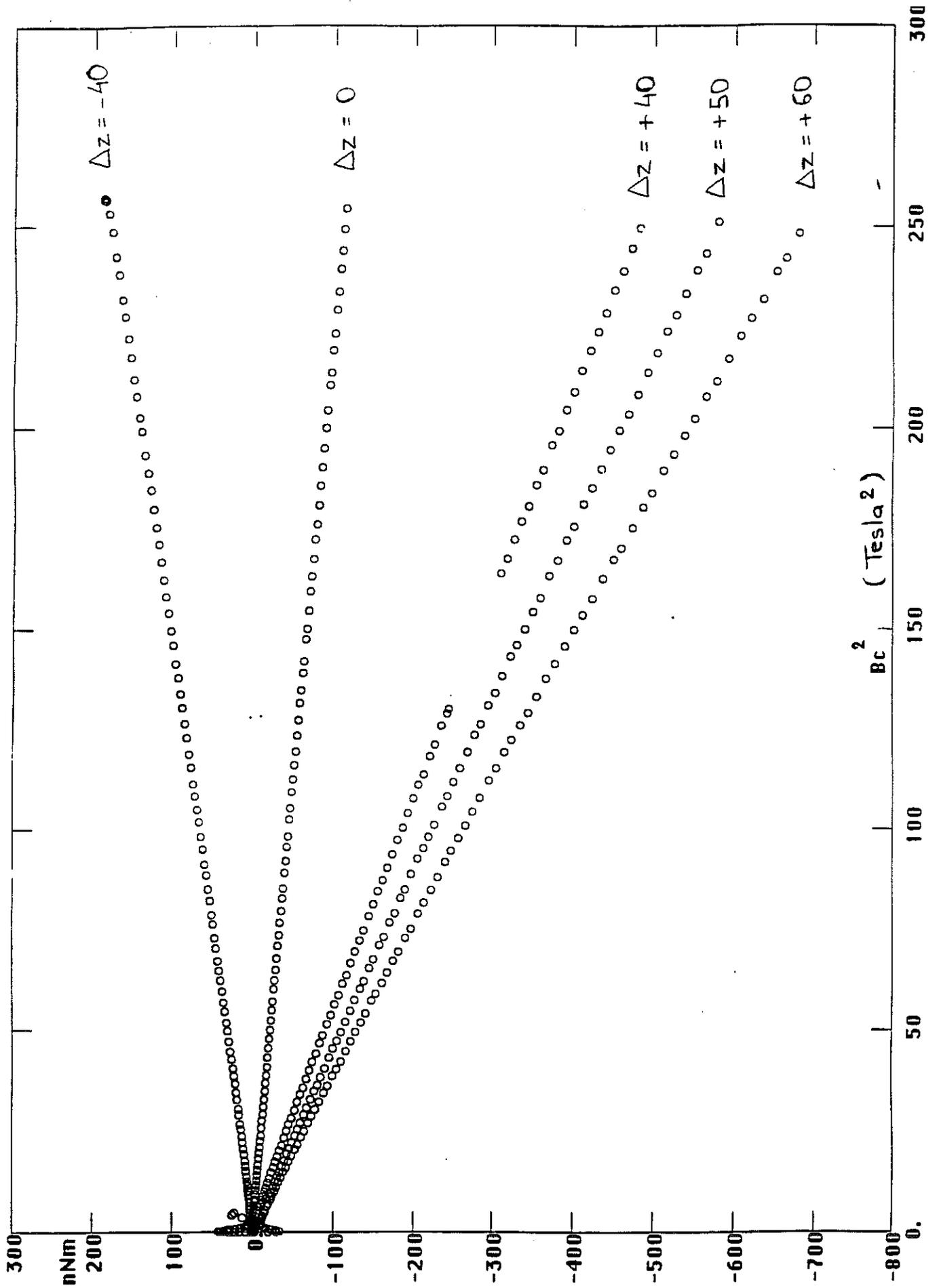


Figure III-5 : Signal parasite à vide

dispersion observée à vide sur la sensibilité du dispositif ne permettrait déjà pas cette reproductibilité dans le cas présent.

IL EST CEPENDANT POSSIBLE DE SEPARER LE PARAMAGNETISME DU DIAMAGNETISME EN EXPLOITANT LE FAIT QUE LES CONSTANTES DE TEMPS ASSOCIEES SONT TRES DIFFERENTES (fig. III-6).

En effet, la relaxation des spins est caractérisée par le temps de relaxation T_1 (~1000 s à 100 mK). Après une variation de champ ΔB rapide (de durée $\tau \ll T_1$), le paramagnétisme se mettra donc en équilibre avec la constante de temps T_1 , au contraire du diamagnétisme qui répondra instantanément au champ. Le champ final atteint, le signal observé ne sera donc dû qu'aux spins et le couple mesuré correspondant sera proportionnel à la variation d'aimantation paramagnétique :

$$\begin{aligned} \Delta \Gamma_{\text{para}} &= r \Delta M_{\text{para}} dB/dz \\ &= r (V/v) \chi_{\text{mol}}^{\text{para}} \{(B \cdot dB/dz)/B_c^2\} B_{\text{cf}} \Delta B_c \end{aligned}$$

Avec les chiffres précédents et $B_{\text{cf}} = 25$ Tesla, on obtient : $\Delta \Gamma_{\text{para}} \approx 40$ nNm .

Sous l'hypothèse de départ en ce qui concerne le niveau de bruit (10^{-5} de variation sur la sortie du pont de capacités), il est donc possible en principe de résoudre l'effet recherché à haut champ avec un rapport signal/bruit de 3 environ.

En ce qui concerne cette méthode de séparation temporelle des contributions paramagnétique et diamagnétique, il est important de noter que dans la pratique, le pas de champ a une durée finie τ et par conséquent, un peu de paramagnétisme relaxe pendant la variation du champ.

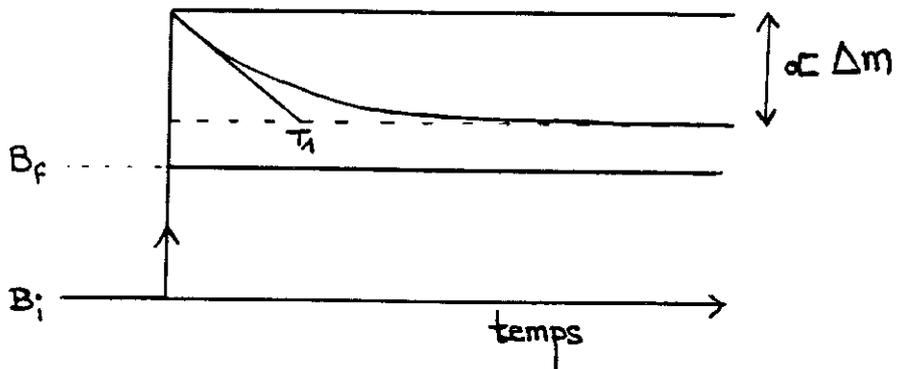
Pour obtenir la variation totale du signal correspondant au pas ΔB_c , le calcul montre que, dans la limite $\tau \ll T_1$, il faut extrapoler le signal mesuré à l'instant $\tau/2$ (moitié de la rampe de champ). Il est clair que le résultat final dépendra directement de la qualité de cette extrapolation.

La fig. III-7 montre le signal mesuré après une rampe de champ sur la cellule vide ($B_c : 10 \rightarrow 20$ Tesla, 6 s/Tesla). La relaxation observée du signal de fond est $< 0.5 \mu\text{A}$, ce qui correspond à 0.7 nNm pour cette position ($\Delta z = +60$ mm).

SEPARATION TEMPORELLE DU PARAMAGNETISME ET DU DIAMAGNETISME

Paramagnétisme : temps de relaxation T1

Cas idéal :



Cas réel :

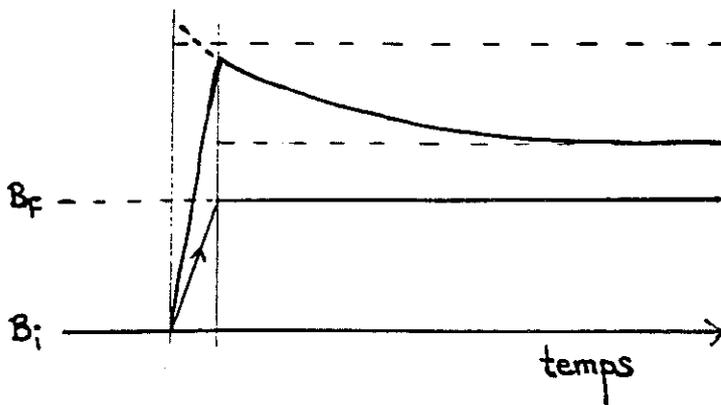


Figure III-6

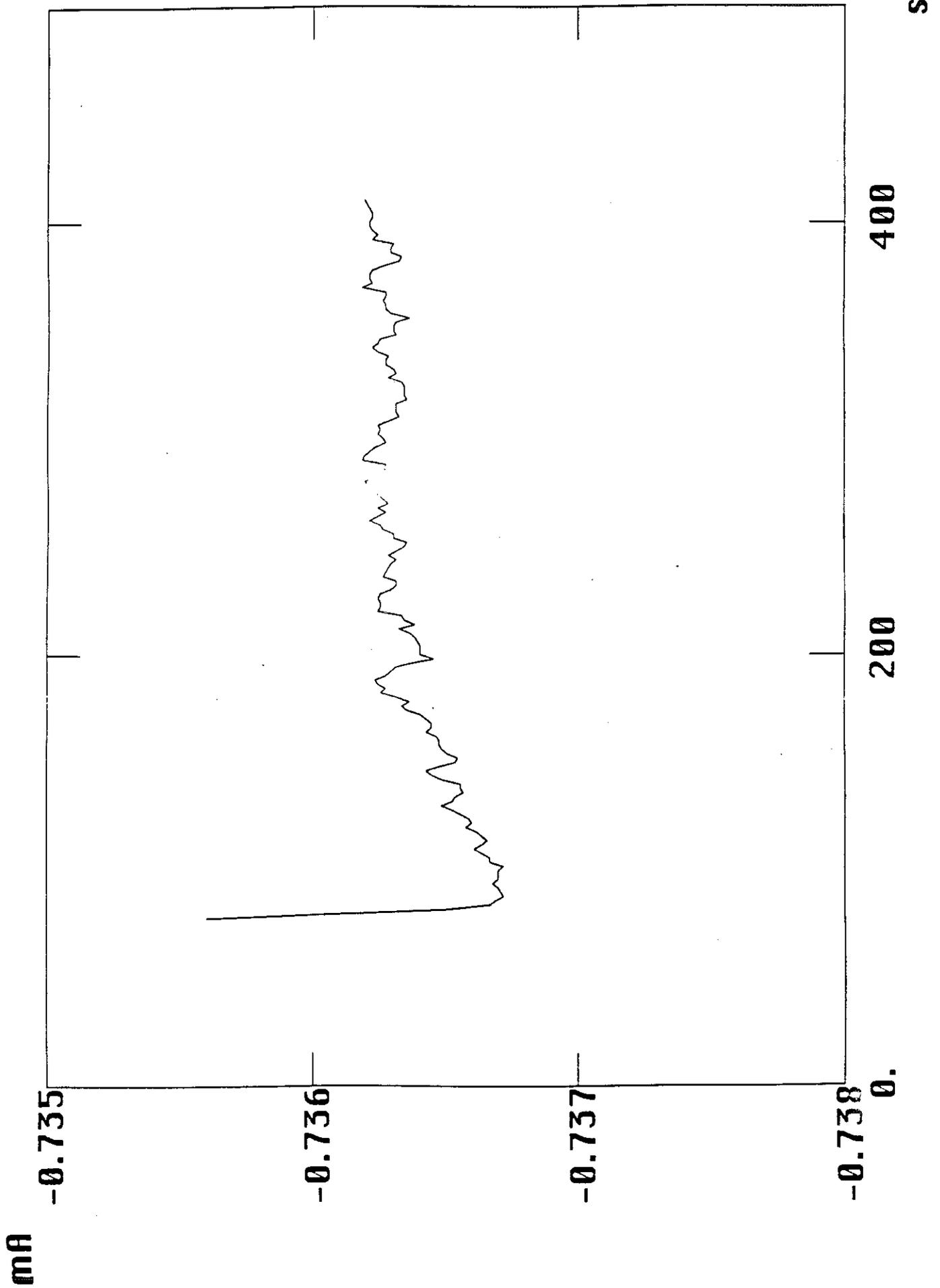


Figure III-7 : Relaxation du signal parasite
après une rampe de champ rapide

C). CELLULE PLEINE

1) Conditions expérimentales

Nous avons rempli la cellule d' ^3He liquide à $P \sim 0$ bar et effectué des rampes de champ diverses (jusqu'à $B_c \text{max} = 23$ Tesla) à la vitesse maximale autorisée (6 s/Tesla).

La gamme de température était $80 \text{ mK} < T < 250 \text{ mK}$ et la position de travail $\Delta z = + 60 \text{ mm}$ pour avoir le maximum de signal. (à cette position, on a $B = 0.77 B_c$ et $dB/dz = 7.0 \text{ [m}^{-1}] B_c$, correspondant à un $B \cdot dB/dz$ maximal).

A pression nulle, on n'attend pas d'effet significatif en fonction du champ sur la susceptibilité du liquide, même à 30 Tesla. Il est possible cependant de tester la résolution atteinte dans les conditions présentes en vu d'expériences futures sous pression.

Le magnétomètre était réglé à sa position champ nul dans la grande majorité des expériences, avec une constante de temps de filtrage de 3 s en général. Le signal de régulation a été enregistré sur une durée maximale de $\sim 2500 \text{ s}$, depuis le début de la rampe de champ.

La sensibilité de sortie du pont en réponse à un courant injecté dans la bobine de régulation était constante à $\pm 0.4\%$ tout au long de ces expériences cellule pleine. Cette dispersion est donc moindre que celle observée cellule vide à la même position ($\pm 1\%$).

Le bruit de mesure observé n'est pas significativement différent de celui obtenu cellule vide, soit $\sim 4 \text{ pA.m}^2 \text{ rms}$.

2) Relaxations d'aimantation observées

La fig. III-8 montre, sur une échelle de temps courte, un signal typique obtenu à 80 mK pendant et après une rampe de champ B_c de 10 à 15 Tesla.

- le courant de régulation enregistré montre le fort signal de l'araldite pendant la montée du champ, auquel se superpose le signal diamagnétique de ^3He . Le champ final atteint, on observe le signal paramagnétique de ^3He , relaxant vers sa valeur d'équilibre. Cette figure met bien en évidence le rapport 10 entre le signal parasite dû à la cellule et le signal désiré. Notons que la relaxation rapide observée après la fin de la rampe n'est pas physique : elle provient de la constante de temps de la régulation.
- sur la même figure est également représentée l'amplitude du viscosimètre, permettant de contrôler la montée du champ et d'estimer la stabilité en température pendant la relaxation ultérieure de ^3He .

Après réduction de l'échelle verticale et amplification de l'échelle horizontale, on peut observer la relaxation paramagnétique proprement dite sur une échelle de temps longue (fig. III-9). La différence entre la valeur du signal extrapolé au demi-temps de la rampe de champ et la valeur à $t \rightarrow \infty$ est proportionnelle à la variation d'aimantation totale associée au retournement des spins.

La fig. III-10 montre quatre relaxations à $T=80$ mK, obtenues après des pas de champ égaux ($\Delta B_c=5$ Tesla), mais pour différents champs finaux atteints ($B_c = 5, 10, 15, 20$ Tesla). Par rapport aux signaux bruts mesurés, les signaux sont représentés ici en échelle log après soustraction d'une ligne de base horizontale. L'origine des temps correspond au demi-temps de montée du champ. On constate que les signaux ne sont pas mono-exponentiels en général. Cependant les signaux s'extrapolent à-peu-près à la même valeur à l'origine, comme attendu pour des pas de champ identiques. Ceci suggère qu'il faut attribuer tout le signal observé au paramagnétisme de ^3He . Il faut donc admettre que plusieurs temps de relaxation interviennent, suggérant des effets de relaxation sur les parois, relaxation entretenue par la diffusion des spins dans un gradient d'aimantation.

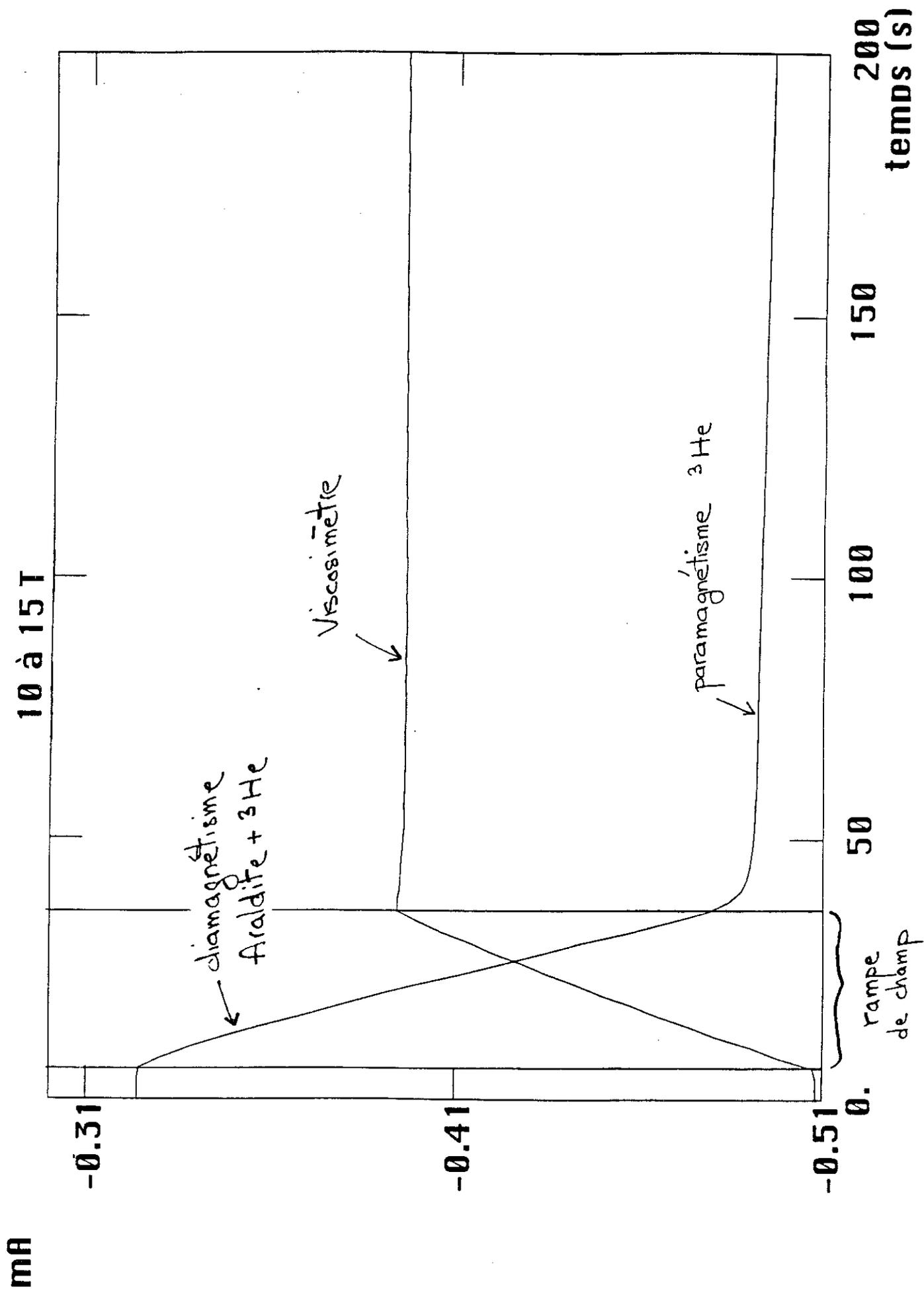


Figure III-8 : Signaux observés dans l' ^3He liquide, à 0 bar et ~ 80 mK

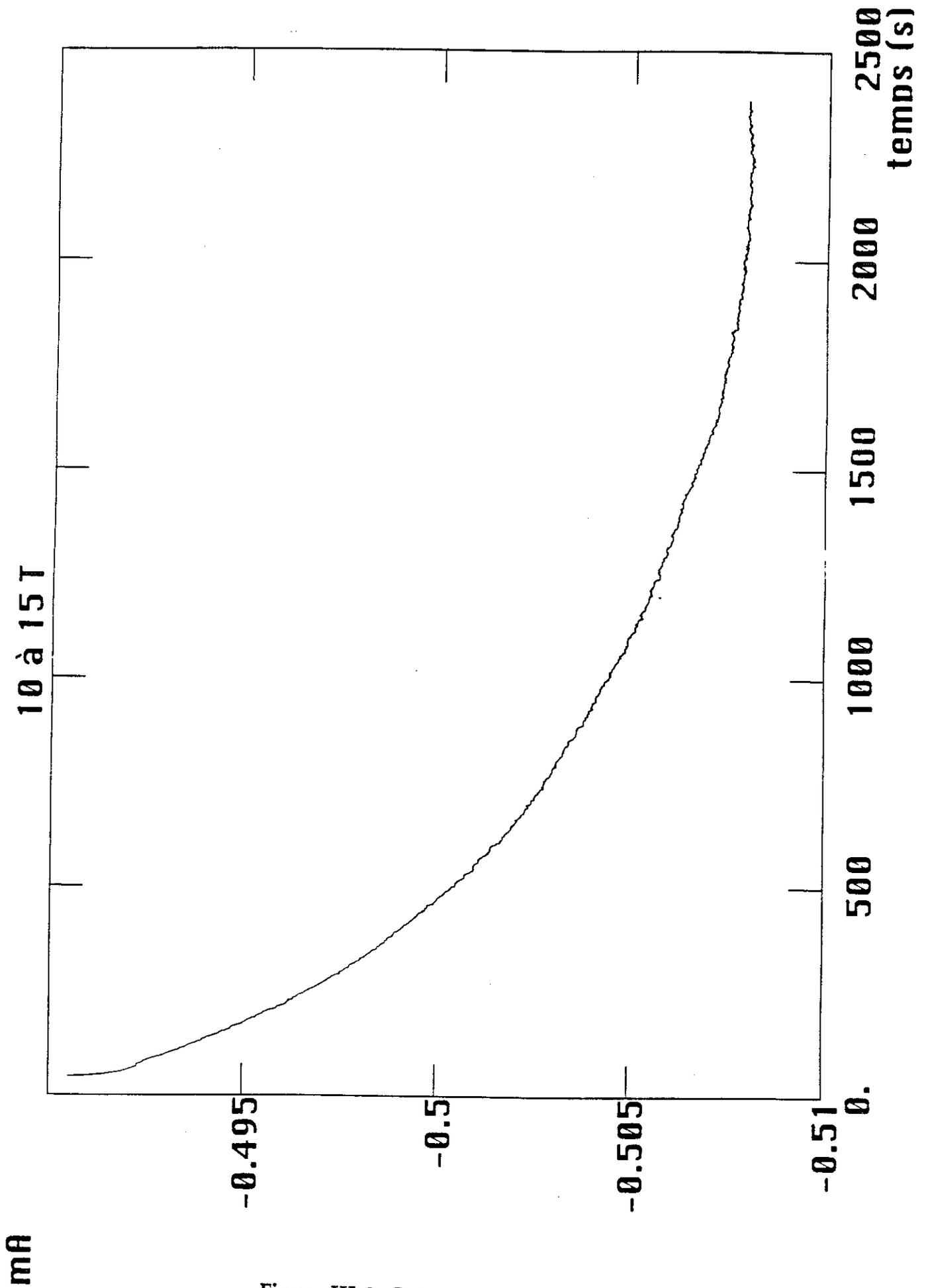


Figure III-9 : Relaxation du paramagnétisme de l' ^3He

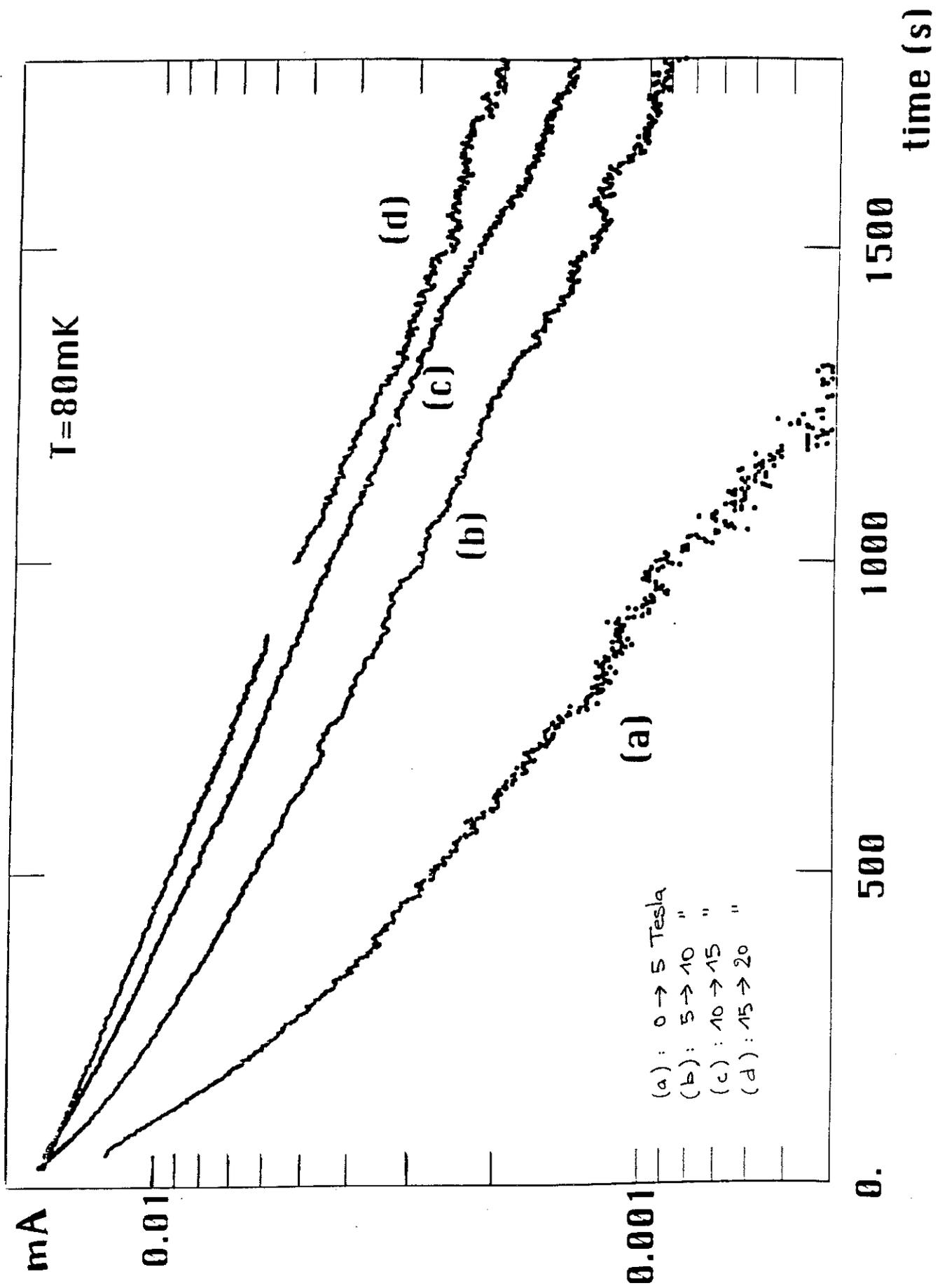


Figure III-10 : Relaxations après différentes rampes de champ

3) Temps de relaxation

Sur la fig. III-11 sont reportées les valeurs des temps de relaxation mesurés lors de cette série d'expériences. Le temps maximal observé est d'environ 800 s, vers 70 mK . De façon générale, les valeurs observées sont inférieures au T1 correspondant à une relaxation purement intrinsèque dans le liquide massif. De plus, on observe une dépendance en champ, qu'on n'attend pas sur le T1 intrinsèque. Ces effets indiquent la présence de relaxation sur les surfaces.

