

THESE

présentée par :

James BUTTERWORTH

**POUR OBTENIR LE GRADE DE DOCTEUR
DE L'UNIVERSITE JOSEPH FOURIER-GRENOBLE I
(Arrêtés ministériels du 5 juillet 1984 et du 30 mars 1992)**

SPECIALITE : PHYSIQUE

Thermométrie et Régulation de Température à 10^{-9} K près vers 2 Kelvin

Date de soutenance : 25 mars 1997

Composition du jury :

Président : Gérard CHOUTEAU

Examineurs : Roberto CALEMCZUK

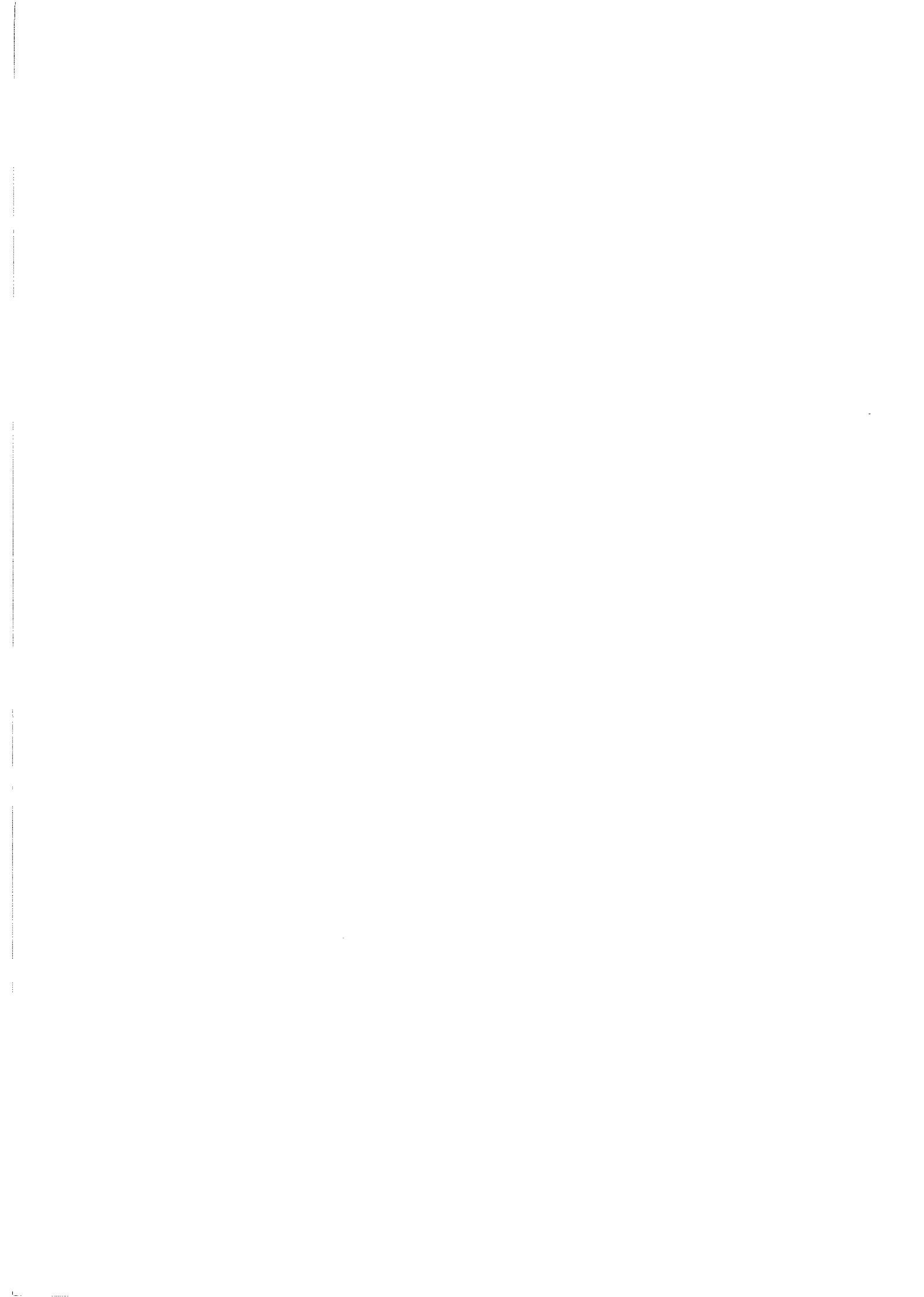
Pierre GAROCHE

Jean-Jacques PRÉJEAN

THESE PREPAREE AU SEIN DU CENTRE DE RECHERCHES SUR LES TRES BASSES TEMPERATURES

- CENTRE NATIONAL DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE -

(Laboratoire associé à l'Université Joseph Fourier - Grenoble)



Remerciements

Je tiens d'abord à remercier Pierre Monceau, directeur du Centre de Recherches sur les Très Basses Températures, ainsi que tous ce qui m'ont accueilli d'une façon exceptionnelle dans ce laboratoire.

Je suis particulièrement reconnaissant à Monsieur G. Chouteau, Professeur de l'Université Joseph Fourier, pour l'honneur qu'il me fait en présidant le jury. ainsi qu'à Messieurs P. Garoche, Directeur de Recherches au CNRS, et R. Calemczuk, Physicien CEA, pour l'intérêt qu'ils ont porté à ce travail et pour avoir accepté d'être rapporteurs de ma thèse.

Je remercie Laurent Puech et Gérard Vermeulen qui ont beaucoup contribué à la conception de ce projet.

Pour son aide dans la recherche des échantillons magnétiques, je remercie Mr J.P. Renard (IEF-Orsay) pour ses conseils pour la fabrication de sels ferromagnétiques, ainsi que Murat Tagirov (Kazan State University & CRTBT), R. Yu. Abdulsabirov et S. L. Korableva (Laboratoire de Radiospectroscopie et d'Électronique Quantique, Kazan State University) qui ont fourni les sels des terres rares utilisés dans la version finale du thermomètre.

Je suis reconnaissant à J-L Bret et J P Faure du service électronique pour leur aide fréquente dans l'optimisation des appareils de mesure.