La compréhension de la dynamique de relaxation est importante ici, puisque la détermination de la susceptibilité impose d'ajuster les courbes mesurées avec précision, afin de déduire la variation totale d'aimantation associée à une variation de champ donnée.

Si les variations spatiales $\partial m / \partial x_i$ de la polarisation hors équilibre ne sont pas négligeables ($\partial m / \partial x_i$ de l'ordre de $(m - m_{\text{éq}}) / L$, où L est la distance caractéristique aux surfaces relaxantes), l'évolution $m(x_i, t)$ sera régie par l'équation de diffusion $\partial m / \partial t + (m - m_{\text{éq}}) / T_1 = D_s \Delta m$, où T_1 est le temps de relaxation du liquide massif et D_s est la constante de diffusion de spin. La solution de cette équation fait intervenir un grand nombre n de modes de relaxation, de taux caractéristiques $1/T_n = 1/\tau_n + 1/T_1$ avec $1/\tau_n \sim n^2 D_s / L^2$ et de poids A_n , ces derniers dépendant des conditions aux limites.

Le point crucial pour nous est de savoir si, pour notre géométrie, il existe des modes de poids non négligeables qui décroissent aussi vite ou beaucoup plus vite que le temps de montée du champ. Si ceci est le cas, ces modes seront totalement relaxés pendant la rampe de champ et l'extrapolation de la variation d'aimantation mesurée au champ final ne correspondra pas à la variation totale significative.

Nous avons donc effectué des simulations pour déterminer si la détermination fiable de la relaxation d'aimantation totale était possible à partir des mesures effectuées au champ final.

On peut faire 2 hypothèses plausibles sur la géométrie des surfaces relaxantes, conduisant à 2 valeurs distinctes de la longueur caractéristique L à injecter dans le modèle:

Temps de relaxation mesuré
en fonction du champ

P=0

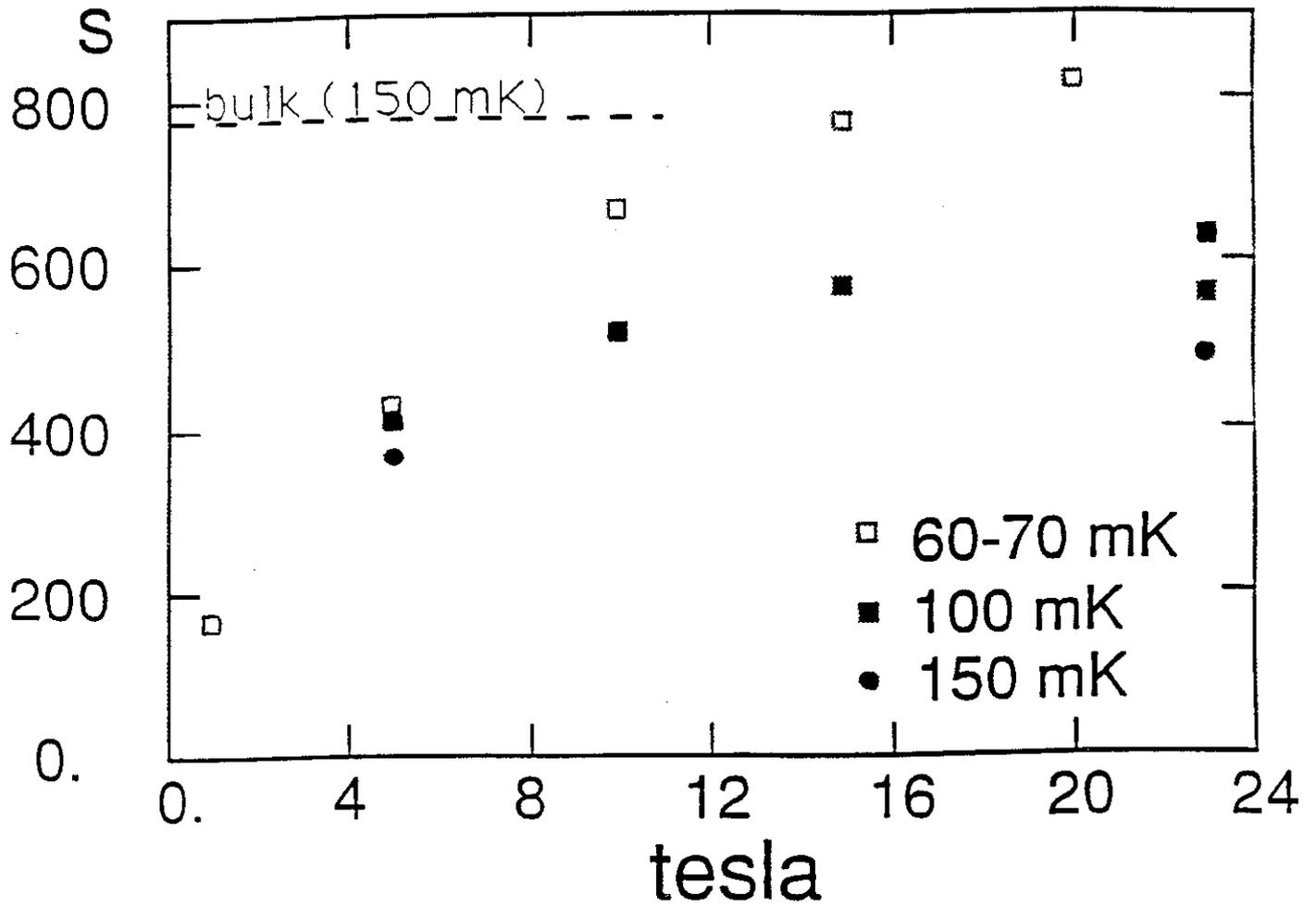


Figure III-11

(i) la polarisation relaxe sur la paroi du trou contenant ^3He expérimental. La géométrie est donc cylindrique et on peut résoudre l'équation de diffusion de manière exacte dans l'approximation du cylindre infini. La distance caractéristique est alors le rayon, soit $L=1.5$ mm.

(ii) la polarisation relaxe sur les frittés d'argent. On peut alors résoudre l'équation de diffusion sur un modèle à une dimension, défini par 2 parois infinies séparées de $2L = 14$ mm, distance entre les frittés.

La fig. III-12 montre le résultat de la simulation dans chacun des cas, pour une rampe de champ de durée 60 s. Pour le calcul, on a affecté une valeur effectivement mesurée au temps de relaxation le plus long (correspondant à $n=1$).

Pour l'hypothèse (i), la courbe calculée ne diffère pas à première vue d'une exponentielle simple après la fin de la rampe, comme c'est le cas pour plusieurs courbes expérimentales. L'aimantation reportée ici est la moyenne sur le profil total dans le trou.

Pour l'hypothèse (ii), la courbe calculée présente un aplatissement qui s'explique par le fait que, dans cette géométrie, la valeur de l'aimantation qui détermine la force sur ^3He est approximativement celle à mi-distance des parois, le profil d'aimantation étant échantillonné par le trou expérimental. A cette position, la courbure du profil est voisine de zéro aux temps courts, ce qui implique un $\partial m/\partial t$ minimal expliquant l'effet de retard observé sur la décroissance de m . Cette forme n'a jamais été observée dans les expériences.

Dans les deux cas, un ajustement à 2 exponentielles (2 temps de relaxation) suffit pour retrouver l'aimantation totale injectée dans le modèle (égale à l'unité) par extrapolation à mi-rampe. L'hypothèse selon laquelle aucune aimantation n'est perdue de façon irrémédiable pendant la rampe de champ est donc plausible.

simulation

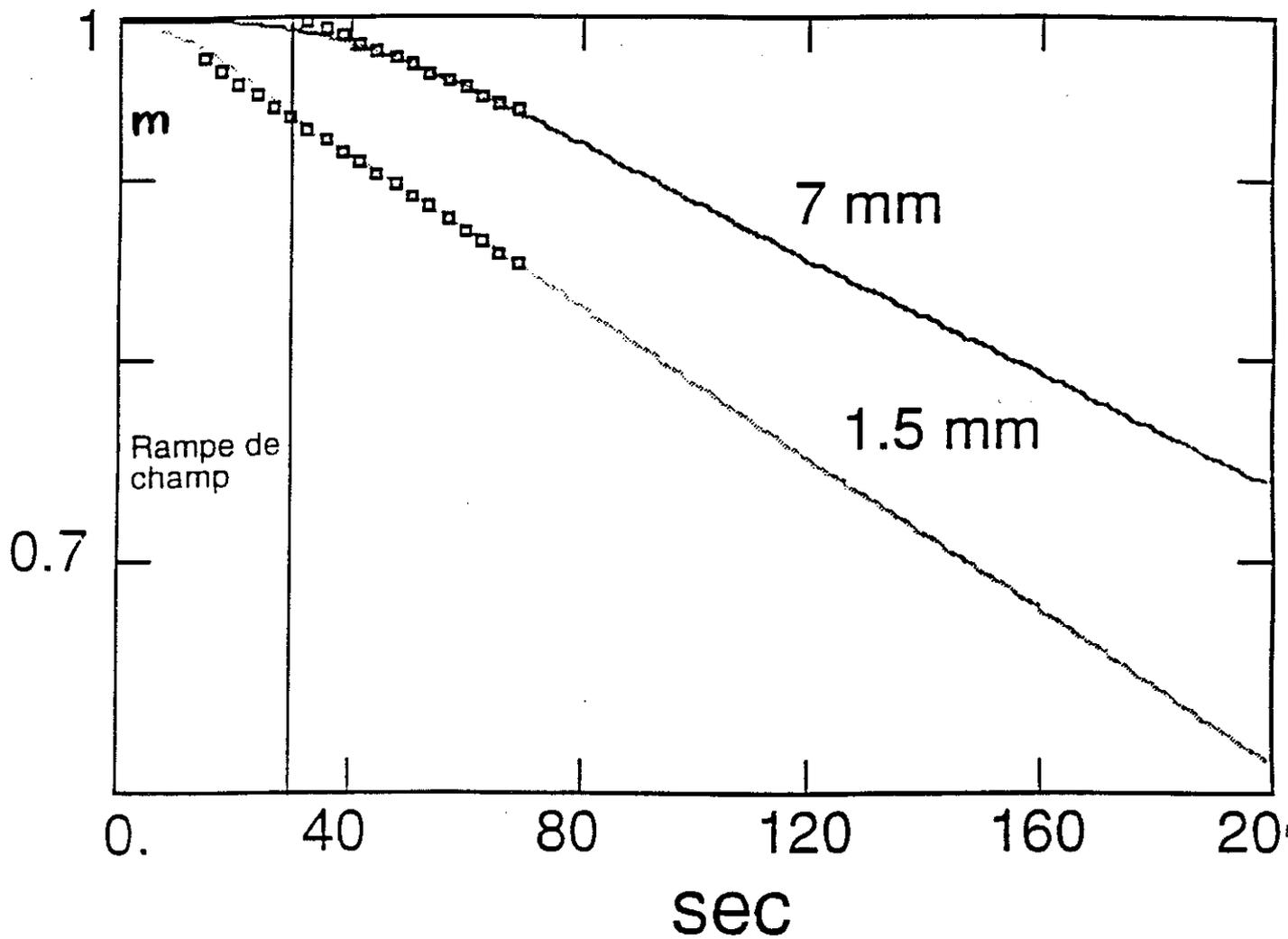


Figure III-12 : Résultats de simulations numériques

Sur la fig. III-13 sont reportés nos temps de relaxation mesurés les plus longs en fonction de la température, ainsi que le T1 du liquide massif calculé par la théorie [V2].

Comme attendu, on constate qu'on s'écarte d'une relaxation purement intrinsèque (régie par T1) d'autant plus que la température est plus basse, en accord avec le fait que la diffusion de spins D_s augmente lorsque la température diminue.

Les simulations ne permettent cependant pas de rendre compte de la courbure observée sur beaucoup de courbes expérimentales (fig. III-10), qui est à l'origine de cette étude sur la relaxation de surface. L'origine de cet effet s'explique sans doute par les considérations suivantes :

- la variation attendue du courant de régulation pour un pas de champ donné se calcule par :

$$\Delta\Gamma_{\text{para}} = r (V/v) \chi_{\text{mol}}^{\text{para}} \{(B \cdot dB/dz)/B_c^2\} B_{\text{cf}} \Delta B_c = S_{\text{tot}} B_{\text{cf}} \Delta I_{\text{régul}}$$

$$\text{soit : } \Delta I_{\text{régul}}/\Delta B_c = (r/S_{\text{tot}})(V/v) \chi_{\text{mol}}^{\text{para}} ((dB/dz)/B_c)$$

avec $r=3\text{mm}$, $S_{\text{tot}}=0.95\text{cm}^2$, $V=0.0185\text{cm}^3$, $v=36.8\text{cm}^3/\text{mol}$, $((dB/dz)/B_c)=7.0\text{m}^{-1}$, $\chi_{\text{mol}}^{\text{para}}(0\text{ bar}) \approx 13.5 \cdot 10^{-6} \text{Am}^2/\text{Tesla.mol}$, on trouve :

$$(\Delta I_{\text{régul}}/\Delta B_c)_{\text{calculé}} = 1.5 \mu\text{A}/\text{Tesla}$$

tandis que la quantité mesurée est plutôt :

$$(\Delta I_{\text{régul}}/\Delta B_c)_{\text{mesuré}} = 3.4 \mu\text{A}/\text{Tesla}$$

On observe donc plus de signal que prévu. En fait, ceci est possible à cause du décentrage δ de la roue : si le centre de gravité à vide n'est pas sur l'axe, le système devient sensible à l' ^3He extérieur au trou. Cette contribution supplémentaire est proportionnelle au volume total occupé par la roue, multiplié par le décentrage. En supposant que le décentrage soit tel que cette contribution s'ajoute, le signal total observé est alors donné par:

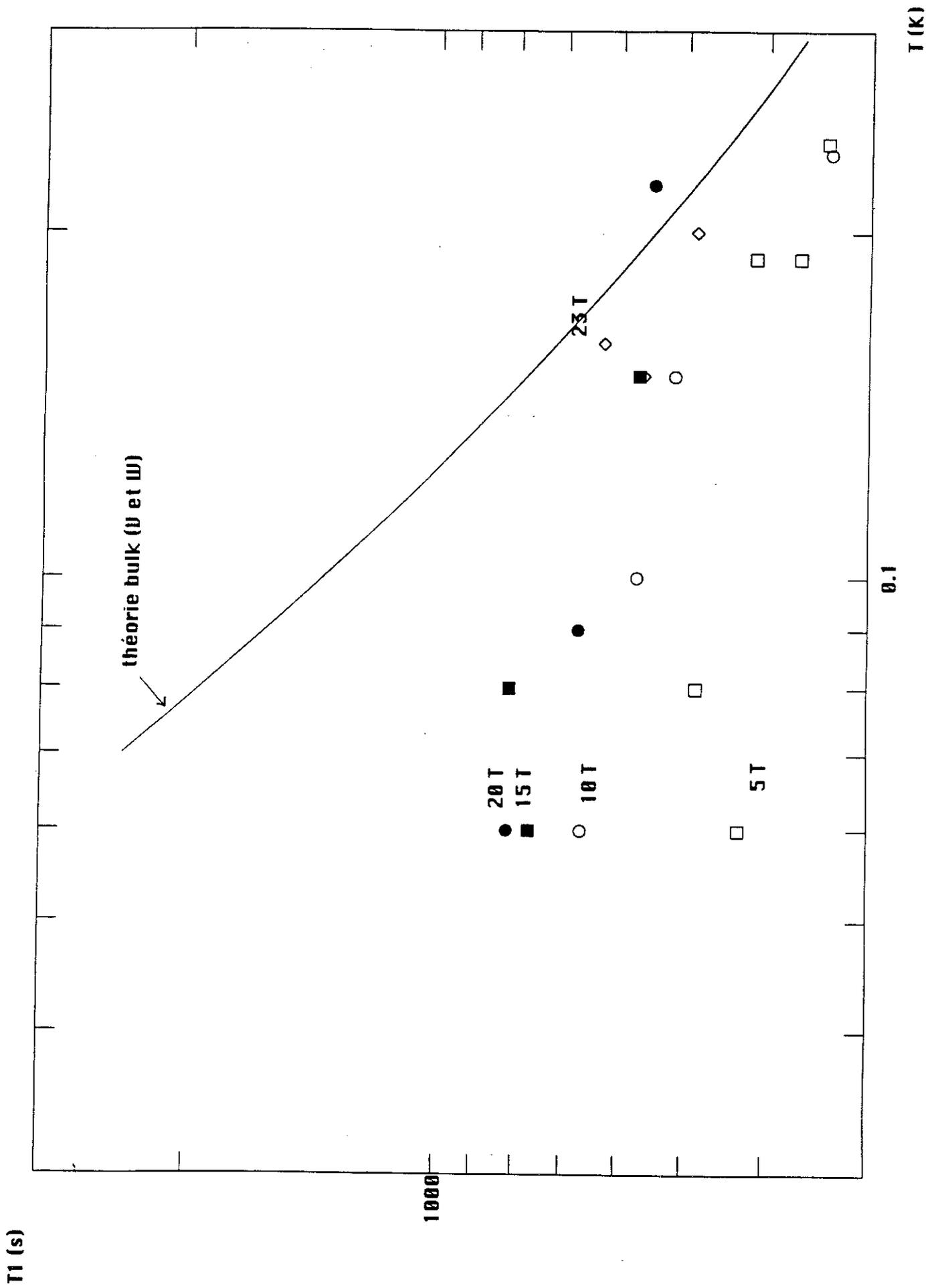


Figure III-13 : Comparaison des mesures avec le T_1 du liquide massif théorique

$$(\Delta I_{\text{régul}}/\Delta B_c)_{\text{total}} = \{ 1 + (\delta/r) \cdot (V_{\text{roue}}/V_{\text{trou}}) \} (\Delta I_{\text{régul}}/\Delta B_c)_{\text{calculé}}$$

avec $V_{\text{roue}} = 0.43 \text{ cm}^3$, on trouve la valeur effectivement observée si le décentrage vaut $\delta = 160 \text{ }\mu\text{m}$. Cette valeur est consistante avec celle déterminée à partir du signal parasite diamagnétique de l'araldite.

- comme l' ^3He extérieur contribue au signal mesuré, on conçoit qu'il est possible d'obtenir la forme de signal observée en supposant que l' ^3He intérieur et extérieur ne relaxent pas avec la même constante de temps, les géométries des surfaces relaxantes n'étant pas les mêmes.

4) Résultats sur la susceptibilité

Les courbes de relaxation obtenues ont été traitées au moyen d'un ajustement à 2 exponentielles, comportant 5 paramètres (ligne de base, amplitudes et temps caractéristiques des 2 exponentielles). La méthode, due à L. Puech, consiste à déterminer le jeu de paramètres qui minimise le χ^2 . On peut déterminer ainsi l'amplitude totale ΔI du courant de régulation associée à une relaxation et la "susceptibilité" moyenne $\Delta I/\Delta B$, proportionnelle à $\Delta m/\Delta B$, avec $\Delta B = 0.77 \Delta B_c$. Du fait que cette susceptibilité est construite à partir d'intervalles finis, le champ B associé est plus faible que le champ maximal atteint :

$$\text{Si on pose: } \chi = m/B = \chi_0(1 + \beta m^2) \approx \chi_0(1 + \beta \chi_0^2 B^2)$$

la susceptibilité "vraie" est alors :

$$\xi = \partial m / \partial B = \chi_0(1 + 3\beta m^2) \approx \chi_0(1 + 3\beta \chi_0^2 B^2)$$

$$\begin{aligned} \text{par suite : } \Delta m &= \int \xi \, dB \approx \chi_0 \Delta B \{ 1 + \beta \chi_0^2 (B_i^2 + B_f^2 + B_i B_f) \} \\ &= \chi_0 \Delta B \{ 1 + \beta \chi_0^2 (3/4 (B_i + B_f)^2 + 1/4 (B_f - B_i)^2) \} \\ &= \chi_0 \Delta B \{ 1 + \beta \chi_0^2 (3B_{\text{moyen}}^2 + 1/4 (\Delta B)^2) \} \\ &\approx \chi_0 \Delta B \{ 1 + 3\beta \chi_0^2 B_{\text{moyen}}^2 \} \text{ pour nos mesures} \end{aligned}$$

le champ signifiant qui correspond à une de nos mesures de susceptibilité est donc : $B \approx B_{\text{moyen}} = (B_i + B_f)/2$

soit , pour B_c de 15 à 23 Tesla par exemple :

$B = 0.77 (15+23)/2 \approx 14.6$ Tesla, qui est le champ maximal auquel s'étendent nos résultats.

La fig. III-14 montre la dépendance en température de la susceptibilité (normalisée) ainsi déduite de nos mesures. On constate un accord raisonnable avec la loi en $1-\alpha T^2$ à $P=0$ bar telle que mesurée par Ramm *et al.*, compte tenu de la dispersion sur nos points et l'incertitude sur la mesure de la température absolue sous champ (de l'ordre de 10 mK).

La fig. III-15 montre les points de susceptibilité $\chi = m/B$ (normalisés par rapport à la moyenne) déduits de nos mesures en fonction du champ pour $T < 100$ mK, pour le liquide à 0 bar. Dans ces conditions expérimentales, et avec le niveau de bruit actuel, on n'attend pas de déviation de χ en fonction de B , pour une température donnée. Ceci permet de tester la résolution finale sur nos mesures de la susceptibilité. On trouve ainsi que nos résultats (qui s'étendent jusqu'à $B \sim 15$ Tesla) sont consistants à ± 3 % près. Cette dispersion est environ 10 fois supérieure à celle qu'on attendrait du simple bruit de mesure sur les points, ce qui clairement pose problème en vue du but final de l'expérience. J'interprète ce fait de la manière suivante :

- il existe une indétermination résiduelle sur la ligne de base à soustraire des mesures brutes, du fait que le temps de mesure dans ces expériences ne s'étend pas au-delà de $3 T_{eff}$ en général. Ceci suggère de mesurer chaque relaxation plus longtemps, étant donné que le nombre de valeurs de susceptibilité mesurées sera réduit d'autant (quelques heures de champ par jour seulement !). De ce point de vue, il existe d'ailleurs une contrainte fondamentale du fait que le temps de mesure permis pour un champ final donné est d'autant plus limité que ce champ est élevé, à cause de l'échauffement résultant de l'eau de refroidissement de la bobine résistive (danger au-delà de 80°C !).

- par ailleurs, le résultat de l'extrapolation au demi-temps de la rampe de champ est très sensible à une erreur sur l'ajustement, du fait que la pente est maximale en début de relaxation. Ceci suggère de travailler avec des pas de champ plus faibles (2 ou 3 Tesla) avec une cellule de plus grande sensibilité.

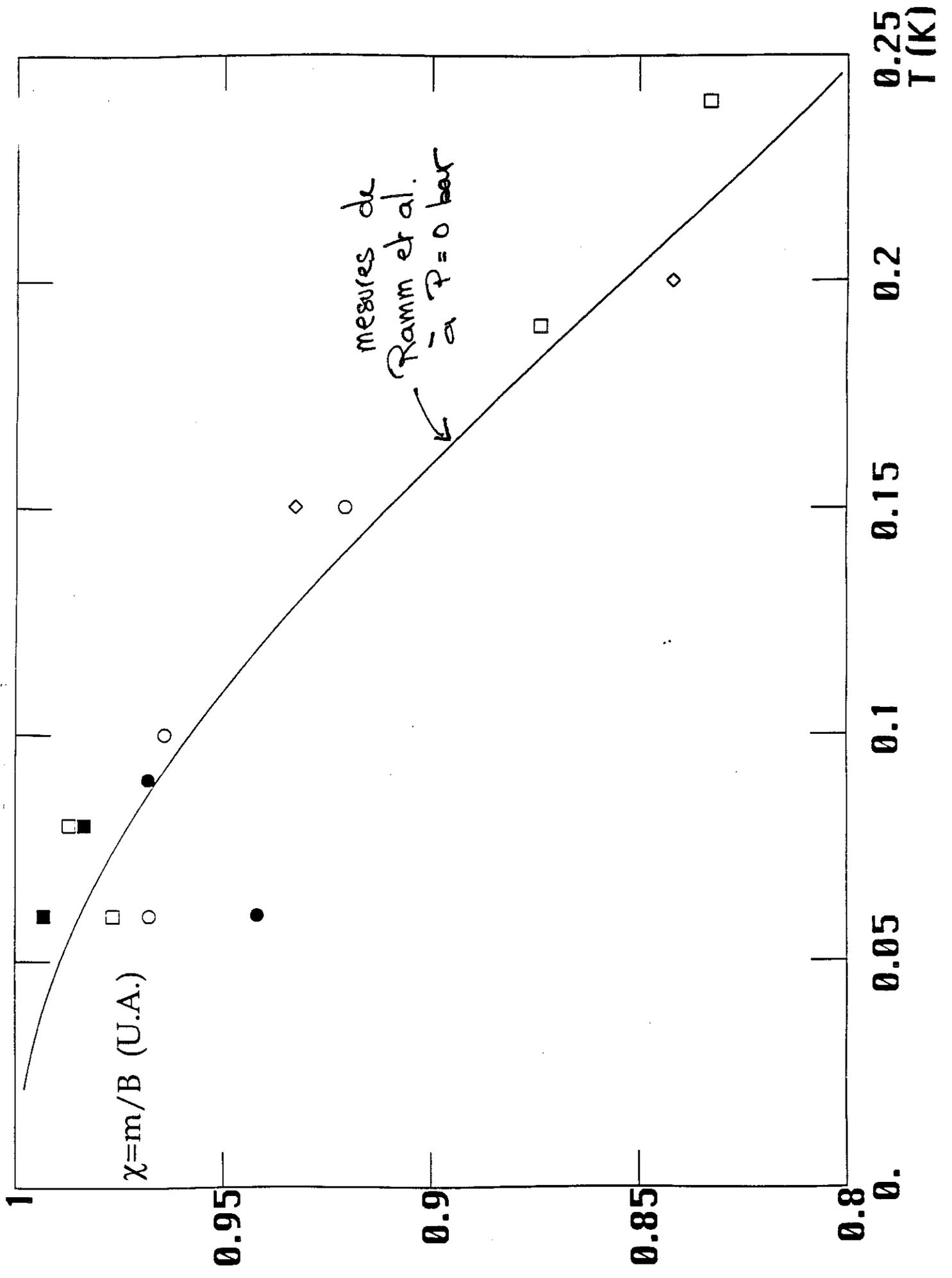


Figure III-14 : Susceptibilité mesurée en fonction de la température

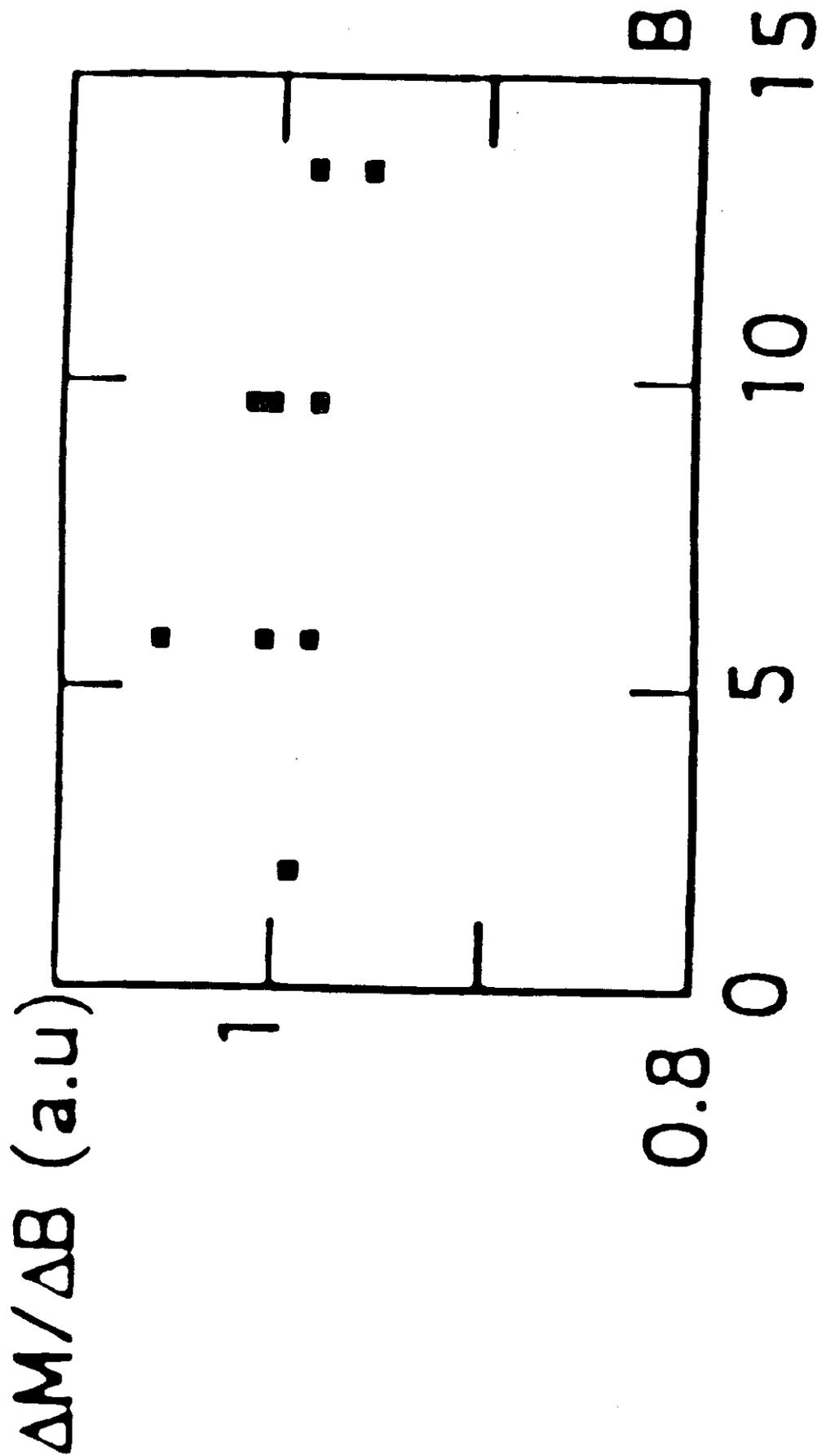


Figure III-15 : Susceptibilité mesurée en fonction du champ

Finalement, la fig. III-16 donne une idée des progrès à réaliser sur la résolution. La courbe représentée est la susceptibilité m/B en fonction de B pour le liquide à 26 bars, prédite par la théorie des paramagnons. A titre de comparaison, sont rajoutés sur la même figure nos points de susceptibilité mesurés à 0 bar.

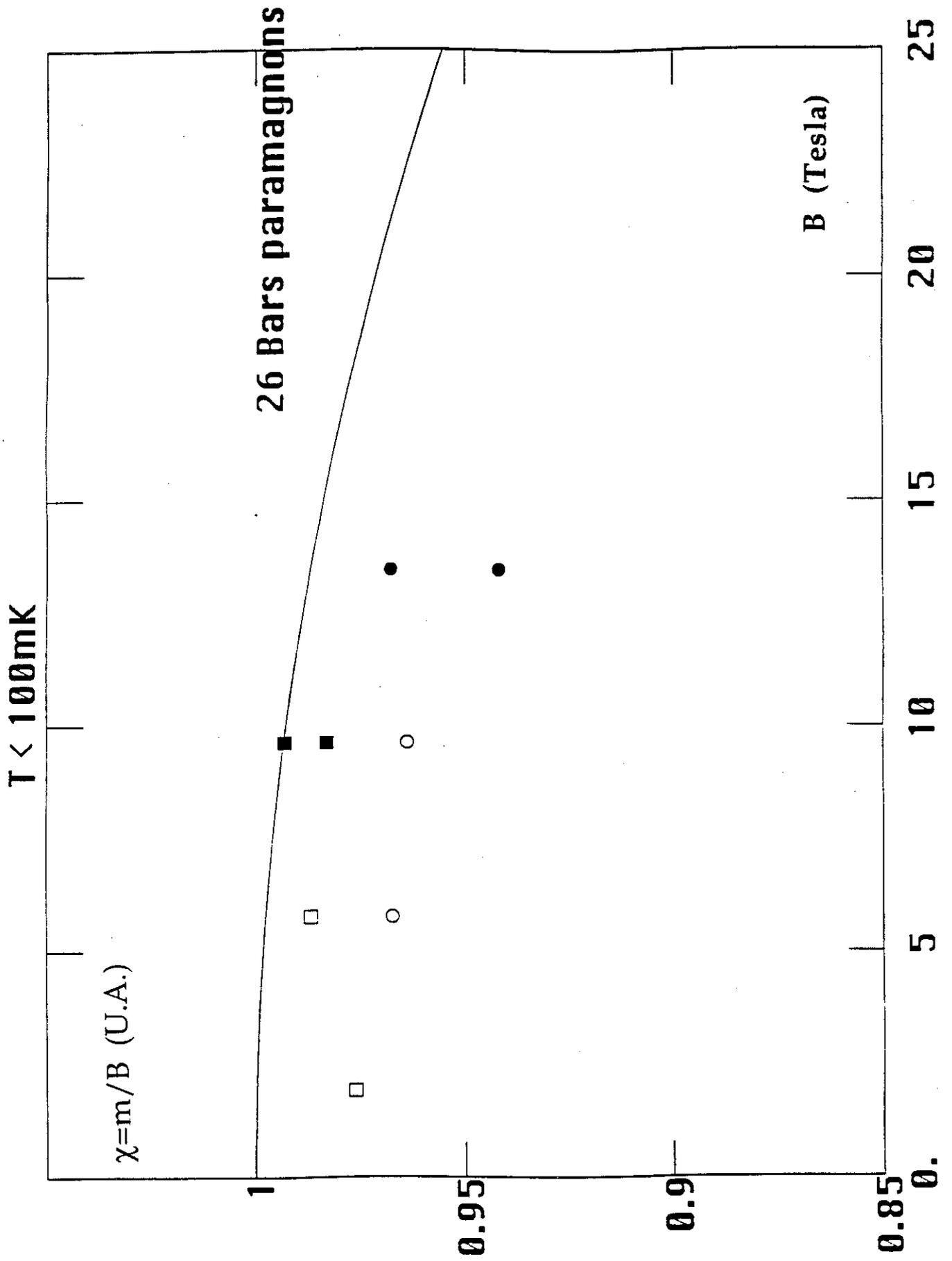


Figure III-16 : Résolution actuelle sur les mesures de susceptibilité

IV. Polarisation par "force brute" :

Conclusion

- j'ai construit un dispositif mécanique permettant d'observer le magnétisme nucléaire de l' ^3He liquide sous très fort champ magnétique, la motivation en étant l'étude précise de la susceptibilité du liquide dégénéré en fonction du champ.

- ce dispositif a été testé à plusieurs reprises aux laboratoires des champs forts de Grenoble et de Nijmegen (Pays-Bas). Pour l'instant, les meilleurs résultats ont été obtenus au High Field Magnet Laboratory de Grenoble (ex-SNCI), sur l' ^3He liquide à 0 bar (pression de vapeur saturante).

- en vue des expériences sous pression, le niveau du bruit de mesure obtenu avec ce système sur l'aimant résistif M9 est presque satisfaisant. Ceci est principalement dû au fait que le cryostat repose sur un chariot mobile indépendant de l'aimant et donc découplé au mieux des vibrations de ce dernier.

- le niveau de bruit peut sans doute être abaissé au moyen d'un équilibrage plus précis du magnétomètre, qui favoriserait le découplage mécanique entre le système de mesure et l'aimant. Une réduction du bruit d'un facteur 4 permettrait en principe, sous pression (28 bars) et haut champ (25 Tesla), de résoudre l'effet recherché avec un rapport signal/bruit de 10 environ.

- cette amélioration au niveau de la construction est nécessaire pour travailler sur bobine hybride (donc à champ final plus élevé), que ce soit à Grenoble ou à Nijmegen. En effet, dans cette configuration, le cryostat repose directement sur l'aimant, et le bruit dû aux vibrations devient limitatif avec cette cellule de mesure, comme nous l'avons constaté.

- de plus, un meilleur équilibrage mécanique réduirait (voire éliminerait) le signal magnétique parasite provenant du dispositif lui-même. Il deviendrait alors envisageable de travailler dans une bobine supraconductrice haut-champ (16 à 18 Tesla) qui ne permet pas de variation rapide du champ. Les avantages d'une telle bobine résident en sa stabilité

(élimination des vibrations dues à une circulation d'eau de refroidissement), ainsi qu'un temps d'utilisation non limité en principe, permettant des expériences plus systématiques.

- le problème principal pour l'instant est de ramener la résolution expérimentale au niveau du bruit de mesure. La dispersion actuelle sur la susceptibilité provient certainement du temps de mesure limité par relaxation - ~ 2000 s aux champs les plus élevés (20 à 30 Tesla) - rendant imprécise la détermination de la ligne de base des signaux (T_1 de ^3He massif à 100 mK : ~ 1000 s) et par suite l'ajustement à un modèle donné. Mesurer la relaxation plus longuement est possible si le champ final est moins élevé (jusqu'à 20 Tesla). Ceci nécessiterait d'améliorer encore la sensibilité du système de mesure, ce qui est possible en pratique.





APPENDICES

A- Susceptibilité de l' ^3He liquide en champ nul

B- Relaxation des gradients thermiques

C- Chaleur spécifique de la cellule

D- Couplage cellule-gradimètre (sans écran)

APPENDICE A : Susceptibilité de l'³He liquide en champ nul
(Ramm *et al.*, 1970)

Les chiffres reportés correspondent à $1/T^*$, en K^{-1} . La susceptibilité $\chi = m/B$, en $Tesla^{-1}$ (avec $0 < m < 1$), est donnée par :

$$\chi = (\mu_3/k)(1/T^*) \quad \text{avec } \mu_3/k = 0.778 \cdot 10^{-3} \text{ K/Tesla}$$

La susceptibilité molaire, en $A.m^2 \text{ Tesla}^{-1} \text{ mol}^{-1}$ (= Joule. $\text{Tesla}^{-2} \text{ mol}^{-1}$) est alors donnée par :

$$\chi_{\text{mol}} = R (\mu_3/k) \chi = R (\mu_3/k)^2 (1/T^*) \quad \text{avec } R = 8.31 \text{ J.K}^{-1} \text{ mol}^{-1}$$

Smoothed Values of χ/C for Liquid He³ at Regularly Spaced Molar Volumes as a Function of Temperatures^a

T, °K	V, cm ³ /mole									
	26.5	27.0	28.0	29.0	30.0	31.0	32.0	33.0	34.0	35.5
0.03	5.189	5.012	4.669	4.343	4.049	3.793	3.588	3.409	3.248	3.022
0.04	5.147	4.973	4.633	4.312	4.027	3.778	3.572	3.398	3.238	3.015
0.05	5.070	4.900	4.570	4.267	3.993	3.750	3.553	3.382	3.222	3.003
0.06	4.989	4.825	4.500	4.206	3.949	3.717	3.528	3.361	3.207	2.990
0.07	4.906	4.743	4.428	4.140	3.894	3.682	3.492	3.334	3.180	2.969
0.08	4.810	4.650	4.345	4.069	3.835	3.639	3.460	3.304	3.155	2.945
0.09	4.710	4.550	4.254	3.994	3.772	3.586	3.419	3.269	3.121	2.919
0.10	4.593	4.448	4.161	3.912	3.709	3.533	3.377	3.232	3.093	2.890
0.12	4.368	4.237	3.816	3.758	3.582	3.422	3.280	3.142	3.014	2.827
0.14	4.161	4.038	3.798	3.614	3.451	3.308	3.173	3.051	2.930	2.759
0.16	3.965	3.856	3.652	3.472	3.320	3.188	3.066	2.952	2.842	2.683
0.18	3.770	3.674	3.495	3.332	3.190	3.062	2.954	2.845	2.748	2.609
0.20	3.584	3.500	3.342	3.194	3.063	2.950	2.847	2.749	2.658	2.536
0.25	3.177	3.115	2.994	2.882	2.778	2.685	2.604	2.528	2.454	2.349
0.30	2.808	2.768	2.678	2.597	2.520	2.453	2.390	2.330	2.272	2.187
0.35	2.542	2.502	2.435	2.366	2.298	2.240	2.190	2.143	2.098	2.029
0.40	2.291	2.263	2.211	2.159	2.111	2.068	2.026	1.986	1.946	1.882
0.45	2.081	2.061	2.020	1.980	1.943	1.910	1.874	1.841	1.805	1.753
0.50	1.904	1.889	1.855	1.823	1.795	1.768	1.738	1.710	1.682	1.642
0.55	1.751	1.740	1.712	1.686	1.664	1.641	1.615	1.593	1.571	1.540
0.60	1.621	1.612	1.589	1.568	1.549	1.529	1.508	1.490	1.472	1.446
0.65	1.507	1.498	1.481	1.462	1.447	1.430	1.412	1.396	1.382	1.361
0.70	1.405	1.398	1.383	1.369	1.355	1.341	1.327	1.313	1.301	1.284
0.80	1.235	1.230	1.221	1.211	1.201	1.191	1.182	1.171	1.163	1.150
0.90	1.101	1.098	1.091	1.084	1.077	1.071	1.064	1.056	1.049	1.041
1.00	0.993	0.991	0.985	0.981	0.976	0.971	0.966	0.960	0.955	0.948
1.20	0.830	0.828	0.825	0.823	0.820	0.817	0.814	0.811	0.808	0.804
1.40	0.712	0.711	0.709	0.708	0.706	0.705	0.703	0.701	0.699	0.697
1.80	0.555	0.554	0.553	0.553	0.552	0.552	0.551	0.550	0.549	0.548
2.20	0.454	0.454	0.453	0.453	0.453	0.453	0.452	0.452	0.451	0.450

^aThese values are a compound of both isobar and isotherm data. The estimated accuracy near the lowest temperatures is $\pm 1\%$. The four digits merely reflect the reproducibility of the data.

APPENDICE B : Relaxation des gradients thermiques

En pratique, la cellule est un système réparti, ce qui veut dire que la chaleur ne se propage pas instantanément d'une partie à une autre. En particulier, la chaleur libérée lors d'une fusion est injectée dans la cellule à partir du volume expérimental. Pour satisfaire la contrainte essentielle d'homogénéité de la température lors des mesures, il faut s'assurer que les constantes de temps d'équilibrage thermique entre les différentes parties de la cellule soient négligeables devant le temps de relaxation du liquide. En fait, la cellule est spécialement conçue pour satisfaire cette exigence, les points cruciaux étant les suivants :

a) travailler avec de l' ^3He dans des frittés d'argent afin d'augmenter la diffusivité thermique effective, en s'assurant que la résistance de Kapitza R_K entre l' ^3He et l'argent ne mène pas à une constante de temps prohibitive.

b) choisir alors les dimensions des frittés de sorte à rester dominé par la résistance de Kapitza.

Afin de préciser ces idées, on représente la cellule par les chaleurs spécifiques de l' ^3He expérimental et de l' ^3He du ballast, séparées par les résistances de Kapitza correspondantes (on néglige la résistance thermique de l'argent). Le temps caractéristique τ_K pour que la chaleur passe de $C_{3\text{exp}}$ à $C_{3\text{ballast}}$ est alors :

$$\tau_K = 2 (R_K / s) x_3 c_{\text{éq.}}^{-1} \quad \text{avec} \quad c_{\text{éq.}}^{-1} = c_{3 \text{ exp.}}^{-1} + c_{3 \text{ ballast}}^{-1}$$

x_3 : fraction volumique de l' ^3He dans le fritté

s : surface spécifique d'Ag dans le fritté

soit, en prenant : $R_K T^3 = 2400 \text{ K}^4 \text{ cm}^2/\text{W}$

$$s = 6 \text{ m}^2/\text{cm}^3$$

$$x_3 = 0.55$$

$$c_{3 \text{ exp}} = c_3 (26 \text{ bars}) = 1.3 \text{ T J/K.cm}^3$$

$$c_{3 \text{ ballast}} = c_3 (0 \text{ bar}) = 0.63 \text{ T J/K.cm}^3$$

$$\tau_K (\text{s}) = 1.9 \cdot 10^{-2} / T^2 \quad (\text{T en Kelvin})$$

$$\text{pour } T = 80 \text{ mK} : \tau_K = 3 \text{ s}$$

(en fait, nos mesures donnent $R_K T^3 \sim 400 \text{ K}^4 \text{ cm}^2/\text{W}$ d'où $\tau_K \sim 0.5 \text{ s}$)

Remarques:

- τ_K ne dépend pas de la géométrie et est donc pratiquement imposé par la poudre utilisée.

- le modèle précédent n'est réaliste que dans la mesure où l'on peut négliger l'extension spatiale de l' ^3He et donc le temps de diffusion de la chaleur dans les frittés.

Il faut donc optimiser la géométrie pour avoir des volumes d' ^3He suffisants - tant pour l' ^3He expérimental que pour l' ^3He du ballast - et des temps de diffusion effectifs minimaux.

Dans notre cellule, ceci est réalisé en fractionnant les volumes de fritté nécessaires en trous cylindriques répartis dans l'argent massif. Le diamètre des trous est choisi de sorte que le temps de diffusion τ_T transversal reste inférieur à τ_K . Pour une géométrie cylindrique ($\phi =$ diamètre du trou) :

$$\tau_T = (\phi/\pi)^2/D_{\text{fritté}} \quad D_{\text{fritté}} = \kappa_{\text{fritté}} / (x_3 c_3)$$

$\kappa_{\text{fritté}} \sim 10^{-2} T \text{ W/K.cm}$ (d'après le RRR à 4.2K et la loi de Wiedemann-Frantz)

$$c_{3\text{exp.}} = 1.3 T \text{ J/K.cm}^3; x_3 = 0.55$$

soit : $D_{\text{fritté}} = 6.3 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^2/\text{s}$ dans le fritté expérimental (26 bars)

Pour $\phi = 2.5 \text{ mm}$, diamètre effectivement choisi, on obtient $\tau_T \sim 0.5 \text{ s}$.

La longueur des trous est choisie de sorte que le temps de diffusion longitudinal τ_L soit au plus égale à τ_T . La conductivité thermique du fritté ($\kappa_{\text{fritté}} \sim 10^{-2} T \text{ W/K.cm}$) étant négligeable devant celle de l'argent massif ($\kappa_{\text{Ag}} \sim 10 T \text{ W/K.cm}$), on a :

$$D_L = (\kappa_{\text{Ag}} / c_3)(S_{\text{Ag}} / (x_3 S_3)) = (\kappa_{\text{Ag}} / c_3)(1 - S_3 / S_{\text{tot}}) / (x_3 S_3 / S_{\text{tot}})$$

où S_3/S_{tot} est la fraction de la surface de fritté dans la surface totale traversée par la chaleur.

Pour le volume expérimental (4 trous ϕ 2.5 mm dans ϕ 10 mm) :

$$S_3/S_{\text{tot}} = 0.25$$

d'où ($c_{3\text{exp.}} = 1.3 \text{ T J/K.cm}^3$; $x_3 = 0.55$) :

$$D_L = 42 \text{ cm}^2/\text{s}$$

Comme $L = (D_L \cdot \tau_L)^{1/2}$, pour $L = 20 \text{ mm}$, on obtient $\tau_L \sim 0.1\text{s} \ll \tau_T$.

Pour le ballast (50 trous ϕ 2.5 mm dans ϕ 30 mm) : $S_3/S_{\text{tot}} = 0.35$

d'où ($c_{3\text{exp.}} = 0.63 \text{ T J/K.cm}^3$; $x_3 = 0.55$) :

$$D_L = 53 \text{ cm}^2/\text{s}$$

Pour $L=21 \text{ mm}$ choisi : $\tau_L \sim 0.1\text{s}$

Conclusion :

Le temps caractéristique d'équilibrage thermique après fusion est estimé de l'ordre de 1 s , ce qui garantit l'homogénéité de la température pendant la relaxation de l' ^3He polarisé ($T_1 \sim 70 \text{ s}$).