Je tiens particulièrement à remercier tout l'équipe technique du CRTBT, trop nombreux à mentionner tous, pour avoir rendu ces expériences techniquement possibles.

Pour son encouragement continu, je remercie Dr. Bob Golub du Hahn Meitner Institut, Berlin.

Je suis reconnaissant aussi à Prof. John Doyle de Harvard University pour son encouragement pendant la rédaction de cette thèse.

Parmi ce qui m'ont accompagné sur ce chemin, je remercie de leur soutien Pierre, Christopher, Olivier, Andrew, Geraldo et Alexander.

Enfin, j'exprime ma gratitude profonde à mon directeur de thèse Jean-Jacques Prèjean pour son aide, ses encouragements et conseils pendant la préparation de cette thèse.

PLAN DE LA THESE

| | |
|---|---------------|
| Introduction | p. 1 |
| I- Cryogénie | p. 6 |
| Cryostat principal | |
| Description générale du calorimètre | |
| Boite à Helium pompé (stabilité : μK) | |
| Étage intermédiaire (stabilité : $< \mu\text{K}$) | |
| Étage final (stabilité : nanoK) | |
| II- Thermométrie résistive | p. 33 |
| Introduction générale | |
| Thermomètres | |
| Bruit de mesure | |
| Stabilité en température des ponts de mesures | |
| Limitation de la puissance injectée, problème de thermalisation | |
| Performances finales | |
| III- Thermométrie magnétique | p. 57 |
| Introduction | |
| Choix des composés magnétiques | |
| Conception de la cellule de mesure | |
| Essais des bobines de détection (sans échantillon) | |
| Porte échantillon | |
| Mesure avec des sels magnétiques | |
| Résolution du thermomètre magnétique à base de LiErF_4 | |
| IV - Cellule de détermination du point Lambda | p. 93 |
| Principe de mesure | |
| Réalisation de la cellule | |
| Caractérisation de la cellule | |
| Résultats des essais | |
| V - Étude de la stabilité du thermomètre magnétique | p. 105 |
| Comparaison avec la cellule de détermination du point lambda | |
| Sources potentielles d'instabilité | |
| D'autres sources d'erreur potentielle | |