APPENDICE C : Chaleur spécifique de la cellule

1) Chaleurs spécifiques volumiques de l'³He et de l'argent

Dans toutes les formules qui suivent, la température est en Kelvin.

a) ³He liquide

- contribution en champ nul :

$$C_{\text{mol}}/R = \gamma T \quad (T > T_c = 2\text{mK, transition superfluide})$$

$$c_3 \text{ liquide} = (\gamma R/v).T \quad \text{J/K.cm}^3$$

$$R = 8.31 \text{ J/K.mol}$$

(cf tableau page suivante pour les valeurs de $\gamma[\text{K}^{-1}]$ et $v[\text{cm}^3/\text{mol}]$)

c/T diminue lorsque la température augmente, d'autant plus rapidement que la pression est élevée. A 0 et 26 bars, les écarts à la valeur à $T=0\text{K}$ sont respectivement de 10 et 30 % à 70 mK .

b) ³He solide

- contribution en champ nul [G1]:

$$C_{\text{mol}} / R = 3 (J/kT)^2 \quad (10\text{mK} < T < 100\text{mK})$$

$$\text{avec } J/k [\text{K}] = 3.04 \cdot 10^{-27} v^{16.9} \quad (v \text{ en cm}^3/\text{mol})$$

soit, pour $v = 24.2 \text{ cm}^3/\text{mol}$ (solide sur la courbe de fusion) :

$$c_3 \text{ solide} = 5.8 \cdot 10^{-7} / T^2 \quad \text{J/K.cm}^3 \quad (10\text{mK} < T < 100\text{mK})$$

- contribution sous champ :

$$C_{\text{mol}}(B)/R = (mB/k(T-\theta))^2 \quad (T > 10 \text{ mK})$$

$$\sim (mB/kT)^2 \quad \text{pour } T \gg -\theta \sim 2 \text{ mK}$$

P (bars)	V (cm ³)	γ (K ⁻¹)	m_1^* / m_1	F_1^S
0	36.84	2.78	2.80	5.39
1	35.74	2.85	2.93	5.78
2	34.78	2.92	3.05	6.14
3	33.95	2.98	3.16	6.49
4	33.23	3.04	3.27	6.82
5	32.59	3.10	3.38	7.14
6	32.03	3.16	3.48	7.45
7	31.54	3.21	3.58	7.75
8	31.10	3.27	3.68	8.03
9	30.71	3.32	3.77	8.31
10	30.35	3.37	3.86	8.57
11	30.02	3.42	3.95	8.84
12	29.71	3.48	4.03	9.09
13	29.42	3.53	4.12	9.35
14	29.15	3.58	4.20	9.60
15	28.89	3.62	4.28	9.85
16	28.64	3.67	4.37	10.10
17	28.41	3.72	4.45	10.35
18	28.18	3.77	4.53	10.60
19	27.96	3.82	4.61	10.84
20	27.75	3.87	4.70	11.09
21	27.55	3.92	4.78	11.34
22	27.36	3.97	4.86	11.58
23	27.18	4.02	4.94	11.83
24	27.01	4.06	5.02	12.07
25	26.85	4.11	5.10	12.31
26	26.70	4.16	5.18	12.55
27	26.56	4.21	5.26	12.79
28	26.42	4.26	5.34	13.03
29	26.29	4.31	5.42	13.26
30	26.17	4.36	5.50	13.50
31	26.04	4.40	5.58	13.73
32	25.90	4.45	5.66	13.97
33	25.75	4.50	5.74	14.21
34	25.58	4.54	5.82	14.46
34.39	25.50	4.56	5.85	14.56

Paramètres pour l'³He liquide normal,
(Greywall, Physical Review B 33 ,11 , juin 86)

$$R = 8.31 \text{ J/K.mol}, v = 24.2 \text{ cm}^3/\text{mol}, m/k = 0.78 \cdot 10^{-3} \text{ K/T} :$$

$$c_3 \text{ solide (B)} = 2.1 \cdot 10^{-7} B^2/T^2 \text{ J/K.cm}^3 \quad (T > 10 \text{ mK})$$

constante de temps associée : le T1 du solide

c) Argent

- contribution en champ nul [P2]:

$$c_{\text{Ag}} = 6.2 \cdot 10^{-5} T \quad \text{J/K.cm}^3$$

- contribution sous champ : contribution des spins

$$C_{\text{mol}} / R = (\mu B / kT)^2 \quad (T > 10 \text{ mK})$$

$$R = 8.31 \text{ J/K.mol}, v = 10.3 \text{ cm}^3/\text{mol}, m/k = 0.041 \cdot 10^{-3} \text{ K/T}$$

$$c_{\text{Ag}} (\text{B}) = 1.38 \cdot 10^{-9} B^2/T^2 \text{ J/K.cm}^3$$

$$\text{constante de Korringa : } \tau \cdot T = 11 \text{ s.K}$$

2) Application à la cellule

Le volume d' ^3He expérimental est $V_{\text{exp}} = 0.054 \text{ cm}^3$ par trou soit 0.216 cm^3 pour les 4 trous, ce qui correspond à 8.1 millimoles pour $v = 26.7 \text{ cm}^3/\text{mol}$ (26 bars).

Pour le ballast, on a $V_{\text{ballast}} = (21/20) V_{\text{exp}} = 0.0567 \text{ cm}^3$ par trou soit 2.84 cm^3 pour les 50 trous, ce qui correspond à 77 millimoles pour $v = 36.84 \text{ cm}^3/\text{mol}$ (0 bar).

Le volume total d'argent total (frittés compris) est : $V_{\text{Ag}} = 17.5 \text{ cm}^3$.

Les chaleurs spécifiques en champ nul sont donc :

$$\begin{aligned} C_{\text{Ag}} &= 1.1 \cdot 10^{-3} \text{ T} && \text{J/K} \\ C_{\text{ballast}} &= 1.8 \text{ T} && \text{J/K} \\ C_{\text{3 solide (4 trous)}} &= 1.3 \cdot 10^{-7} / \text{T}^2 && \text{J/K} \\ C_{\text{3 liq. 26 bars (4 trous)}} &= 0.28 \text{ T} && \text{J/K} \end{aligned}$$

C_{Ag} et $C_{\text{3 solide}}$ sont négligeables. On en déduit :

$$\begin{aligned} C_{\text{cell. (vide)}} &= C_{\text{cell. (avec } ^3\text{He solide)}} = C_{\text{ballast}} \\ C_{\text{cell. (avec } ^3\text{He liquide)}} &= C_{\text{ballast}} + C_{\text{3 liq.}} \end{aligned}$$

d'où les enthalpies en champ nul:

$$\begin{aligned} H_{\text{cell. (vide ou avec solide)}} &= 0.9 \text{ T}^2 && \text{J} \\ H_{\text{cell. (avec liquide)}} &= 1.04 \text{ T}^2 && \text{J} \end{aligned}$$

Ces valeurs permettent d'estimer la température atteinte par la cellule suite à une injection de chaleur, avant que les spins ne relaxent.

Pour l'estimation de la chaleur relaxée par les spins on utilise les enthalpies dépendant du champ :

$$\begin{aligned} H_{\text{Ag (B)}} &= -2.4 \cdot 10^{-8} \text{ B}^2 / \text{T} && \text{J} \\ H_{\text{3 solide (B) (4 trous)}} &= 4.6 \cdot 10^{-8} \text{ B}^2 / \text{T} && \text{J} \end{aligned}$$

APPENDICE D : Couplage cellule/gradiomètre (sans écran)

Les calculs présentés ci-dessous permettent d'estimer les différentes contributions magnétiques dans une expérience de fusion, notamment le signal de l' ^3He expérimental par rapport à celui de l'argent, ce dernier n'étant pas compensé. Pour cela, 2 ingrédients sont nécessaires :

- le couplage C (en $\text{H.m} = \text{Wb}/\text{Am}^{-1}$) des différentes parties de la cellule à la bobine de détection du SQUID,
- la densité d'aimantation à saturation M_{sat} (en A/m) pour l' ^3He et l'argent.

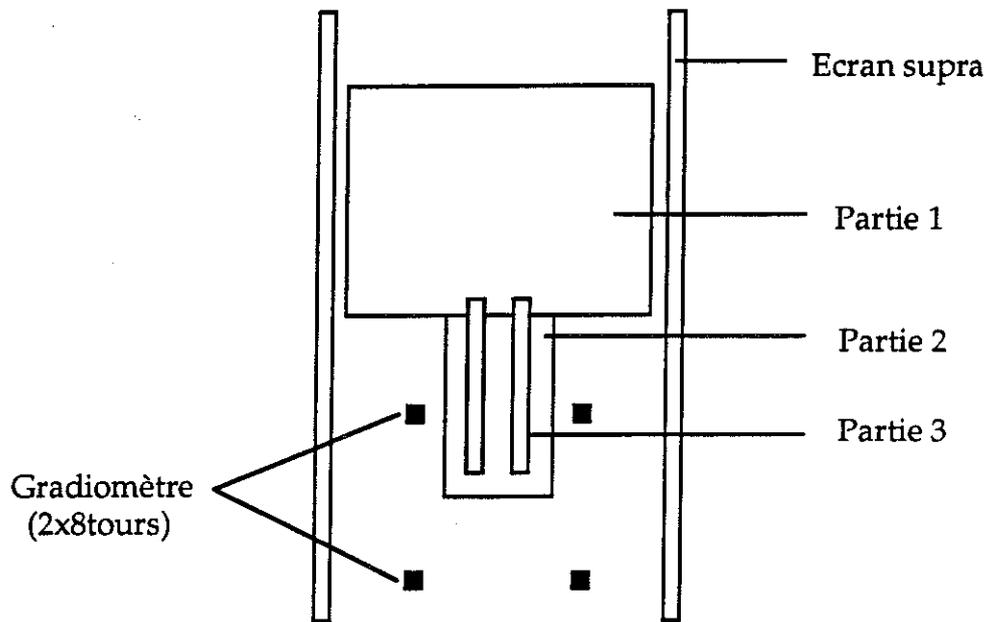
La variation de flux $\delta\Phi_{\text{dét}}$ engendrée par une variation de polarisation δm ($0 < m < 1$) est alors donnée par :

$$\delta\Phi_{\text{dét}} = C M_{\text{sat}} \delta m = \Phi_{\text{sat}} \delta m$$

a) Couplages

Les couplages ont été calculés numériquement pour une géométrie donnée en assimilant un barreau de densité d'aimantation M à une nappe de courant cylindrique équivalente de densité surfacique $j_L = M$. En se limitant au terme quadratique en r , le champ en coordonnées cylindriques s'écrit : $B_z(r,z) = B_z(0,z) + 1/2 r^2 (d^2B_z/dr^2)(0,z)$. On peut montrer à partir de la condition $\Delta B = 0$ que $(d^2B_z/dr^2)(0,z) = -1/2 (d^2B_z/dz^2)(0,z)$. Le champ créé sur l'axe en z par un élément dz de la nappe de rayon R étant $dB_z(0,z) = (\mu_0 M / 2R) / (1+z^2/R^2)^{3/2} dz$, on peut alors calculer $B_z(r,z)$ en tout point, et donc le flux total à travers la bobine de détection. Les résultats pour les différentes parties de la cellule sont donnés page suivante. Sont également indiquées, pour chaque partie, les contributions respectives à travers les bobines haute et basse de la détection (compte tenu du signe) ainsi que la contribution au flux total de la correction en r^2 du champ, justifiant l'approximation à cet ordre en r .

CALCUL DES COUPLAGES (sans tenir compte de l'écran supra)



Gradiomètre : 2 bobines ϕ 13 mm, séparées de 13 mm

Partie 1 (cylindre Ag ϕ 30 mm, longueur 27 mm) : **C = 0.1310 nH.m**

$$\text{Chaut/C} = 0.75$$

$$\text{Cbas/C} = 0.25$$

contribution du terme en r^2 du champ : +0.7 %

Partie 2 (cylindre Ag ϕ 10 mm, longueur 19 mm) : **C = 0.5602 nH.m**

$$\text{Chaut/C} = 0.88$$

$$\text{Cbas/C} = 0.12$$

contribution du terme en r^2 du champ : +0.9 %

Partie 3 (4 cylindres d' ^3He ϕ 2.5 mm excentrés, longueur 20 mm) :

$$\mathbf{C = 0.1335 nH.m}$$

$$\text{Chaut/C} = 0.90$$

$$\text{Cbas/C} = 0.10$$

contribution du terme en r^2 du champ : +1.1 %

b) Flux à saturation

De façon générale, on a : $M_{\text{sat}} = n R (\mu/k) / V$

n : nombre de moles

μ : moment magnétique

k : constante de Boltzmann

V : volume de l'élément

$R = 8.31 \text{ J/K.mol}$

Par ailleurs : $n = \alpha V / v$ α : taux de remplissage
 v : volume molaire

On en déduit : $M_{\text{sat}} = \alpha R (\mu/k) / v$

Applications :

-³He : $\mu/k = 0.778 \text{ mK/T}$
 $\alpha = 0.55$ (taux de remplissage dans les frittés)
 $C = 0.1335 \text{ nH.m}$

solide : $v = 24.2 \text{ cm}^3/\text{mol}$

$$M_{\text{sat}} = 147.0 \text{ A/m}$$

$$\Phi_{\text{sat}} = 19.6 \text{ nWb}$$

liquide : $v = 26.7 \text{ cm}^3/\text{mol}$ (26 bars)

$$M_{\text{sat}} = 133.2 \text{ A/m}$$

$$\Phi_{\text{sat}} = 17.8 \text{ nWb}$$

- Ag : $\mu_{Ag}/k = 0.041 \text{ mK/T} = (1/19) \mu_3/k$
 $v = 10.3 \text{ cm}^3/\text{mol}$

ϕ 10 mm : $\alpha = 0.87$ (taux de remplissage effectif)
 $C = 0.5602 \text{ nH.m}$

$$M_{\text{sat}} = 28.8 \text{ A/m}$$

$$\Phi_{\text{sat}} = 16.1 \text{ nWb}$$

(du même ordre que le Φ_{sat} de l' ^3He , la différence entre μ_{Ag} et μ_3 étant compensée par le volume et la densité)

ϕ 30 mm : $\alpha = 0.83$ (taux de remplissage moyen)
 $C = 0.1310 \text{ nH.m}$

$$M_{\text{sat}} = 27.5 \text{ A/m}$$

$$\Phi_{\text{sat}} = 3.6 \text{ nWb}$$

Publications

1- Bravin M., Wieggers S.A.J., Wolf P.E. & Puech L., 1992, JLTP 89, Nos. 1/2 (conf. Quantum Fluids and Solids, Aspen, USA, 1992, papier invité)
"Measurement of the magnetization of liquid ^3He up to 200 Tesla"

2- Bravin M., Wieggers S.A.J., Wolf P.E. & Puech L., 1992, JLTP 89, Nos.3/4 (conf. Quantum Fluids and Solids, Aspen, USA, 1992)
"A high-field SQUID magnetometer for the study of spin-polarized liquid ^3He "

3- Bravin M., Wieggers S.A.J., Remenyi G., Puech L. & Wolf P.E., à paraître dans Physica Scripta 48 (conf. EPS, Regensburg, RFA, 1993, papier invité)
"Magnetism of liquid ^3He up to 200 Tesla"

4- Bravin M., Remenyi G., Wieggers S.A.J., Puech L. & Wolf P.E., à paraître dans Physica B (conf. LT 20, Eugene, Oregon, USA, 1993).
"Measurements of the nuclear magnetism of liquid ^3He up to 25 Tesla, using a torque magnetometer"

5- Bravin M., Wieggers S.A.J., Puech L. & Wolf P.E., à paraître dans Physica B (conf. LT 20, Eugene, Oregon, USA, 1993, papier invité).
"Thermodynamic measurement of the magnetization curve of liquid ^3He up to 200 Tesla"

MEASUREMENT OF THE MAGNETIZATION OF LIQUID
³HE UP TO 200 TESLA.

M. Bravin, S.A.J. Wiegers^(a), P.E. Wolf,
L. Puech
CRTBT, BP 166, 38042 Grenoble cedex. France.

We have measured the relaxation of energy and polarization m in transiently polarized liquid ³He. The thermodynamics of the relaxation, the calorimeter set-up, and the experimental procedure are discussed in detail. We find that the magnetic field necessary to stabilize m , is higher than extrapolated from the low field regime. It amounts to 200 Tesla at $m=0.6$, $T=70\text{mK}$, $P=26$ bar.

1. INTRODUCTION

Determining the magnetic behaviour of liquid ³He up to high polarization yields essential information on strongly correlated Fermi liquids, but only moderate polarizations m ($m < 12\%$) can be reached in a static magnetic field ($< 30\text{T}$). However due to the very long relaxation time T_1 of the spins ($T_1 \sim 10-1000$ s), transient experiments can be performed : Castaing and Nozieres¹ (C.N.) have proposed in 1978 to melt solid ³He, previously polarized at low temperature ($T=5$ mK) in a large magnetic field ($\sim 10\text{T}$) ; in these conditions polarizations in excess of 80% should be obtained. A number of experiments have been performed using this technique^{2,3,4}, but none of them consisted in a *direct* investigation of the relationship between

m and the "effective" magnetic field $B_{eff}(m)$, with which m would be at equilibrium.

As shown in section 2, measurements of the polarization m and the temperature rise of a cell containing polarized ^3He gives the magnetic equation of state $B_{eff}(m)$. The liquid obtained by the C.N. technique has to be cooled below 0.1K to be degenerate. The use of a thermal ballast, consisting of cold liquid ^3He , gives a sufficient cooling power, and an adiabatic final state⁵. Using sintered powder as a matrix for ^3He has proven necessary. This has important effects on the relaxation and on the heat released during melting, which are discussed in sect 3&4.

2. WARMING RATE AND EFFECTIVE FIELD

On time scales short compared to T_1 , spin up and down atoms can be considered as different chemical species, with chemical potentials¹ μ_+, μ_- . During the relaxation of m, two processes can produce heat : (i)-spin up (down) particles are "converted" into spin down(up) particles ; (ii)- ^3He atoms diffuse in a gradient of chemical potential⁶. In an homogeneous situation, only (i) exists, and the heat produced per flipped spin is¹ $\mu_+ - \mu_- = 2\mu_n(B_{eff} - B_{ext})$, where $B_{eff}(m, T)$ is the field necessary to stabilize m, B_{ext} the applied field and μ_n the nuclear magnetic moment. Heat is thus generated in a system of N atoms at a rate :

$$\dot{Q}_m = -N \cdot \mu_n (B_{eff} - B_{ext}) \cdot \frac{\partial m}{\partial t} \quad (1)$$

Measuring \dot{Q}_m and m yields the value of $B_{eff}(m)$.

In presence of walls, like in a sinter, almost no relaxation (i) occurs in the liquid and the spins are relaxed within the adsorbed solid layers⁷. B_{eff} at these locations might be close to B_{ext} . In such a case (ii) is the main source of heat. However, we show below that in the conditions of our experiment, formula (1) still holds. We write the heat produced as :

$$\dot{Q}_m = -\mu_n \int d^3V \vec{\text{grad}}(B_{\text{eff}} - B_{\text{ext}}) \cdot \vec{J}_m + (B_{\text{eff}} - B_{\text{ext}}) \dot{N}_{\text{loc}} \quad (2)$$

where \vec{J}_m is the spin current and \dot{N}_{loc} the local magnetization source (corresponding to (ii) and to (i) respectively). Using the continuity equation for m , and the boundary condition of zero flux through the walls, Equ 2 can be rewritten as:

$$\dot{Q}_m = -\mu_n \int d^3V n (B_{\text{eff}} - B_{\text{ext}}) \cdot \frac{\partial m}{\partial t} \quad (3)$$

In this expression, in contrast with Equ 2, a region where no local relaxation occurs ($\dot{N}_{\text{loc}}=0$) "produces" heat at the rate given by equ (1). In our experimental situation, the pores of the sinter are small enough ($0.1\mu\text{m}$) for the polarization and effective field of the liquid to be *homogeneous* while large enough for the adsorbed solid monolayer to be negligible. Measurements of the total magnetization and heat generated then give $B_{\text{eff}}(m)$ according to eq(1).

The relation between B_{eff} and the warming rate $\dot{Q}_T = C_m \dot{T}$ involves the change of entropy with magnetization⁸ (C_m is the heat capacity at constant m). The final result is $C_m \dot{T} = -N\mu_n \dot{m} (B_T - B_{\text{ext}})$, where

$$B_T = B_{\text{eff}} - T \left(\frac{\partial B_{\text{eff}}}{\partial T} \right)_m \quad (4)$$

At low T we expect $B_{\text{eff}}(m, T) = B_{\text{eff}}(m, 0) (1 + \alpha(m) T^2)$ and $B_T(m, T) = B_{\text{eff}}(m, 0) (1 - \alpha(m) T^2)$. Thus measurements of B_T or B_{eff} at T give the same information about the magnetism at zero T . At 26 bars the difference between B_T (or $B_{\text{eff}}(T)$) and $B_{\text{eff}}(T=0)$ is 12% at 90 mK.

3. DESIGN OF THE CALORIMETER

For measuring B_T in the fully degenerate region, we must cool the liquid below 0.1K in a time much shorter than T_1 . This is achieved by using a thermal ballast of 85 mmol of s.v.p. unpolarized liquid, in very good thermal contact with the

polarized sample of 8.1 mmol at 25 bar. This ballast is also a part of the heat switch to the mixing chamber of our dilution refrigerator ⁵.

We evaluate B_T from the time derivative of the temperature T_{th} of our thermometer. This requires a good temperature homogeneity, i.e. the gradients generated by the melting of the solid should decay very rapidly, and those generated by the relaxation should always be negligible. Minimizing the Kapitza resistance at the He-sinter interfaces, the thermal resistance of the sinters and that of bulk silver, leads to the design of the cell shown in Fig1.

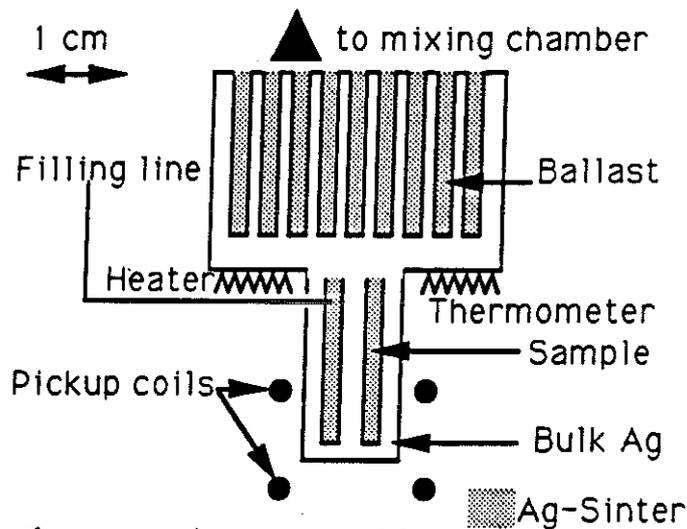


Fig.1 : The experimental cell.

-The body of the cell consists of an annealed high purity silver single block ($RRR > 2000$).

-The silver powder was sintered into cylindrical holes 2.5 mm dia. The diameter is such that the thermal resistance across the hole is not larger than the Kapitza resistance. 51 holes (resp. 4) contain the helium of the ballast (resp. of the sample). The spacing of the holes (3.2 mm) nearly optimizes the conductance of the silver body at fixed volume for the ballast.

We investigated the temperature gradients due to the melting, in experiments at $B_{ext} = 1T$. They are large (8 mJ generated in 3 s), but they relax rapidly. The corresponding $C_m \dot{T}$ is 1% of \dot{Q}_T 15 s after the solid is melted⁸.

A quantitative study of the temperature gradients due to \dot{Q}_T is complicated by the fact that we are dealing with a diffusion problem, in which there are many modes with different decay times. For slow changes in \dot{Q}_T , we define a unique

thermal resistance R such that: $\dot{T}_{th} = \frac{\dot{Q}_T}{C_m} + R \frac{d\dot{Q}_T}{dt}$.

We measure RC_m in two distinct ways :

- with a heater we create $\dot{Q} \propto \exp(-t/\tau)$ with $\tau=35$ sec, and measure \dot{T}_{th} . We calculate the injected power and find the correct value within 2%. This in turn implies that $(1-RC_m/\tau)=1 \pm 2\%$ and $RC_m < 0.7$ sec. -Measurement with a square heat pulse yields the value $RC_m=0.4$ sec at 85 mK^9 .

Summarizing, we conclude that for heat inputs that vary on a time scale of 35 s, our accuracy for \dot{Q}_T is better than 2%, and that this accuracy is obtained as soon as 15 s after the decompression.

4. IRREVERSIBLE PROCESSES DURING MELTING.

While the sample melts and is further decompressed, it produces mechanical work on the fluid in the capillary. For an initial solid at 40 bars and a final state at 5 bars, the total work amounts to about 15 J/mol, while the latent heat in zero field is at most of 0.25 J/mol. Because of three mechanisms part of this work is converted into heat :

(a) Due to the temperature and B_{eff} , the solid melts at a lower density than its initial value. In a sinter, this expansion is irreversible, converting into heat the compressional energy of the solid. This effect is minimum if melting occurs at the highest possible pressure¹⁰.

(b) Melting occurs so quickly that the temperature of the sample can rise well above that one of the ballast. This has the consequence that the solid melts at a relatively lower pressure.

(c) If no special care is taken there is a pressure drop across the cell, and the flow produces viscous heating.

In serie with the capillary, we placed a flow impedance cooled below the temperature of the cell by the mixing chamber. The final pressure was set to 25 bars resulting in a melting time of 2sec. The total heat is experimentally 0.85-0.9 J/mol, that compares favourably with the heat expected if no pressure drop exists accross the cell, and if melting occurs without thermal contact with the ballast. Lower temperatures might be reached with a still lower melting speed.

5. PROCEDURE

We achieved polarizations above 80%, in the solid at $B_{ext}=11$ T and $T=5$ mK. The polarization of the sample was measured by an R.F S.Q.U.I.D¹¹. For measuring \dot{Q}_T , we used a Speer resistor, directly glued on the cell. Its measurement of R results in a noise $-1\mu\text{K}/\text{Hz}^{1/2}$. Absolute conversion of \dot{R} to \dot{Q} is obtained from a separate experiment where R is measured as a function of the heat Q applied to the isolated cell. We measured that $C_m=C_{m=0}$ within 2%, for m as large as 60%, thus we neglect these changes.

After the decompression of a solid in high field, two extraneous sources of heat must be subtracted from the warming rate. First the liquid ³He which flew out of the cell to the narrow filling line is hot (0.3K) and inject heat in the cell. Secondly, the nuclear moments of the silver, which are initially substantially polarized, relax in about 120 sec and absorb heat. The silver spins also generate a flux on the pick-up coil that we must subtract. These small corrections have been measured in separate experiments⁸. Their accuracy is about 20%, as estimated from their reproducibility.

6. RESULTS AND DISCUSSION

Fig.2 shows the decay of m and the change in T following a a typical melting of a solid at 6mK and 11 T. The total magnetic energy released amounts to about 3mJ. The polarization relaxes

with a time constant close to 70 s, and the warming rate \dot{Q}_T about two times faster, as expected from Equ.(1). Such experiments have been performed repeatedly, and the results given below are reproducible within the error bars given above.

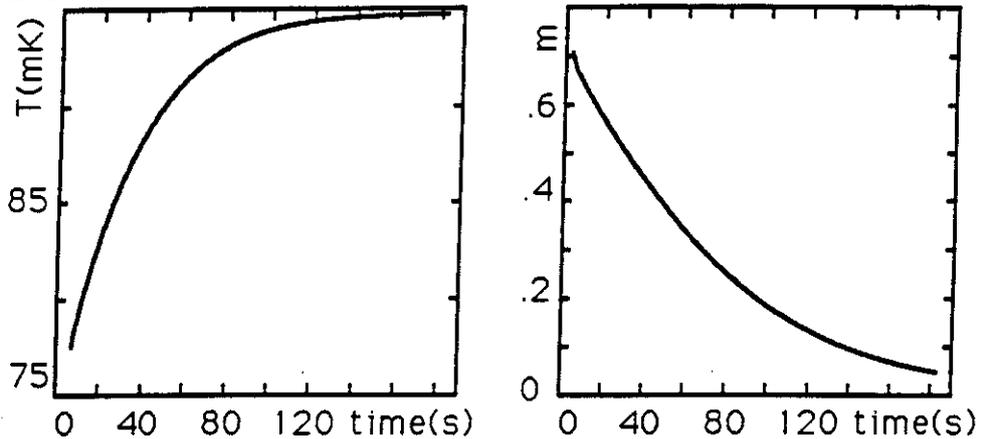


Fig.2 : temperature T and polarization m, of the liquid at 26 bars after depressurizing the solid.

From those data and Equ (1), we obtain the relation m vs B_T shown in Fig.3. Within the error bars, the curve is a straight line at low m that extrapolates to the origin. The slope is in agreement with the value calculated from ref.12 including $T \frac{\partial B_{\text{eff}}}{\partial T}$. The corrections mentioned in setc.5 are important in order to get this initial linear dependence, but do not influence the results for $m > 0.2$. The uncertainty on the absolute scale for B_T is the same as that on the sensitivity of the magnetometer, which is certainly not better than 5%¹¹. This in turn implies a 10% uncertainty on χ . On the other hand our accuracy on the departure from the linear regime is far better. Fig 3 shows that the susceptibility decreases monotonously when m and B_T increase. For the highest $m (= 0.6)$, B_T is then 30% higher than the extrapolation of the initial behaviour. This is well outside our errors bars and is certainly our most salient result.

This result agrees with the simple RPA picture of the strong Stoner enhancement of the

susceptibility, due to short range repulsion between antiparallel spins. This agreement is quantitative concerning the order of magnitude of the curvature of $B(m)$. As pointed out by MT Beal-Monod et al., the Stoner approach, in contrast to the paramagnon model¹³, is not able to account for the change (13%) of $\chi_{m=0}$ between $T=0$ and 0.09K. A comparison with the latter model is thus required, but at low m ($m < 30\%$), the differences between both models lie well inside our error bars, and at higher polarization the paramagnon expansion in powers of m is not accurate¹⁴. We conclude that we cannot decide whether the paramagnon model is compatible with our results and that extension of this theory to much higher m is needed.

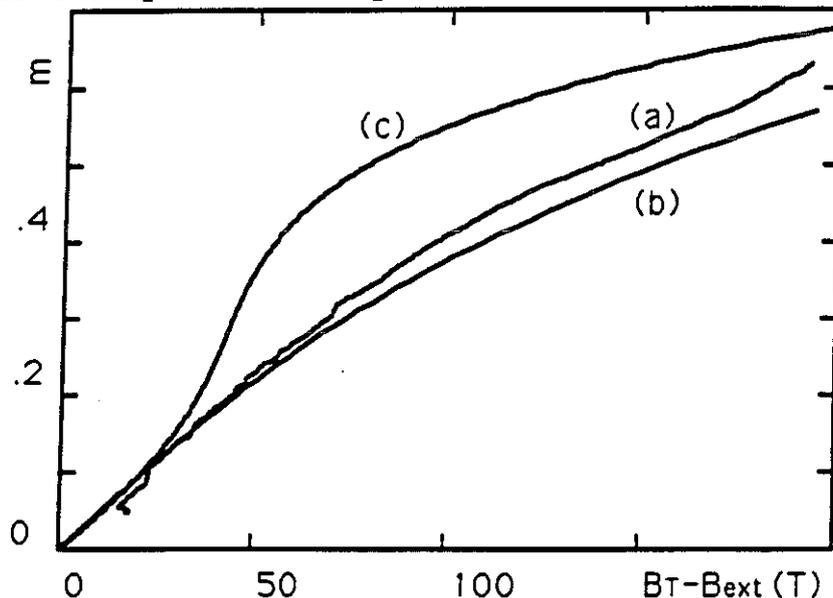


Fig 3 : (a) The curve $B_T - B_{ext}$ deduced from the data above, (b) the prediction at $T=0K$ of the Stoner approximation for B_{eff} ($I=.95$) and (c) the prédiction for B_T at 90 mK of Bedell et al (Ref 15).

The metamagnetic-feature predicted by Bedell¹⁵ et.al, is incompatible with our results : this approach predicts a large increase of the susceptibility for $m=30\%$, $T=0$ and $P=30$ bars. Because of the strong m -dependance of the entropy:

$B_{\text{eff}}(m, T) = B_{\text{eff}}(m, 0) - T^2/2\mu_n \frac{\partial C/T}{\partial m}$ does not exhibit the same feature as $B_{\text{eff}}(m, 0)$ at 90 mK. On the other hand the quantity B_T (which we measure) should have a non linearity about twice that of $B_{\text{eff}}(m, 0)$. This is certainly not the case in our experiments (Fig.3). For similar reasons, our result clearly invalidates the metamagnetic behaviour predicted by Vollhardt in the framework of the almost localised theory¹⁶, since this theory predicts a first order transition to a fully polarized state for $m \sim 0.20$.

7. CONCLUSIONS

Our calorimetric method allows to measure the effective field in polarised ^3He at $70\text{mK} < T < 90\text{ mK}$ and for polarisation up to 60%. The present investigation is made possible by the extremely short thermalisation time in our set-up, and by the principle of direct measurement of B_m . We report effective fields of 200 Tesla, the highest value ever achieved in ^3He .

Our results rule out a significant metamagnetic-like behaviour in liquid ^3He . The one parameter theory of Gützviller and Vollhardt¹⁶, while rather successful in predicting elastic and magnetic properties at low m and zero T , thus appears wrong concerning the magnetism at finite m . The paramagnon model (2 parameters), fails to describe the elastic properties, while correctly predicting the T dependance of χ and γ . Concerning the high polarization, the Stoner approximation (and possibly the paramagnons) appears compatible with our results.

A unifying approach of the properties of this strongly correlated Fermi liquid, including the effect of localisation as well as the presence of low energy spin excitations, is still lacking. It should take into account the magnetic properties at high polarization we have measured.

REFERENCES :

- (a) present address : Magneten Lab., University of Nijmegen, N.L.-6525 E.D. Nijmegen, Netherlands.
1. Castaing B. and Nozières Ph., *J. Phys. (Paris)* **40**, 527 (1979)
 2. (a) Bonfait G., Puech L., Greenberg A.S., Eska G., Castaing B., Thoulouze D., *Phys. Rev. Lett.*, **53**, 1091 (1984) (b) Bonfait G., Puech L., Halperin W.P. and Castaing B., *Europhys. Lett.* **3**, 489 (1987)
 3. Dutta A. and Archie C.N., *Phys. Rev. Lett.* **55**, 2949 (1985)
 4. (a) Kranenburg C.C., Wiegers S.A.J., Roobol L.P., van de Haar P.G., Jochemsen R. and Frossati G., *Phys. Rev. Lett.* **61**, 1372, (1988) (b) Kopietz P., Dutta A. and Archie C.N., *Phys. Rev. Lett.* **57**, 1231 (1986)
 5. Wiegers S.A.J., Wolf P.E. and Puech L., *Physica B* **165&166**, 139 (1990)
 6. Vermeulen G., Thesis, University of Leiden (1986)
 7. Hammel P.C. and Richardson R.C., *Phys. Rev. Lett.* **52**, 1441 (1984)
 8. Wiegers S.A.J., Wolf P.E. and Puech L. *Phys. Rev. Lett.* **66**, 2895, (91)
 9. The value of RC_m yields an upperbound for the Kapitza resistance : $R_K T^3 < 250 K^4 \text{cm}^2/\text{W}$ (the specific area of our sinter is $6 \text{ m}^2/\text{cm}^3$).
 10. Heat is also produced by spin diffusion in the solid. (P. Nozières, unpublished.)
 11. Bravin M., Wiegers S.A.J., Wolf P.E. and Puech L., *this conference*.
 12. Ramm H., Pedroni P., Thomson J.R. and Meyer H., *J.L.T.P.* **2**, 539 (1970)
 13. Beal-Monod M.T., Daniel E., *Phys. Rev. B* **27**, 4467 (1983)
 14. Beal-Monod M.T., Daniel E., Comment in *Phys Rev Lett.* **68**, 3818, (1992) and reply.
 15. Bedell K.S. and Sanchez-Castro C., *Phys. Rev. Lett.* **57**, 854 (1986)
 16. Vollhardt D., *Rev. Mod. Phys.* **56**, 99, (1984)

A HIGH FIELD SQUID MAGNETOMETER FOR STUDYING SPIN-POLARIZED LIQUID ^3He

M. Bravin, S.A.J. Wiegers, P.E. Wolf and L. Puech

CRTBT-CNRS, BP166, 38042 Grenoble Cedex, France

We present the SQUID magnetometer working in a field of 11T that we recently developed to study transiently polarized liquid ^3He . Emphasis is on the problems posed by the high magnetic field..

1. CONSTRAINTS AND MAGNETOMETER DESIGN

In our experiment¹, the SQUID magnetometer is used to record the decay of the magnetization of liquid ^3He over a period of several hundreds of seconds following the rapid melting of spin polarized solid ^3He . While the signal magnitude is very large for a SQUID, the problems arise due to the strong magnetic field.

i) Tiny changes of the applied magnetic field or of the position of pick-up coils generate large parasitic signals. Therefore, special care must be taken in order to avoid any vibrations of the pick-up coils relative to the magnetic field, any drift in the applied field, and any strain of the pick-up coils following the solid decompression.

ii) The 11T field is close to the critical field $H_{C2}(T=0)$ ($=12\text{T}$) of the NbTi flux transformer. Attention must be paid to creep or flow of vortices in the flux transformer, which could generate spurious signals.

Our magnetometer (Fig.1.) is specially designed to handle these two points. Concerning i), shielding of the fluctuations or

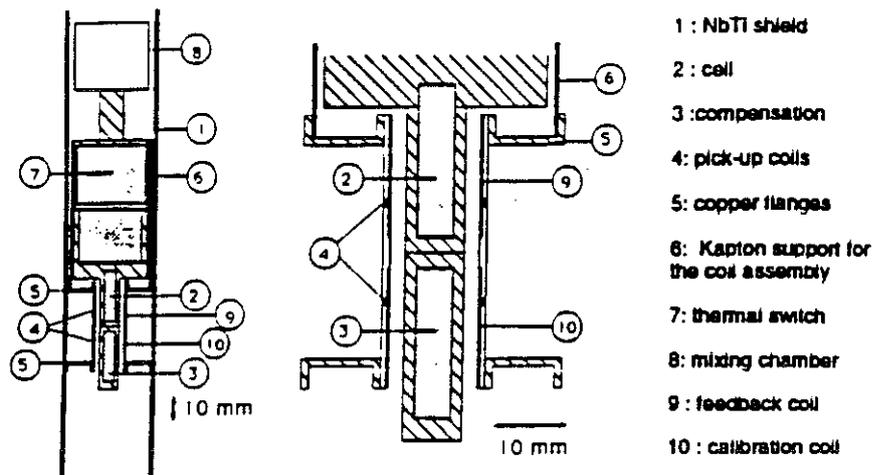


Fig.1. Lower part of the magnetometer.

drift of the external magnetic field is provided by a 1.5 mm thick NbTi tube (i.d. 37 mm). A 1 mm thick copper layer was electrodeposited on its outer side in order to increase the effective thermal conductivity. The assembly forms the lower part (1) of the 100 mK shield surrounding the cell (2). In order to further reduce the noise due to vibrations, the signal from the flux transformer was divided by a factor of 13 and low pass filtered with a cutoff frequency of 300 Hz at the SQUID terminals. Noise at 11T was thus reduced to a level of $0.25 \phi_0$ rms on the SQUID for a filtering time constant of 0.05 s. The pick-up coils of the first order gradiometer (4) were cast in a Stycast 1266 epoxy mandrel, which was thermally and mechanically connected (5) to the shield. The mandrel was also mechanically connected through a Kapton tube (6) to the top of our thermal switch (7), itself fastened to the shield using SP22 Vespel screws. In that way, the cell and the SQUID pick-up coils are very rigid relative to one another, while thermally and mechanically decoupled. Thus, the magnetometer is only weakly sensitive to the fast changes in temperature and pressure associated with the melting.

Concerning ii), the current in the flux transformer could be kept zero by operating the SQUID in a feedback mode, avoiding in principle any spurious signal from flux flow. For that purpose, current was fed to a superconducting coil (9) wound on the Stycast mandrel in order to compensate for changes in the magnetic signal. This coil, and a symmetrical one (10), were also used for calibrating the SQUID sensitivity, the typical value of which is 2.3 Volts (on the SQUID head) per nanoWeber.

2. MAGNETOMETER PERFORMANCES.

The NbTi shield quality was tested by slowly ramping the field up or down (~ 0.25 G/s) and measuring the inner field with an Hall probe. The observed behaviour is as expected². The hysteresis cycles consist in a plateau followed by flux penetration (or expulsion). At 11 T and a shield temperature of 100 mK, the plateau width is 200 G. So, drift of our magnet in persistent mode (~ 5 G/hr) is shielded during ~ 40 hrs, allowing a complete melting experiment to be performed. On the plateau, the shielding factor at 11 T is $\sim 1\%$, but thanks to the gradiometer, the SQUID only feels 1% of the inner field variation (as measured during a slow ramping). The overall SQUID signal due to drift of the applied field is thus less than $0.5 \cdot 10^{-4}$ V/s, much smaller than all our physical signals (^3He relaxation corresponds to $0.5 \exp(-t/t_1)$ V/s with $t_1=70$ s).

Compressing ^3He in our cell caused a SQUID signal linear in B. The variation was roughly linear with pressure P, temperature independant, and ~ 10 times larger than what expected from the dia and paramagnetic ^3He contributions. It is likely due to some tiny mechanical coupling between the stressed cell and the pick-up coil. Its value is 0.035 V/Bar/Tesla. A typical pressure drift of 0.1 Bar/10mn after melting thus corresponds to a small SQUID variation ($\sim 10^{-4}$ V/s in a 11T field).

The set-up sensitivity was measured by using various test coils reproducing in size and position the different parts of our experimental cell. In zero field, the sensitivity with respect to the different coils was compared to that obtained with the calibration coils. The results were in good agreement (better than 3%) with theoretical calculations of the relevant mutual inductances (including the NbTi shield effect) based on ref 4. . Note that, according to these calculations, the ^3He sample (5 mm dia.) and the calibration coils (13 mm dia.) are only weakly shielded by the NbTi shield (Corrections are respectively 3 and 6%).

Increasing the field up to 11T caused a 10% decrease in the sensitivity with respect to the test coils (of dia. 5 and 10 mm). This change scaled approximatively with B^2 (Fig. 2.). In contrast, the sensitivity to the calibrations coils changed by less than -1%. These changes are opposite in direction and different in magnitude from that expected from a possible decrease in the shielding properties of the NbTi tube. Using test coils out of different materials and at different locations, we found that this effect does not come from the test coils or from some relative

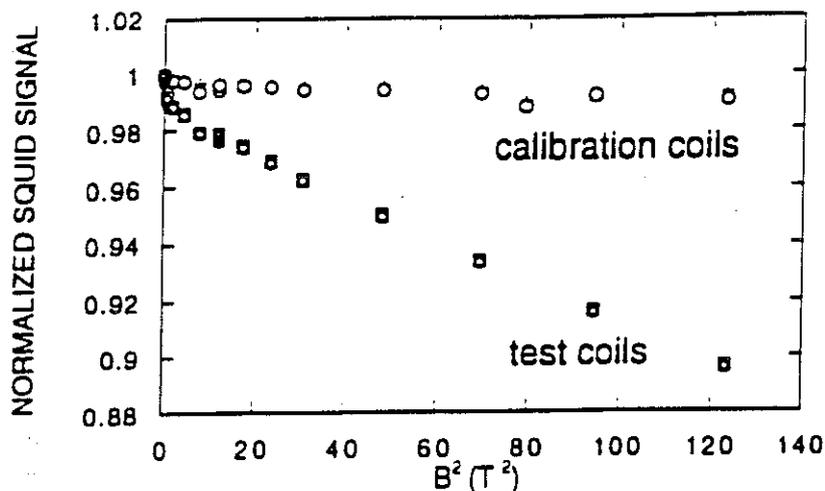


Fig. 2. Field dependance of the sensitivity for calibration coils (9 and 10 on fig 1.) and test coils (replacing 2 and 3 in fig 1.).

vertical motion of the coils with respect to the pick-up coil, but rather from the pick-up coil itself. This observation, as well as former ones^{3,5}, show that calibration must be carried out at the field of interest and for a calibrating device of geometry identical to that of the sample. In practice, the SQUID signal corresponding to fully polarized ³He (8.93 millimoles) is 42 (± 1) V. This is 10% smaller than the value used in ref 1., which was deduced from the Curie magnetization of solid ³He. This difference could be due to a 10% error either in our 11T temperature scale or in the volume of our sample. In future experiments, this question will be settled by measuring the diamagnetic SQUID signal during filling of the cell with ³He or ⁴He.

REFERENCES

1. S. A. J. Wiegers, P.E. Wolf and L. Puech, *Phys. Rev. Lett.* **66**, 2895 (1991).
2. see e.g T.P. Orlando, K.A. Delin, *Foundations of applied superconductivity*, Addison- Wesley (1991).
3. L. Puech, G. Bonfait, B. Castaing, C. Paulsen, J.J. Prejean and P.E. Wolf, *Proceedings of the third conference on Spin Polarized Quantum Systems*, Turin, 1988, World Scientific (1989).
4. D.P. Osterman and S.J. Williamson, *Rev. Sci. Inst.* **54**, 1380 (1983).
5. M.F. Pellizzone, Thesis University of Geneva (1982).

Magnetism of Liquid ^3He up to 200 T

M. Bravin,¹ S. A. J. Wieggers,^{1,2} G. Remenyi,¹ L. Puech¹ and P. E. Wolf¹

¹ Centre de recherches sur les très basses températures, BP166, 38042 Grenoble Cedex, France

² Magenten Laboratory, University of Nijmegen, N.L.-6525 E.D. Nijmegen, Netherlands

Received March 29, 1993; accepted May 5, 1993

Abstract

We report measurements of nuclear magnetism of degenerate liquid ^3He below 0.1 K. Nuclear polarization up to 60% was transiently obtained by rapid melting of a 80% polarized ^3He solid. From simultaneous measurements of the magnetization and of the heat released during the relaxation towards magnetic equilibrium, we deduce the magnetization dependence of the free energy of the liquid, and hence the magnetization curve up to 200 T. At 26 Bar and 80 mK, we find that the susceptibility decreases with increasing magnetization. This rules out any significant metamagnetism of the liquid, in contradiction with former expectations. In order to confirm this behaviour by a static experiment, we have developed a torque magnetometer to carry out precision measurements of the equilibrium magnetization up to 30 T (corresponding to a 12% polarization) and at 50 mK. Preliminary results of this experiment are reported.

1. Introduction

Since its liquefaction in 1949, ^3He has been extensively studied as the simplest example of a Fermi liquid. Unlike for electrons in metals, interactions are mainly short-range (hard core) and can be varied by pressure. Also, there is no underlying lattice. Due to this apparent simplicity, liquid ^3He is a model system for testing the microscopic theories of strongly correlated Fermi liquids. New insights about the nature of this system may be gained by studying spin polarized ^3He . Crudely speaking, due to the Pauli principle which forbids two atoms with parallel spins to occupy the same position in real space, polarizing the nuclear spins of ^3He reduces the effective interactions between atoms. This modifies the thermodynamic and transport properties of liquid ^3He , a fact directly evidenced by the increase of viscosity (i.e. of mean free path) upon polarization in ^3He - ^4He mixtures [1]. Studying these modifications is a powerful tool for understanding liquid ^3He . In particular, measuring the polarization m as a function of the magnetic field is of basic interest, since the predicted magnetization curve $m(B)$ appears to be peculiarly sensitive to the microscopic theories of ^3He [2].

However, liquid ^3He is difficult to polarize, due to its Fermi liquid nature and to the smallness of its nuclear magnetic moment μ_n . In the best case, that is below 50 mK and close to the solidification pressure of 34 Bar, the nuclear polarization is only 12% in a magnetic field of 30 T. Fortunately, the magnetic relaxation time T_1 of ^3He is very long (from 10 to 1000s or more, depending on the geometry and temperature). This allows us to study properties of strongly polarized liquid in transient experiments, provided one is able to create an initial large polarization. Two methods have been proposed and used in this aim: condensation of ^3He gas polarized at room temperature by optical pumping [3] and melting – by decompression – of (nearly) paramag-

netic solid ^3He , polarized at very low temperature in a large magnetic field [2]. These methods are respectively well-suited for studying spin polarized ^3He at very low and high pressures. Concerning the temperature range, the first method was up to now limited to $T > 0.4$ K, but future progresses are expected. Concerning the second one, the best results are currently those reported here, with polarization up to 60% and temperatures between 70 and 90 mK, that is well in the degenerate regime. Lower temperatures have been reported, but at the expense of a smaller polarization ($m < 25\%$) [4]. Finally, a third method, based on fractional distillation of up and down spins ^3He atoms in a saturated ^3He - ^4He mixture, has been recently developed and could allow us to obtain strongly polarized ^3He in a stationary experiment [5, 6].

Several experiments have been performed using the rapid melting technique [7]. All use the fact that T_1 is much longer than all other microscopic timescales in the system. In other words, polarization is a slow variable during relaxation, allowing meaningful measurements of thermodynamic or transport properties, such as the sound velocity [8] or the viscosity [4]. On the other hand, it should be emphasized that, due to the slow thermal and spin diffusions (of order $0.1 \text{ mm}^2/\text{s}$ at 100 mK), T_1 can be smaller than the resulting diffusion times in a cell of centimeter size. Care should thus be taken to ensure that temperature and polarization are homogeneous throughout the cell, a necessary condition for interpreting the experiments. As will be seen below, our own experiment is specially designed to meet this requirement.

Measuring the magnetization curve of liquid ^3He using the rapid melting technique requires the determination of the effective magnetic field $B(m)$, for which the decaying magnetization m would be at equilibrium. This field differs from the applied field B_a and cannot be measured by any ordinary probe. We access $B(m)$ from the heat released due to the relaxation process. Because m is a slow variable, the rate of change of the liquid magnetic energy is $B\dot{m}$. B can thus be measured, in an adiabatic situation, from the increase in temperature of the cell. This paper is organized as follows. Section 2 describes our set-up. Section 3 presents in more detail, the relation between B and the temperature signal, as well as an experimental test of this relation using solid ^3He as the relaxing system. Our results on liquid ^3He are presented and analyzed in Section 4. We conclude that $m(B)$ is curved downwards from 50 to 200 T ($0.2 < m < 0.6$), strongly supporting a simple Stoner picture for the magnetism of liquid ^3He . Below 50 T, the method is not precise enough to determine the curvature. We have thus developed a method to determine $m(B)$ in static fields up to 30 T. The

principle of our magnetometer and preliminary results will be presented in Section 5.

2. Experimental set up

As a result of the fast melting technique, the liquid is warm [7] (> 0.3 K), due to the irreversibility of the melting process, combined with the non-zero initial magnetic entropy of the solid. Study of the spin-polarized liquid in the degenerate regime then requires fast cooling of the liquid, in a time much smaller than T_1 . This constraint determines the design of our cell, shown in Fig. 1. It actually consists in a double cell, machined out of a high purity silver single piece. In the initial state (i.e. before melting), the lower part is filled with solid ^3He (~ 10 millimoles) at 5 mK. In our applied field of 11 T, this corresponds to a polarization of about 80%. The upper part is filled with 0.1 mole of liquid ^3He (also initially at 5 mK), which acts as a heat tank, limiting the cell temperature after the melting. Besides, this upper part is part of the heat switch to the mixing chamber of our dilution cryostat [9]. Due to the large specific heat of ^3He , fast heat exchange between the two parts requires a very large contact area between the liquid and the silver body. This is achieved by sintering thin silver powder (700 Å average grain size) into the volumes to be occupied by the liquid. The sandwich structure shown in Fig. 1 compensates the low thermal conductivity of the sinter, relative to that of bulk silver. The holes diameter (2.5 mm) and their spacing minimizes the thermal equilibrium time, for the given volume of unpolarized ^3He . Internal thermal equilibrium of our cell is very fast, less than 2 s at 70 mK. This guarantees that the very large thermal gradients due to the melting decay fast enough for being negligible as soon as the polarization is smaller than 60%. The heat released by the relaxation can then be safely measured by the temperature increase of a carbon thermometer glued onto the outside of the cell.

Changes in the ^3He magnetization are measured by the two pick-up coils connected to the input of a SQUID located far from the field. Operation of this high field magnetometer poses specific problems, which are described elsewhere [10]. We only note that the pick-up coils are

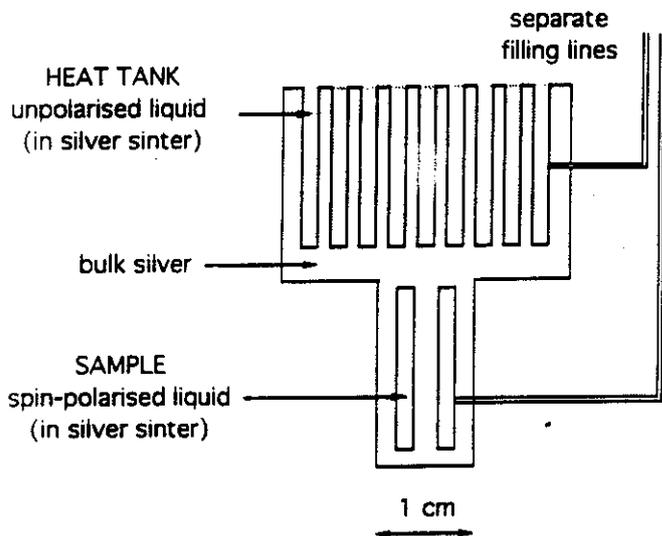


Fig. 1. Design of the double cell.

thermally and mechanically decoupled from the cell to avoid any spurious signals due to the fast temperature and pressure changes following the melting.

3. Determining B from the relaxational heating

Let us now derive the relation between the warming rate of the isolated cell and the effective field, for our actual geometry. Consider a small unit volume of liquid ^3He , containing n atoms. Its magnetization decays due to bulk relaxation and to spin diffusion towards the relaxing walls of the cell. As the relaxation is quasistatic, the rate of change of the internal energy is.

$$[\dot{U}(mn) - \mu_n n B_a \dot{m}] d^3V = \dot{Q}$$

where $U(m)$ is the zero field internal energy under the constraint of a given m [such that $\mu_n n B(m) = \partial U / \partial m$], $-\mu_n n B_a m$ is the Zeeman energy in the applied field, and \dot{Q} the flux of heat into the considered volume. Summing over the total volume of spin-polarized ^3He , we obtain

$$\int \{ n \mu_n [B(m) - B_a] \dot{m} + T \dot{S}(T, m) \} d^3V = -T \dot{S}_0$$

where $S(T, m)$ is the volumic entropy of the polarized liquid, $S_0(T)$ is the heat tank entropy and T the uniform temperature of the cell. Now, the pores of the sinter are small enough for the magnetization to be homogeneous inside the pores. On the other hand, they are large enough for the liquid to be mainly bulk (only the first layer on the walls is solid, due to the van der Waals attraction). We thus obtain

$$(B - B_a + T \partial S / \partial M) \dot{M} = -T (\partial S_0 / \partial T + \partial S / \partial T) \dot{T} = -C(T, M) \dot{T}$$

with M and $S(T, M)$ the total magnetization and entropy of the spin polarized liquid, and $C(T, M)$ the heat capacity of the whole cell. Using a Maxwell relation we finally get

$$C(T, M) \dot{T} = (B_a - B_T) \dot{M} \quad (1)$$

with $B_T = B + T \partial B / \partial T$. The second term being of order T^2 , the simultaneous measurement of M and T during the relaxation (Fig. 2) gives access, through eq. (1), to the magnetism of liquid ^3He , at low temperature enough. Note that

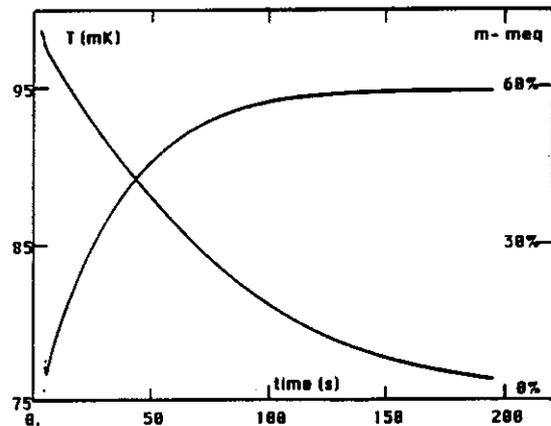


Fig. 2. Relaxation of polarization m and associated increase in the cell temperature T , following the rapid melting of a 80% polarized solid ^3He (m has been corrected for the silver spin contribution, see text). The solid melts at time zero. Cooling of the warm polarized liquid by the heat tank occurs during the first seconds.

the heat tank is useful during the relaxation, by limiting the temperature rise of the cell and ensuring that $C(T, M) \sim C(T, 0)$ (we measured the relative change to be less than 2% for $m = 60\%$). Since $C(T, 0)$ can be measured *in-situ* by calorimetric experiments on unpolarized liquid, B_T is indeed the only unknown in eq. (1).

We have to correct for two parasitic heat sources in order to deduce from Fig. 2 the heat released by the spin relaxation [11]. The first one is due to the silver nuclear spins of the cell. Once the cell is at 75 mK, they have to lose their initial polarization ($\sim 10\%$ at 5 mK). This process absorbs energy with a time constant of ~ 140 s at 75 mK, reducing the heating rate of the cell. It also gives magnetization signal on the SQUID. Both corrections, of order 10%, can be independently measured by measuring the temperature and magnetization changes of the cell filled with unpolarized liquid, following a heat pulse heating the cell from 5 mK to 75 mK. The second heat source is due to the warm ^3He (~ 0.3 K) which remains in the filling line after the melting process. An evaluation of this contribution can be independently measured by melting the solid in zero external field. It amounts to about 10% of the total heating rate.

The reliability of the principle of our method was checked by performing measurements on spin polarized solid. Here, the polarization decay was triggered by heating the cell from 5 to 75 mK by applying a 1 s, 10 mJ heat pulse. Once at 75 mK, the cell cools, due to relaxation of both silver and ^3He spins. Equation (1), although derived for liquid ^3He , is valid for solid ^3He as well, and can be used to determine the latter contribution. Solid ^3He being a paramagnet at these temperatures, $B_T = 0$ and eq. (1) reads $C_0(T)\dot{T} = B_s \dot{M}$, as it should be! Because (i) the polarization decays slower in the solid than in the liquid and (ii) B_T (in the liquid) $\gg B_s$, the cooling rate due to solid ^3He relaxation is much less than the corresponding heating due to liquid. Figure 3(a) shows M vs. $-C_0 \dot{T}/\dot{M}$ during the decay, once the silver contribution is subtracted. This contribution is comparable to that of ^3He spins, due to the large number of polarized silver spins in the upper part of the cell. This makes Fig. 3(a) a stringent test of the correction procedure. The fact that $-C_0 \dot{T}/\dot{M}$

differs from $-B_s$ by at most 20% shows that the silver correction is properly evaluated within this percentage, and also confirms that we have no thermal gradients between spin polarized ^3He and the thermometer.

4. Results and discussion

Having established the validity of our method, let us now turn to the case of liquid ^3He . Figure 3(b) shows the relation $M(B)$ as deduced from the data of Fig. 2 and two similar set of experiments, i.e. at a temperature between 75 mK (short times, high m) and 95 mK (long times, low m) and a pressure of 26 Bar. The resulting curves agree within the error on the corrections estimated above. The absolute scales are correct within 10%, reflecting the uncertainty on the SQUID calibration. Within the error bars, the low field behaviour is consistent with precision measurements [12] of the susceptibility $\chi(T)$: it obeys $m = \chi(T)B = B_T/(\chi^{-1}(T) - T \partial\chi^{-1}(T)/\partial T)$. At higher fields, there is a pronounced downwards curvature. This qualitative behaviour does not depend on making or not the above discussed corrections, which are only important at lower fields.

This decrease of susceptibility with increasing field is the main conclusion of our experiment. What does it imply in terms of the existing microscopic theories of liquid ^3He ? At zero field, it is customary to oppose two types description of liquid ^3He [2]. The paramagnons theory [13] emphasizes the role of spin fluctuations, which are favoured by the large susceptibility – as compared to an ideal Fermi gas of ^3He atoms of same density. At zero temperature, its predictions reduce to that of a simple Stoner theory, where the repulsive hard core interactions are accounted for in a mean field approach. As shown in Fig. 3, our experimental results lie close to this simple Stoner prediction. Deviation at low field is due to the finite temperature. Whether the difference between the two curves at higher fields is still due to the effect of finite temperature or not remains an open question, since the paramagnons approach, unlike the Stoner model, is a small m expansion which is not valid above ~ 50 T.

A different approach of liquid ^3He is to look at it as “nearly solid” or “nearly localized”. This approach, which should account for short distances correlations, has been developed in detail Vollhardt [14], who describes liquid ^3He in terms of a lattice Hubbard model at half filling. Use of the Gutzwiller approximation then leads to the prediction of a metamagnetic behaviour. A similar behaviour was also predicted by other authors, using a Landau theory with polarization-dependent Landau parameters determined from experiments and theoretical calculations. Our results clearly rule out such behaviour [7]. This does not mean that the appealing “nearly localized” picture is in itself wrong, as a recent more elaborate treatment [15] following this approach predicts behaviour qualitatively similar to our observations. Improved theoretical predictions for large m are necessary in order to ascertain the pertinence of one picture of ^3He or the other. We hope that our results will motivate such progresses. On the other hand, high precision measurements for $m < 15\%$, where perturbative calculations should be valid, would be of greater interest. This led us to develop an experiment able to measure the ^3He magnetization at low temperature and in strong static fields (< 30 T).

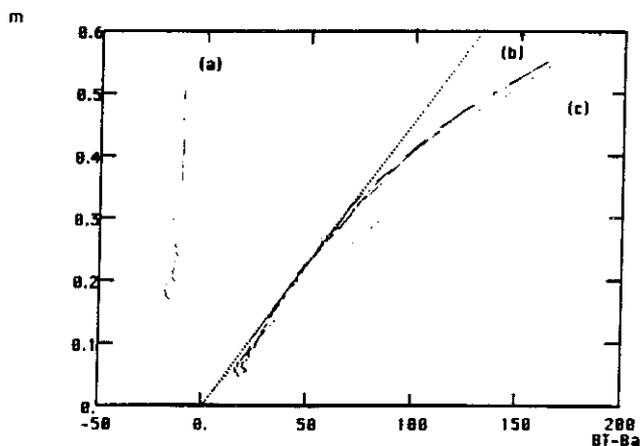


Fig. 3. Magnetization curves for (a) solid and (b) liquid ^3He , measured from the temperature changes associated with the spin relaxation. Plotted is the excess polarization with respect to equilibrium as a function of $(B_T - B_s) = -\dot{Q}/\dot{m}$ (see text). For the solid, $B_T = 0$ and one expects $-\dot{Q}/\dot{m} = -B_s = -11$ T (vertical straight line). For the liquid, the initial slope is consistent with the expected value (dotted line) and the observed downwards curvature (at ~ 80 mK and 26 bars) is close to the Stoner prediction (c) for $T = 0$ K.

5. Measurements in static fields

Due to the long magnetic relaxation time of ^3He , usual a.c. measurements are not possible. We therefore measure directly the magnetization through the force exerted on a cell containing ^3He in a magnetic field gradient. Unlike the previously used Gouy technique [16], this allows us to study ^3He under pressure. We use the intrinsic gradient of the applied field, by working off the field centre of the magnet. The cell geometry, shown in Fig. 4, is designed to minimize the background contribution due to the cell itself. The cell consists of a plastic (Araldite) wheel, glued onto a thin stressed torsion wire (70 μm diameter Tungsten) and immersed in liquid ^3He . Two holes of equal volume are drilled in the wheel. One is closed and empty. The other is open to the ^3He bath. The symmetrical design is such that the background contribution ideally vanishes, the wheel rotating only due to the magnetic force exerted on the ^3He inside the hole. Two capacitance electrodes are fixed on the wheel face to fixed electrodes, allowing detection of the rotation using a ratio technique. In practice, the wheel is kept to its zero field position by passing a feedback current into a one turn coil wound on the wheel.

Liquid ^3He is cooled to 50 mK by silver sinters connected to a dilution refrigerator. This refrigerator can be inserted into the room temperature bore of the resistive or hybrid magnets of the high magnetic field laboratories at Grenoble and Nijmegen, giving fields up to 25–30 T. Use of resistive fields allows fast sweeping of the field, which turns out to be useful to discriminate the paramagnetism of liquid ^3He . The noise, determined by the vibrations of the resistive magnet, is typically 0.01% r.m.s. in terms of ^3He polarization, or 4 $\mu\text{A m}^2$.

Figure 5 shows the slow paramagnetic relaxation of ^3He following rapid changes of the external field at 80 mK and 0 Bar. The field steps are from 0 to 5, 5 to 10, 10 to 15, 15 to 20 T. The shape of the relaxation curves depends on the field step, because the relaxation at the walls decreases with increasing field. For our case of constant rate sweeps, the

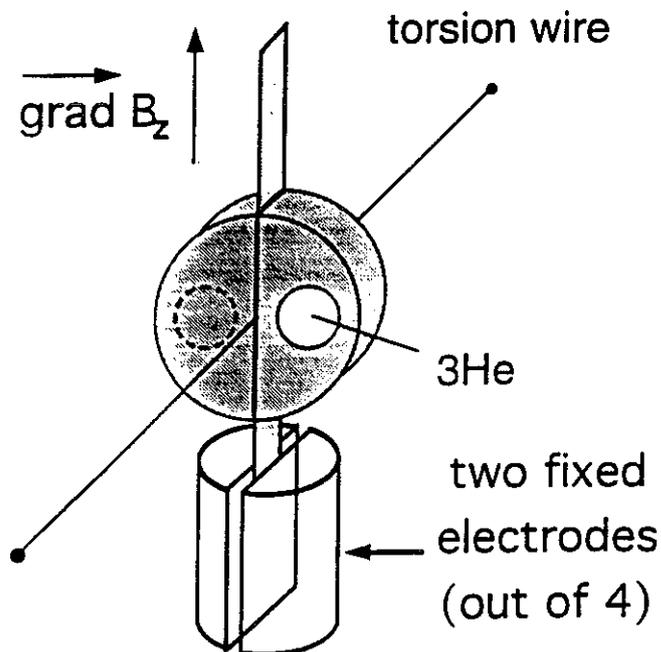


Fig. 4. Experimental cell for measuring the magnetization from the force exerted by a field gradient.

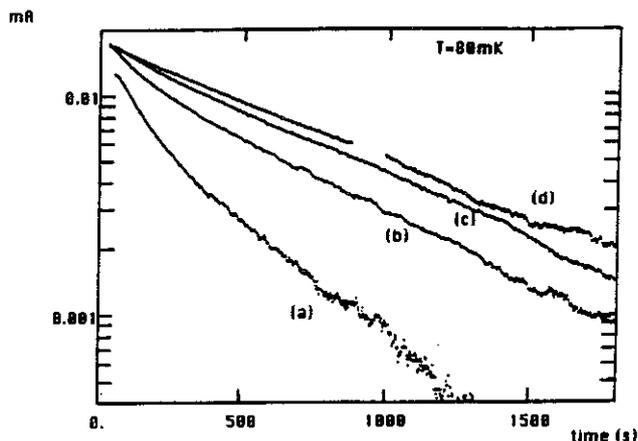


Fig. 5. Relaxation of the ^3He nuclear polarization following field steps at 80 mK. The steps are 30 s long: (a) 0 to 5 T; (b) 5 to 10 T; (c) 10 to 15 T; (d) 15 to 20 T. The vertical scale is the excess feedback current, in mA, with respect to its equilibrium (i.e. long time) value and is proportional to the magnetization changes ($10 \mu\text{A} \sim 1\%$ polarization).

change ΔM of nuclear magnetization between the initial and final fields is obtained by extrapolating the decay at half sweep (zero time in the figure). Within our present accuracy ($\pm 5\%$), the extrapolated ΔM , and hence the susceptibility, does not depend on field up to 20 T. This is not yet enough to discriminate the theories, but we expect that several modifications will improve the reproducibility and allow precise comparison of the experiment to the theories, at the high pressures of interest.

6. Conclusion

Our work has already provided essential information on the magnetism of liquid ^3He at low temperature and high pressure. Still, more can be learned using the promising techniques we have developed. In particular, we plan to vary the final pressure in the rapid melting experiment, allowing us to see how the magnetism of liquid ^3He is sensitive to the strength of interactions. Beyond this study of the magnetism, we believe that our technique of melting in a metallic sinter can be extended to measure other properties of polarised fluid ^3He , such as its specific heat or its viscosity, at temperatures and polarizations not yet achieved simultaneously before.

References

- Owers-Bradley, J. R., Main, P. C., Church, R. J., Hampson, T. M. M., McHale, G. and Bowley, R. M., *J. Low Temp. Phys.* **77**, 327 (1989); Candela, D., Wei, L. J., McAllister, D. R. and Mullin, W. J., *Phys. Rev. Lett.* **67**, 330 (1991).
- Castaing, B. and Nozières, P., *J. Phys. (Paris)* **40**, 527 (1979).
- Tastevin, G., Nacher, P. J., Wiesenfeld, L., Leduc, M. and Laloë, F., *J. Phys. (Paris)* **49**, 1 (1988).
- Kranenburg, C. C., Wieggers, S. A. J., Roobol, L. P., van der Haar, P. G., Jochemsen, R. and Frossati, G., *Phys. Rev. Lett.* **61**, 1372 (1988).
- Nacher, P. J., Shinkoda, I., Schlegel, P. and Hardy, W. N., *Phys. Rev. Lett.* **67**, 839 (1991).
- Vermeulen, G., submitted to *J. Low Temp. Phys.*
- Bravin, M., Wieggers, S. A. J., Wolf, P. E. and Puech, L., *J. Low Temp. Phys.* **88**, 37 (1992).
- Bonfait, G., Puech, L., Halperin, W. P. and Castaing, B., *Europhys. Lett.* **3**, 489 (1987).

9. Wieggers, S. A. J., Wolf, P. E. and Puech, L., *Physica* **B165**, 139 (1990).
10. Bravin, M., Wieggers, S. A. J., Wolf, P. E. and Peuch, L., *J. Low Temp. Phys.* **88**, 723 (1992).
11. Wieggers, S. A. J., Wolf, P. E. and Puech, L., *Physical Review Letters* **66**, 2895 (1991).
12. Ramm, H., Pedroni, P., Thomson, J. R. and Meyer, H., *JLTP* **2**, 539 (1970).
13. Beal-Monod, M. T. and Daniel, E., *Phys. Rev.* **B27**, 4467 (1983).
14. Vollhardt, D., *Rev. Mod. Phys.* **56**, 99 (1984).
15. Georges, A. and Krauth, W., LPTENS preprint 92/24, submitted to *Phys. Rev. B*.
16. Meservey, R., Brooks, J. S. and Zimmerman, G. O., *LT17 Proceedings* (North Holland), 1218 (1984).

Measurements of the nuclear magnetism of liquid ^3He up to 25 Tesla using a torque magnetometer.

M. Bravin^a, G. Remenyi^a, S.A.J. Wiegers^b, L. Puech^a and P.E. Wolf^a,

^a Centre de Recherches sur les Très Basses Températures, BP166, 38042 Grenoble, France

^b High Field Magnet Laboratory, University of Nijmegen, NL-6525ED Nijmegen, The Netherlands

Precision measurements of the magnetisation curve of liquid ^3He provide a way to test the various microscopic theories of this Fermi liquid. In this aim, we have developed a magnetometer, which measures a torque due to a ^3He sample in a magnetic field gradient. We used this device in resistive and hybrid magnets at Grenoble and Nijmegen up to fields of 25T and at temperatures down to 50 mK. We present preliminary results on the field and temperature dependence of the magnetisation

1. INTRODUCTION

Determining the field dependence of the susceptibility χ of degenerate liquid ^3He offers a way to test the different theoretical models of this Fermi liquid [1-2]. We have recently shown that, in the range of nuclear polarisation $m \sim 20-60\%$, corresponding to fields of 50-200T, χ was decreasing with increasing field [3], in qualitative agreement with a simple Stoner picture. Quantitative comparison to the more elaborate paramagnon model [1] was not possible, since its predictions are limited to smaller polarisation. This led us to develop susceptibility measurements in the strongest static magnetic fields available, for which the polarisation can reach 10%. This is both small enough for small m expansions to be valid and (hopefully) large enough to obtain measurable deviation from the zero field χ . Due to the long magnetic relaxation time of ^3He , usual a.c. techniques are not possible. We therefore measure the magnetisation as function of field through the force exerted on a ^3He sample by a magnetic field gradient. We here present our set-up and preliminary results obtained at the High Magnetic Fields Laboratories of Grenoble and Nijmegen.

2. THE TORQUE MAGNETOMETER

Our magnetometer consists in a plastic (Araldite) wheel, glued on a thin stressed torsion wire (70 μm diameter Tungsten) and immersed in liquid ^3He . Two holes of equal volume are drilled in the wheel. One is closed and empty. The other is open to the ^3He bath, which is cooled to 50 mK by silver sinters connected to a dilution refrigerator. This refrigerator can be inserted into the room temperature bore of the magnet, giving fields up to 25-30T. The vertical position of the cryostat is such that the wheel is several cm

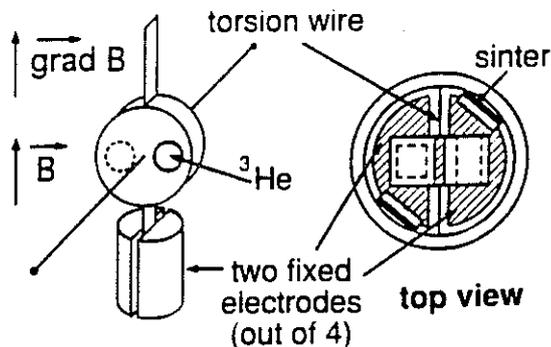


Fig.1: Experimental cell for measuring the magnetisation from the force exerted by the field gradient.

away from the field centre, which provides the magnetic field gradient (typically $dB/dz \sim 5 \text{ m}^{-1} \text{ B}$, to the expense of a $\sim 20\%$ loss in magnetic field). For an ideally symmetrical design, the net torque on the cell is only due to the magnetic force on the ^3He inside the hole. Detection of the rotation of the wheel using a capacitive technique then allows to measure the ^3He magnetisation. Other advantages of this design are a low sensitivity to the vibrations generated by the cooling water flowing in the resistive magnet, and the possibility to study pressurised ^3He (in contrast to ref.4). In practice, we find a large background contribution (1 to 10 times the helium signal), which can be only partly explained by some small asymmetries in the wheel. Concerning the resolution, the presently achieved noise is limited by the mechanical vibrations and typically corresponds to several pA.m^2 or $10^{-2} \%$ in terms of nuclear polarisation, that is 10^{-3} of the polarisation in 25T.

3. RESULTS

Due to the present large background signal, the determination of the ^3He susceptibility (electronic plus nuclear) by subtracting from the total signal the contribution of the empty cell is not precise. We avoid this problem by performing fast sweeps of the field and measuring the following relaxation of the nuclear ^3He magnetisation, as shown in Fig 2. A drawback is that some part of the nuclear magnetisation change ΔM between the initial and final fields occurs during the sweep and has to be determined by extrapolation. By comparing the time constant of our long time decay (ranging from 250 to 700 s, according to pressure, field and temperature) to the bulk T_1 (T), we estimated the importance of surface relaxation in our cell. As expected, it increases with decreasing field or temperature. However, it remains slow enough for the dominant relaxation modes to be slower than the sweep rate. In this case, extrapolation of

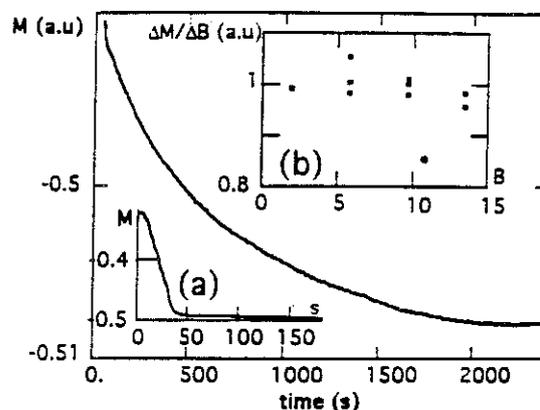


Fig.2 : Relaxation of the ^3He nuclear polarisation following a 30 sec long field step from 10 to 15 T, at 80 mK and 0.5 Bar. Inset (a) shows the signal during the sweep, dominated by the background contribution: Inset (b): results for the susceptibility χ (B) at 80 (squares) and 200 mK (circle).

the decay at half sweep yields ΔM . Our results for ΔM vs the average field are plotted in Fig. 2b. Within our present dispersion, the susceptibility does not depend on field up to 15T, while the temperature dependence is clearly seen and is consistent with measurements of ref [5]. Our dispersion is not yet good enough to discriminate the theories, but we expect future progresses will allow precise comparison of the experiment to the theories, at the high pressures of interest.

REFERENCES

1. M.T. Beal-Monod, E. Daniel, Phys.Rev.B, 27, 4467 (1983)
2. D.Vollhardt, Rev.Mod.Phys., 56, 99 (1984)
3. M. Bravin, S.A.J. Wieggers, P.E. Wolf and L. Puech, J. Low Temp. Phys. 88, 37 (1992), S.A.J. Wieggers, P.E.Wolf and L. Puech, Physical Review Letters 66, 2895, (1991)
4. R. Meservey, J.S. Brooks and G.O. Zimmerman, LT17 Proceedings (North Holland),1218 (1984)
5. H. Ramm, P. Pedroni, J.R. Thomson and H.Meyer, J.L.T.P., 2, 539 (1970)

THERMODYNAMIC MEASUREMENT OF THE MAGNETIZATION CURVE OF LIQUID ^3He UP TO 200 TESLAS.

M. Bravin(a), S.A.J. Wiegers (a,b), L. Puech(a) and P.E. Wolf (a)

(a) Centre de recherches sur les très basses températures, BP166
38042 Grenoble CEDEX, France

(b) Magnet Lab., University of Nijmegen, N.L.-6525 E.D. Nijmegen,
Netherlands.

The study of spin polarised liquid ^3He provides new insight in the physics of Fermi liquids. The rapid melting technique offers a way to obtain transiently strongly polarised liquid ^3He . We have improved this technique by melting the solid in a silver sinter. This opens the way to experiments on highly polarised liquid (up to 70%) at low temperatures (<100mK). The use of this sinter results in a good thermal homogeneity of the sample. We applied our technique to measure the magnetisation curve up to fields as large as 200T, providing essential information on the magnetism of this Fermi liquid. Other possible experiments are briefly discussed.

PACS number(s) : 67, 5.70Ln, 75.

Keywords : liquid ^3He , spin-polarized quantum system, correlated fermions, squid magnetometer, strong magnetic field, magnetism.

Running title : magnetism of liquid ^3He up to 200 teslas

Contact Adress : P.E. Wolf
CRTBT-CNRS
BP166
38042 Grenoble CEDEX, France

Fax : (33) 76875060

I INTRODUCTION

Normal ^3He has long been recognized as a model system of correlated fermions and extensively studied as such. Still more can be learned about this system by polarizing its nuclear spins [1,2]. This enhances the importance of the Pauli principle and modifies the effective weight of hard core interactions between ^3He atoms, due to increased "statistical" repulsion. Measuring the induced modifications of the thermodynamic and transport properties appears as a privileged tool to better understand ^3He . Furthermore, polarisation gives rise to new effects in the spin dynamics, also discussed at this conference [3].

The question we address here is the following : how does ^3He polarize when a magnetic field is applied? More specifically, what is the curvature of the magnetisation curve? This question is a fundamental one, since it turns out that it is a sensitive test of the different microscopic theories of ^3He [1]. However, answering it proves to be a difficult experimental challenge. Pure ^3He is very difficult to polarize, due to the quantum degeneracy. The so-called effective Fermi temperature T_F^{**} (defined such that the low field susceptibility $\chi = 3C/2T_F^{**}$, where C is the Curie constant of ^3He), while much reduced compared to the ideal gas value due to interactions, is of order of 250 mK, close to the melting pressure (where the interactions are the strongest). Since the nuclear moment of ^3He is $\mu_N \sim 0.78$ mK/Tesla, the maximum equilibrium polarisation m achievable is 12%, corresponding to a static field of 30T. It is worthwhile to note that the polarisation of a saturated dilute mixture will be of the same order of magnitude, because the decrease in the bare Fermi temperature, caused by the lower density, is balanced by a reduction in the interactions. Only very dilute mixtures (10^{-3} in concentration or less) can be strongly polarized in static laboratory fields ($\sim 10\text{T}$), at a low temperature (< 10 mK). Polarizing pure ^3He (and saturated mixture as well) requires out-of-equilibrium methods. These methods are made possible by the length of the magnetic relaxation time T_1 in bulk ^3He . According to temperature and surface to volume ratio of the cell, T_1 may range from 10 to 1000 s or more. This is much longer than all other microscopic times scales in the system and allows us to study magnetic equilibrium properties in transient experiments. Two methods have been proposed and used to build the initial overpolarization: condensation of ^3He gas polarised at room temperature by optical pumping [4] and melting- by decompression- of (nearly) paramagnetic solid ^3He , polarized at very low temperature in a large magnetic field [1]. These methods are respectively well-suited for studying spin polarised ^3He at saturated vapor

pressure and finite pressures. The large values of T_1 also allow to "distil" one spin species from a dilute mixture of both spin species to pure ^3He in a closed cycle scheme [5]. Using such a method, fairly high ($m \sim 14\%$) permanent polarizations of the concentrated ^3He have been recently obtained [6] at very low temperature (15 mK).

Our own experiment uses the rapid melting method to produce strongly polarized ^3He (up to 70% at the earliest times). In order to measure the magnetisation curve in the degenerate Fermi regime, we have to solve two problems. First, the polarized liquid obtained by the rapid melting technique is warm (> 300 mK), due to the irreversibility of the melting process [7,8]. We therefore have to cool this liquid back into the degenerate regime in a time much smaller than T_1 , in order to obtain cold and polarized ^3He . We will see in section II how this problem can be solved by working inside a silver sinter. Secondly, because we are dealing with a transient situation, the equilibrium field $B(m)$, associated with the decaying polarization m , differs from the applied field B_a and cannot be measured by any usual field probe. Instead, we will show in part III how B can be measured from the properties of the ^3He itself, through the heat released by the relaxation process. Using this method, we have been able to measure $m(B)$ at about 80 mK and 26 bars, up to 200 T. Our results will be presented and discussed in terms of the various theoretical models in part IV. Finally, we shall discuss the prospects of our improved rapid melting technique. As an example, measurements of the polarisation dependence of the specific heat will be presented.

II. Cooling spin-polarized ^3He .

In order to cool rapidly the warm spin-polarized ^3He obtained after melting the solid, we use the double cell design shown in Fig1. The cell is machined out of a single piece of high purity silver. In the initial state, the lower part is filled with solid ^3He (~ 10 millimoles) at 5 mK. In our applied field of 11T, this corresponds to a polarisation of about 80%. The upper part is filled with 0.1 mole of liquid ^3He (also initially at 5 mK), which acts as a heat tank, limiting the cell temperature after the melting. Due to the large specific heat of ^3He , fast heat exchange between the two parts requires a very large contact area between the liquid and the silver body. This is achieved by sintering thin silver

powder (700 Å average grain size) into the volumes to be occupied by the liquid. The sandwich structure shown in Fig.1 compensates the low thermal conductivity of the sinter, relative to that of bulk silver. The holes diameter (2.5 mm) and their spacing minimize the thermal equilibrium time, for the given volume of unpolarized ^3He . Internal thermal equilibrium of our cell is very fast, less than 2s at 70 mK. Thanks to this short relaxation time, the spin polarized ^3He cools down to 75 mK within 3 s following the end of the melting process, which is itself 5 s long . At this time, the (absolute) polarisation is still ~ 70% and then relaxes with a 70s time constant, controlled by the relaxation on the walls of the sinter. We thus obtain strongly polarized ^3He at lower temperatures than previously reported. In order to compare our experimental conditions to those of other experiments, we plotted in Fig 2 the (m,T) conditions for our transient technique and for two other methods discussed at this conference : the brute force (i.e. equilibrium) technique used by Candela et al at 4.5 mK in a 8T field [3], and the Vermeulen et al stationary technique [5], where polarization and cooling are obtained in the same time. It is interesting that for all three experiments, $m \gg T/T_F^*$, where T_F^* is the bare Fermi temperature corrected by the effective mass. This is equivalent to $\mu_3 B / (1+F_0^a) \gg k_B T$, under which conditions the phase space for spin-flip scattering processes will be affected, giving rise to new kinetic properties[3,9].

III. Effective field and relaxational heating

The key point in the rapid melting method is that the quasi particles collision time is orders of magnitude less than T_1 . During relaxation, populations of up and down spins are thus in thermal equilibrium, each with their own chemical potential. At any time, the physical state is the thermodynamic equilibrium one, under the constraint that the magnetisation is fixed. In particular, the internal energy of ^3He is given by its instantaneous equilibrium value $U(M,S)$, as the magnetisation M decays (S is the entropy). We can then access the equilibrium field $B(M)$ using the thermodynamic relation $B = \partial U / \partial M | S$. More specifically, in an adiabatic situation, the energy change is equal to the work of the applied field B_a so that the dissipated power $T \dot{S}$ is given by

$$T \dot{S} + B \dot{M} = B_a \dot{M}$$

We stress that this relation, although derived in an homogeneous situation, also holds in our case where the spins diffuse to relax on the sinter walls [8]. A large fraction of the heat released appears as an increase in the temperature of the cell. Part of it is however absorbed by the entropy change due to the decay of magnetisation, so that

$$C(m,T) \dot{T} + T \partial S / \partial M \dot{M} = (B - B_a) \dot{M}$$

where $C(m,T)$ is the heat capacity of the whole cell. Using a Maxwell relation, we finally get

$$\dot{Q} = C(m,T) \dot{T} = (B_a - B_T) \dot{M}$$

THUS, the physical quantity measured from the simultaneous temperature increase and magnetisation decay is $B_T = B - T \partial B / \partial T |_M$. In the degenerate regime, $B(T,M) \sim B(0,M) (1 + \alpha T^2)$ and $B_T \sim B$ at low enough temperature.

Three constraints have to be satisfied in order to go from theory to practice. (i) the cell must be thermally decoupled from the cold source before melting the solid. (ii) the internal time constant of the cell should be very short compared to T_1 , so as to ensure that the cell temperature is uniform and can be measured from a carbon thermometer glued onto the cell. (iii) the specific heat $C(m,T)$ has to be determined. Our cell design meets these three requirements because (i) thermal decoupling of the cell is achieved by a efficient heat switch, which uses a volume of ^3He liquid to provide the thermal link between the top of the cell and a sinter, which is itself connected to the mixing chamber of our cryostat. The level of the ^3He can be dropped below that of this sinter using a bellows (see Fig. 1). The remaining heat leak through the Kapton walls which connect the cell (at 90 mK) to the sinter (at 5 mK) is 10 nW, i.e. 10^{-4} to 10^{-2} times the heat released by the relaxation in the sample. (ii) the internal thermal relaxation time is less than 2s at 70 mK, as discussed in II) and (iii) thanks to the large heat tank, the total specific heat in the polarized state is less than 2% different from the unpolarized specific heat (see V), which can be accurately measured by calorimetric experiments at magnetic equilibrium. The magnetisation itself is measured using a gradiometer connected to the input of a rf squid located far from the field [10]. The two pick-up coils are wound on a plastic mandrel concentric to the lower part of the cell. This mandrel is attached to the top part of the switch, allowing good rigidity relative to the cell, without any direct mechanical or thermal contact. This avoids any spurious signals from the fast temperature and pressure changes associated from the melting

process. The sensitivity of the set-up was calibrated by measuring the magnetisation of a solid ^3He sample as function of temperature and checked by using calibration coils wound on the pick-up mandrel. The estimated error on our magnetisation scale is at most 10%.

IV. Results

Fig. 3 shows the temperature and magnetisation signals in a typical experiment. The squid signal soon after melting shows a fast decay of polarisation due to the flow of polarized atoms out of the cell (because of the density change on melting), and a sharp rise of the cell temperature. This allows to determine the duration of the melting process as about 5s. Once the melting is completed, we observe a nearly exponential temperature rise and the associated decay of magnetisation due to the relaxation process, with $T_1 \sim 70$ s.

Two parasitic heat sources must be corrected for in order to deduce from Fig.3 the heat released by the spin relaxation. The first one is due to the nuclear spins of the silver cell. Once the cell is at 75 mK, they have to lose their initial polarisation ($\sim 10\%$ at 5 mK). This process absorbs energy with a time constant of ~ 140 s at 75 mK, reducing the heating rate of the cell. It also gives a magnetisation signal on the squid. Both corrections, of order 10%, can be independently measured [11] by measuring the temperature and magnetisation changes of the cell filled with liquid at equilibrium polarisation ($\sim 4\%$), following a heat pulse heating the cell from 5 mK to 75 mK. The second heat source is due to the warm ^3He ($\sim 0.3\text{K}$) which flew out from the cell into the filling line during the melting process. An evaluation of this contribution can be independently measured by melting the solid in zero external field. It amounts to about 10% of the total heating rate [11].

Fig. 4 shows the relation $M(B)$ as deduced from the (corrected) data of Fig. 2 and two similar sets of experiments, i.e. at a temperature between 75 mK (short times, high m) and 95 mK (long times, low m) and a pressure of 26 Bar. The resulting curves all display the same behaviour. Using the experimental low field susceptibility [12], we predict $B_T(m, 90 \text{ mK}) = 0.83 B(m, 0) \sim 0.69 B(m, 90 \text{ mK})$ at low magnetisation. The good agreement between our result and this prediction, shown by the straight line, is a sensitive test of our method, at least within the accuracy of our magnetisation scale. At large fields (corresponding to small times), we observe a systematic deviation from the linear behaviour. This deviation is not due to initial large thermal gradients between the two

sides of the cell, which would cause an error in the measurements of \dot{Q} . The effect of such gradients can be estimated from measurements at zero field, for which the initial irreversible heating due to the melting process is similar. As shown by Fig.5, the error induced by these gradients decays very fast (the slow decay at long times is due to the warm ${}^3\text{He}$ in the capillaries) and is certainly less than 5 % of the relaxational \dot{Q} 15s after the decompression, i.e. for all points shown in Fig.4. The important downwards curvature of $M(B)$ is thus a real effect and is the main conclusion of our study. This result contradicts a former analysis of the experimental polarisation dependence of the melting pressure which suggested an increase of the susceptibility with increasing polarisation (the so-called metamagnetic behaviour) [13].

From the theoretical point of view, our result contradicts several theories which predict a metamagnetic behaviour for ${}^3\text{He}$. This is the case of the phenomenological model of Bedell and Sanchez-Castro [14], which uses polarisation dependant Landau parameters determined from experimental measurements and several assumptions. This is also true of the famous "nearly localized" model of Vollhardt [15], in which the properties of liquid ${}^3\text{He}$ are ascribed to the proximity of a Mott localisation transition, induced by the interactions, and calculated within a Gutzwiller approximation in the framework of a Hubbard model with a one-half filled band. In doing this comparison, one may be concerned by the role of the finite temperature in our experiment as the metamagnetic feature in both theories is predicted strongest at zero temperature. Due to the very fact that we are measuring $B_T = B + T \partial S / \partial M$ rather than B , the finite temperature would actually enhance the metamagnetic tendency. This is illustrated in Fig. 6 for the Bedell and Sanchez-Castro model. More generally, since, at enough low temperature, $B_T(m, T) = B(m, 0) + T^2/2 \partial(S/T)/\partial M$, a finite temperature sharpens any metamagnetic inflexion present in $B(m, 0)$ - while it will smoothen the inflexion in $B(m, T) = B(m, 0) - T^2/2 \partial(S/T)/\partial M$ - provided that the entropy is maximal at the metamagnetic transition.

In contrast, a simple Stoner treatment of the short range repulsion between antiparallel spins accounts for the observed decrease of χ with polarisation, as shown in Fig.6. Quantitative comparison must however allow for the finite temperature of the experiment. As pointed out by Beal-Monod and Daniel [16], the simple Stoner approach, in contrast with the paramagnons model [17], is not able to account for the fast decrease of the zero field susceptibility as the temperature increases. It would be interesting to see whether the dependence

of the finite-temperature susceptibility on polarization also favours the paramagnons model with respect to the Stoner model. Unfortunately, such a test is not possible as yet, as the validity of the paramagnons prediction [17] is restricted to $m < 30\%$, due to an expansion in powers of m . Within this range, our experimental uncertainty is too large to discriminate between paramagnons and Stoner models [16].

Finally, recent studies [18] of the half-filled Hubbard model in infinite dimensions, but without using the Gutzwiller approximation, do not show any metamagnetic behaviour. This suggests that the downwards curvature of $M(B)$ could be described at least qualitatively by a localized picture of liquid ^3He . Discrimination of theories then requires quantitative comparison to experiment. While waiting for theoretical developments, we plan to extend our range of experimental data to other pressures (i.e. interactions) and to lower temperatures (which makes easier the comparison to theories). We currently try to complement our data by precision equilibrium measurements at low polarisation, thus allowing direct comparison to the paramagnons model [19].

V. Conclusions and prospects

Other measurements on spin-polarized ^3He are feasible using our rapid melting technique. Thanks to the silver sinter, the temperature homogeneity is much better than could be achieved using bulk ^3He . This is a decisive advantage for studying physical quantities which depend both on polarisation and temperature, e. g. the viscosity. The short thermal time constant also allows specific heat measurements to be performed. Fig. 7 shows an example of such a measurement, where four 0.97 mJ heat pulses are successively applied to the relaxing ^3He . From these data, we find an upper bound of 2% to the change in the total specific heat of the cell when the polarisation changes from 60% to 4% at $T \sim 80$ mK. This sets a bound of $\pm 20\%$ on the corresponding change in the specific heat of the spin-polarized ^3He alone. Using a smaller heat tank, the precision of these measurements should improve, yielding new information on the polarisation dependence of the specific heat. Such results will complement our results on the magnetisation curve of ^3He to provide new constraints on the theory of liquid ^3He .

References

- (1) B. Castaing and P. Nozières , J. Phys. (Paris), 40, 257 (1979)
- (2) C. Lhuillier and F. Laloë , J. Phys. (Paris), 40, 239 (1979)
- (3) See the papers by Candela et al, Owers-Bradley et al, Musaelian and Meyerovitch, Nelson and Mullin at this conference
- (4) See the paper by G. Tastevin at this conference, and references therein.
- (5) P.J. Nacher, I.Shinkoda , P. Schleger , and W.N. Hardy , Phys. Rev. Lett., 67, 839 (1991) : G. Vermeulen , to appear in JLTP
- (6) G. Vermeulen , private communication
- (7) L. Puech , G. Bonfait , G. Castaing , C. Paulsen , J.J. Prejean and P.E. Wolf , Proceedings of the third conference on Spin Polarized Quantum Systems, Turin1988, ed. Stringari-ISI, World Scientific (1989)
- (8) M.Bravin, S.A.J. Wieggers, P.E. Wolf and L. Puech , J. Low Temp. Phys 88, 37 (1992) : M.Bravin, S.A.J. Wieggers, G. Remenyi , L. Puech and P.E. Wolf , Physica Scripta, vol 48, (1993)
- (9) W.J. Mullin and J.W. Jeon , JLTP88, 433 (1992)

A.E. Meyerovich and K.A. Musaelian , Phys Rev B47, 2897 (1993)
- (10) M. Bravin , S.A.J. Wieggers , P.E. Wolf and L. Puech , J. Low Temp. Phys 88, 723 (1992)
- (11) S.A.J. Wieggers , P.E. Wolf and L. Puech., Physical Review Letters 66, 2895, (1991)
- (12) H. Ramm , P. Pedroni , J.R. Thomson and H. Meyer , J.L.T.P., 2, 539 (1970)
- (13) G. Bonfait , L. Puech , B.Castaing and D. Thoulouze , Europhys. Lett.1, 23 (1986)

(14) K.S. Bedell and C. Sanchez-Castro , Phys Rev Lett. 57,854 (1986)

C. Sanchez-Castro, K.S. Bedell and S.A.J. Wieggers.,Phys Rev B40,437 (1989)

(15) D. Vollhardt , Rev.Mod.Phys., 56, 99 (1984)

(16) M.T. Beal-Monod and E. Daniel, Phys.Rev. Lett. 68,3818 (1992) and reply.

(17) M.T. Beal-Monod and E. Daniel, Phys.Rev. B27, 4467 (1983) .

(18) A.Georges and W. Krauth , LPTENS preprint 92/24, submitted to Phys. Rev.B

(19) M.Bravin, S.A.J. Wieggers, G. Remenyi , L. Puech and P.E. Wolf, to appear in LT20 proceedings.

FIGURES

Figure 1 : The experimental set-up, showing from top to bottom the heat switch to the mixing chamber (Kapton tube plus upper silver sinter), the double cell (heat tank plus sample), the squid coils and the Nbti shield, and the bellow actuated by ^4He for closing the switch.

Figure 2 : Polarisation m and temperature T of spin polarized ^3He currently obtained by brute force (equilibrium), spin distillation (continuous) and rapid melting inside a sinter (transient).

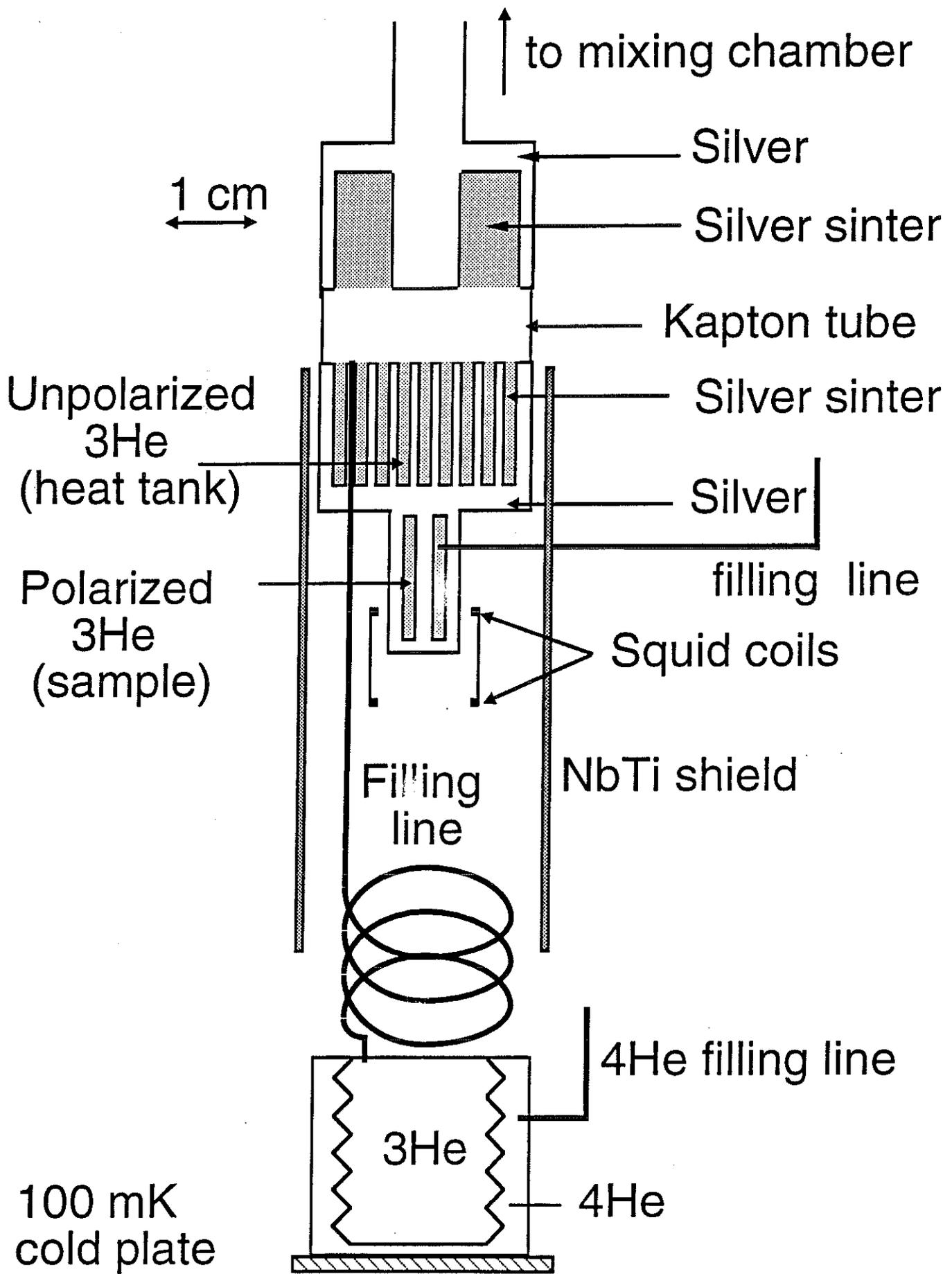
Fig.3 : Relaxation of the excess polarisation (m) and associated increase in the cell temperature (T), following the rapid melting of a 80% polarised solid ^3He . (a) is the raw magnetisation signal while (b) has been corrected for the silver spin contribution (see text). Decompression starts at time 15s. Melting is completed about 5s later, as shown by the inset.

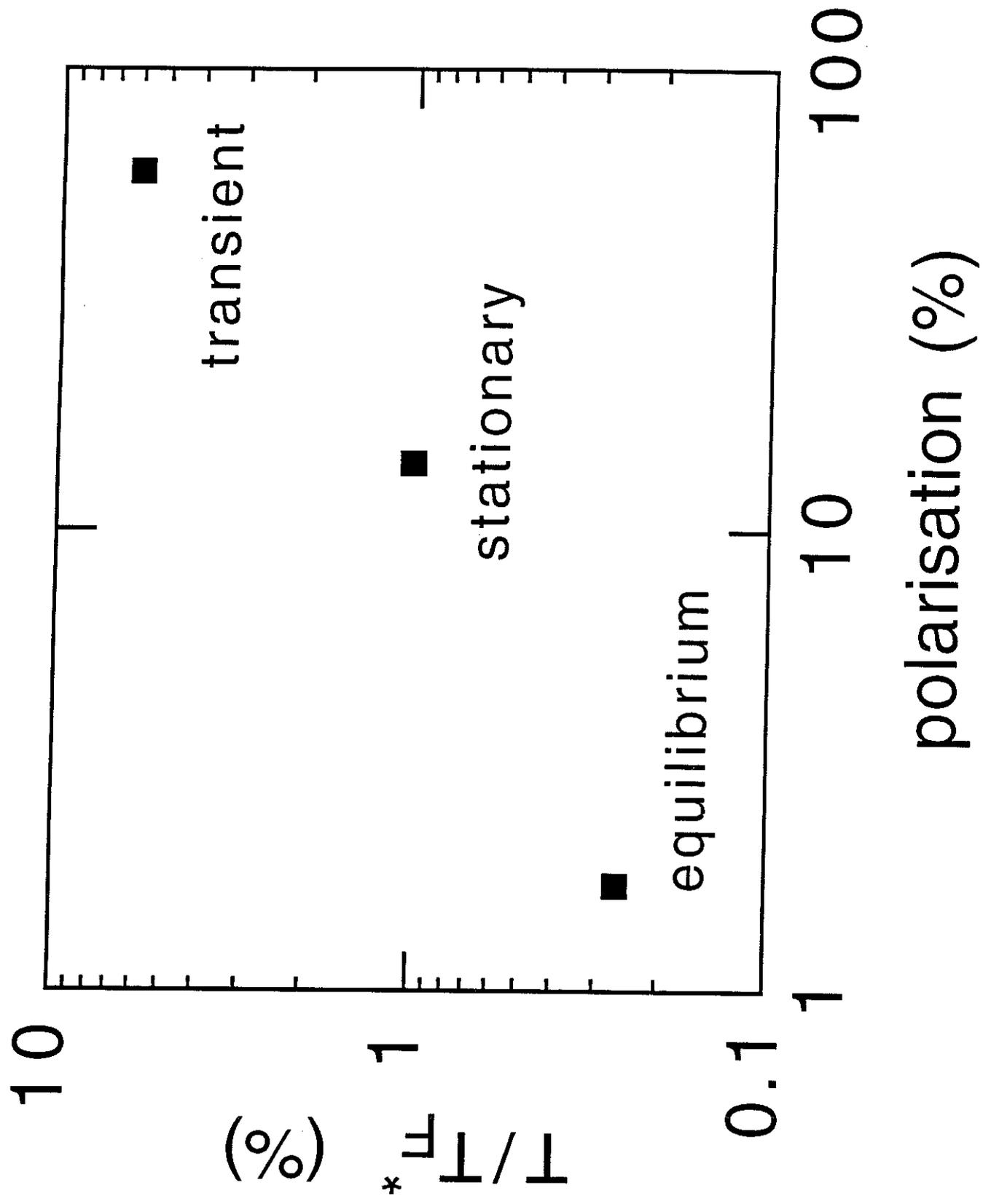
Fig 4 : Three magnetization curves for liquid ^3He , measured from the temperature changes associated with the spin relaxation. Plotted is the excess polarisation with respect to equilibrium as a function of $(B_T - B_a) = -\dot{Q}/\dot{m}$ (see text). The initial slope is consistent with the expected value (straight line).

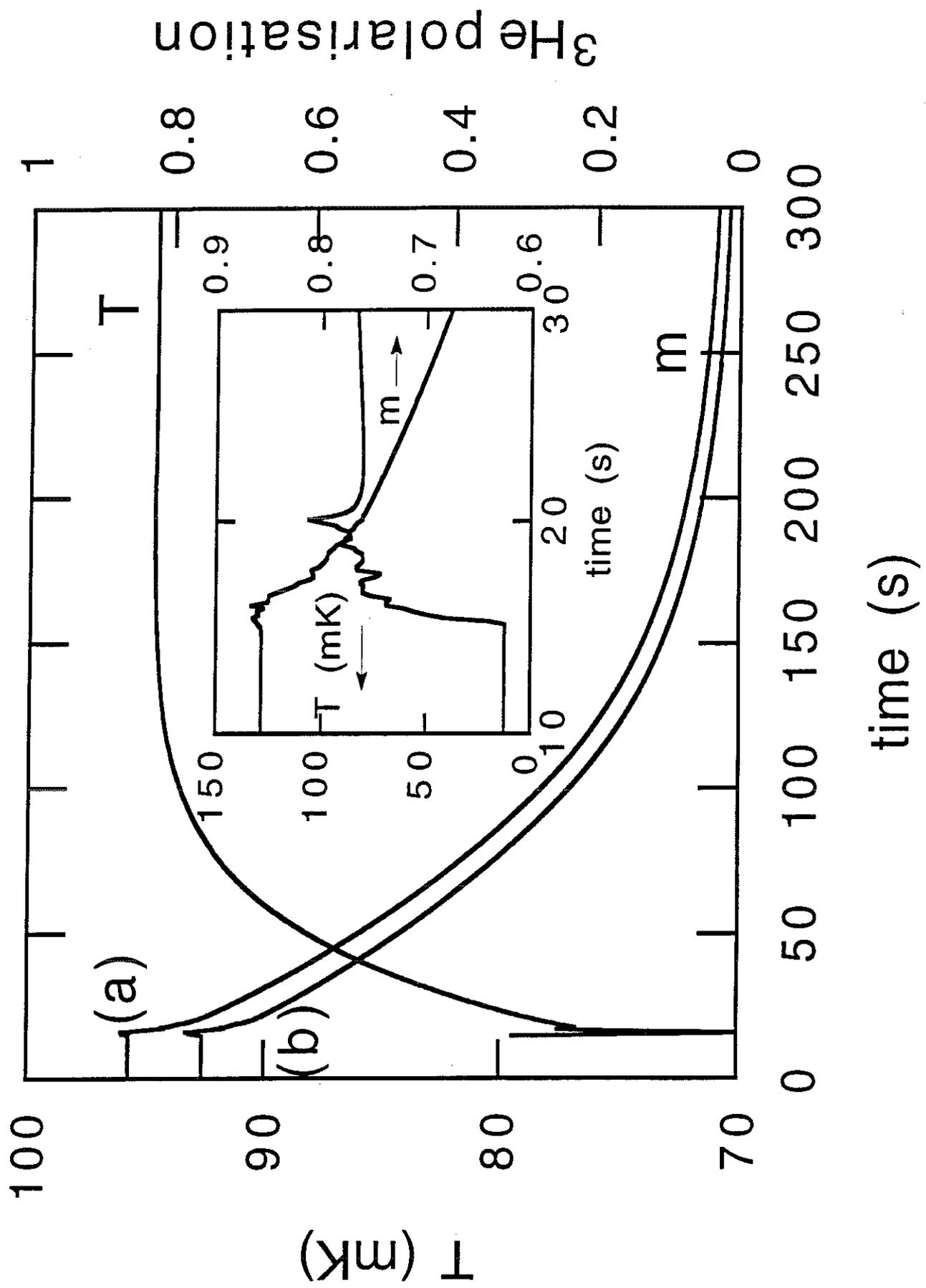
Fig.5 : Time dependance of : (a) the power (in mW) released after melting in low fields (0 and 1T), where the heat released by the ^3He relaxation is negligible, (b) the power released by the ^3He relaxation in 11T (corrected for (a) and the cooling by silver spins - see text-) and (c) the corresponding decay of excess polarisation (corrected for the silver contribution). This shows that the error induced by thermal gradients related to the fast melting is certainly less than 5% for times larger than 30 s (15 s after decompression) and cannot explain the downwards curvature shown in fig.4.

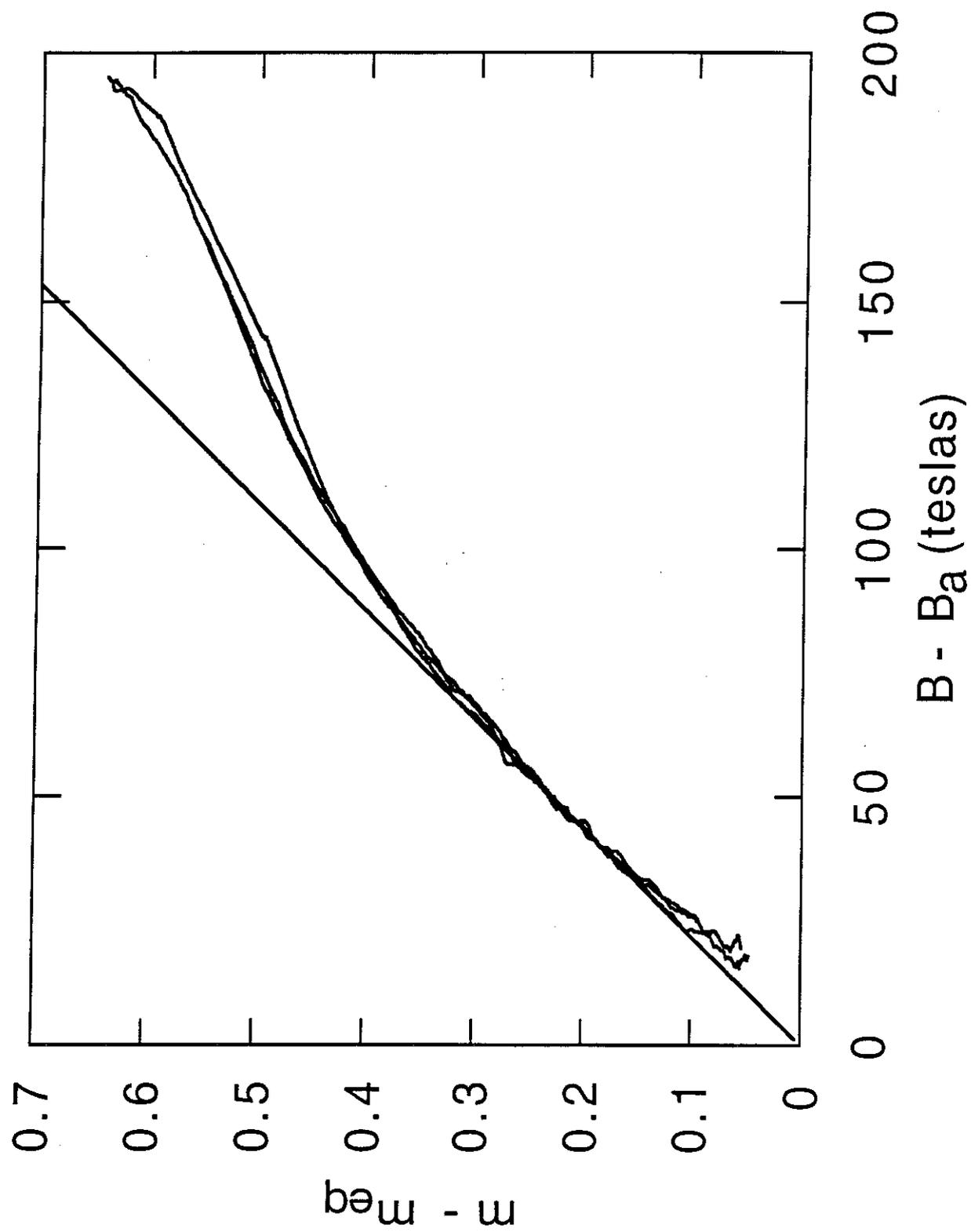
Fig.6 : Comparison of our results (a) ($T \sim 75-95$ mK, 26 bars) to the Bedell-Sanchez-Castro prediction for $T=0$ (b) and $T=90$ mK (c) and to the Stoner model ($T=0$) (d).

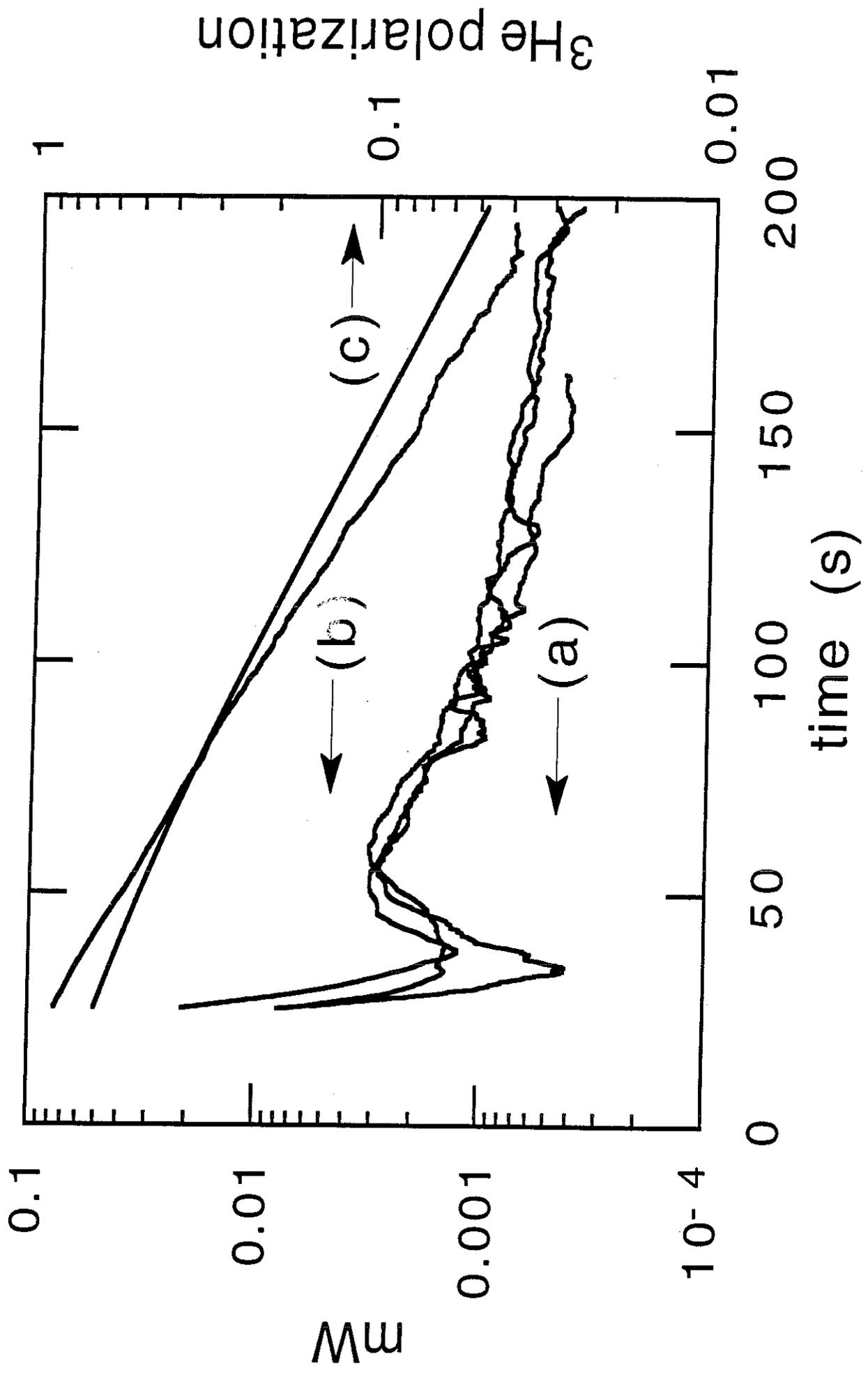
Fig.7 : A measurement of the total specific heat of the cell during the relaxation of polarisation of the sample. The temperature scale has been converted into energy scale through the equilibrium ($m \sim 4$ %) specific heat. Comparison of the measured temperature jumps to the known energy injected by each of the four heat pulses shows that the specific heat of the polarized sample changes by less than 20% for polarisation varying from 4% to 60%.

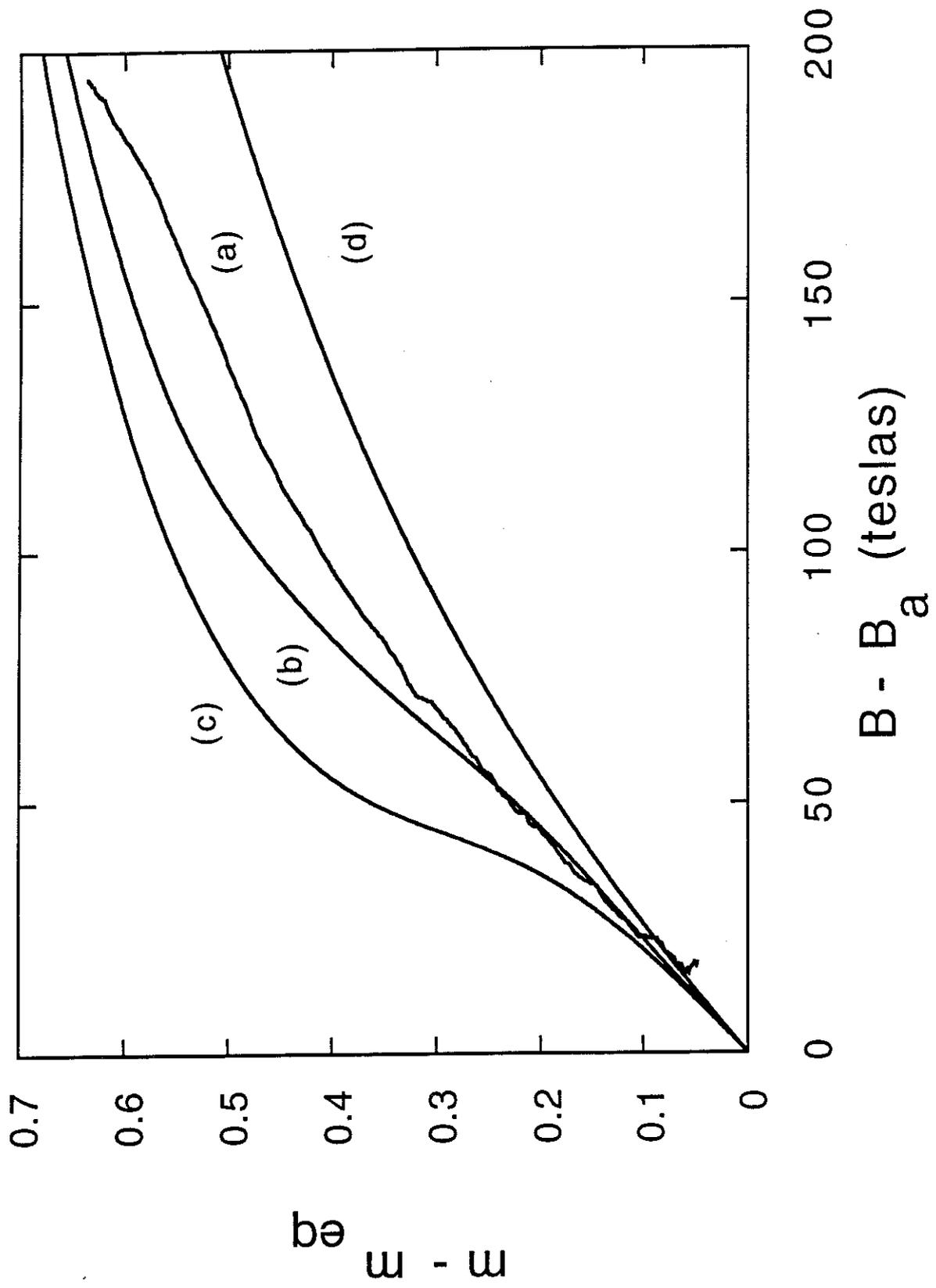


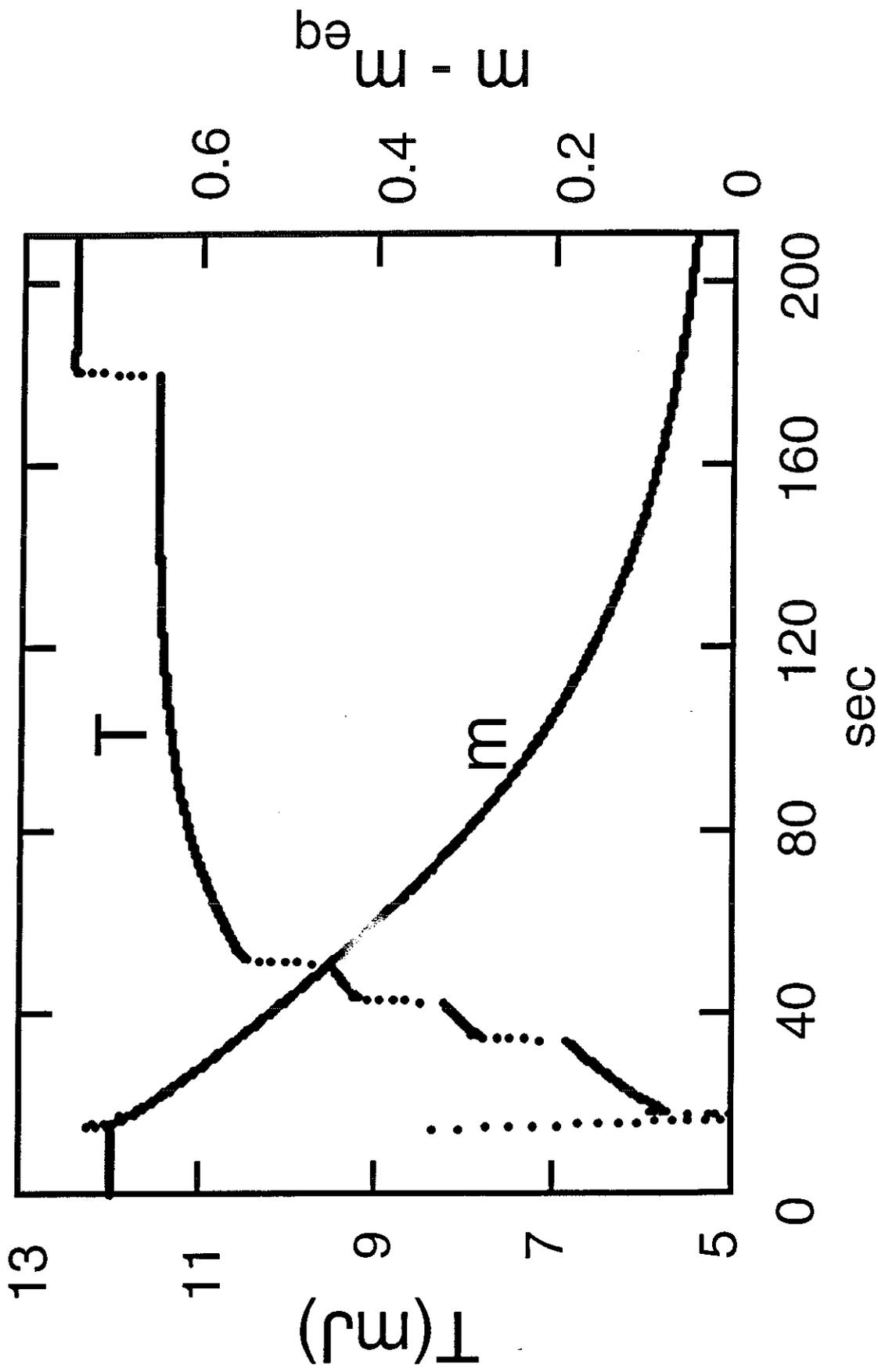














REFERENCES

- [B1] Beal-Monod M.T. & Daniel E., 1983, Phys.Rev. B **27**, 4467
- [B2] Bedell K.S., 1985, PRL **54**, 1400
- [B3] Bedell K.S. & Sanchez-Castro C., 1986, PRL **57**, 854
- [B4] Bonfait G., Puech L., Castaing B. & Thoulouze D., 1986, Europhys. Lett., **1** (10) 521
- [C1] Castaing B. & Nozières P., 1979, J. Phys. (Paris) **40**, 257
- [G1] Greywall D.S. & Busch P.A., 1987, Phys. Rev. B **36**, 13
- [K1] Kranenburg C.C.*et al.*, 1988, PRL **61**, 1372
- [L1] Landau L.D. ,1957, JETP **5**, 101
- [M1] Meservey R., Brooks J.S. & Zimmerman G.O., 1984, Proc. LT-17, North Holland,1218
- [O1] Osterman D.P. & Williamson S.J., 1983, Rev. Sci. Inst. **54**, 1380
- [P1] Puech L. *et al.*,1989, Proc. Int. Conf. on Spin-polarized Quantum Systems, ed. I.S.I. and S. Stringari (World Scientific, Singapore), 27
- [P2] Pobell, *Matter and Methods at Low Temperatures*, 1992, Springer Verlag, Berlin
- [P3] Puech, 1988, Thèse d'Etat, Université Grenoble 1
- [R1] Ramm H., Pedroni P., Thomson J.R. & Meyer H., 1970, JLTP **2**, 539
- [V1] Vollhardt D., 1984, Rev. Mod. Phys. **56**, 99
- [V2] Vollhardt D. & Wölfle P., 1981, PRL **47**, 3
- [W1] Wieggers S.A.J. *et al.*, 1989, Europhys. Lett. **10**, (5) 477
- [W2] Wieggers S.A.J., Wolf P.E. & Puech L., Physica B, 1990, **165-166**, North Holland, 139-140