VI - Thermométrie différentielle à tension de vapeur d'Helium 3 p. 113

Motivations

Principe du thermomètre différentiel

Pont de mesure capacitif

Construction et essais d'un thermomètre différentiel.

Conclusion

p. 127

INTRODUCTION

Au moment où a commencé cette thèse deux types de mesures ont été proposés dans le laboratoire qui nécessitent une résolution en température très élevée vers 2 Kelvin. Ces études concernent l'effet du désordre ou d'impuretés introduits dans un système ordonné dont le comportement est déjà bien caractérisé expérimentalement et compris par des théories existantes.

1) Le premier type de mesures concerne l'étude de la transition superfluide de l'hélium-4. Grâce à sa pureté exceptionnelle et à l'absence de défauts cristallins puisque liquide, l'He-4 présente la transition de phase la plus étroite connue : le comportement critique peut être étudié beaucoup plus près de la température critique (T_λ) que dans d'autres systèmes, par au moins deux à trois ordres de grandeur en température réduite $t=1-T/T_\lambda$. Différentes quantités sont décrites par des puissances de t (donc de la forme $|t|^x$) avec $t=1-T/T_\lambda$. La valeur de l'exposant x dépend de la quantité observée (densité superfluide, chaleur spécifique, longueur de corrélation, etc.) mais des relations très générales existent entre ces exposants qui ne dépendent que de la dimensionnalité d du système et du nombre n de composantes du paramètre d'ordre. On parle donc de lois d'échelle^[Kad66], et tout système ayant les mêmes valeurs de d et de n est décrit par les mêmes exposants critiques et appartient à la même classe d'universalité. L'universalité existe car, proche de la transition, la physique est dominée par des fluctuations du paramètre d'ordre à grande échelle et non par la structure microscopique du système. La transition superfluide a déjà été très étudiée en volume libre et les exposants critiques qui la caractérisent sont mesurés avec une précision remarquable, aussi près que 10^{-8} en température réduite^[Lip83]. Ces résultats sont en excellent accord avec les prédictions de la théorie du groupe de renormalisation^[Wil75]. Remarquons que, dans un laboratoire terrestre, la limite fondamentale de la résolution est déterminée par l'effet de la gravitation sur l'échantillon. Pour un échantillon de taille finie dans le voisinage extrême du point lambda où $t < 10^{-6}$ la transition est arrondie par le gradient de pression hydrostatique dans l'échantillon. Pour faire des mesures avec une précision de 0,1% lorsqu'on s'approche de cette limite une résolution en température d'environ 10^{-9} K est nécessaire. Cependant des questions restent ouvertes notamment celle de l'effet d'un désordre gelé.

Pour l'hélium confiné dans un milieu poreux tel que le Vycor (ayant une distribution étroite de tailles de pores), on observe un abaissement de la température critique, mais l'exposant de la densité superfluide ($\rho_S \approx t^\zeta$) reste inchangé^[Kie75]: ce système appartient à la même classe d'universalité ($d=3$, $n=2$). Par contre, dans les aérogels de silices, qui ont une structure plutôt fractale, le comportement critique semble sensiblement modifié. À partir des expériences avec des pendules de torsion, une nouvelle valeur de l'exposant ζ a été mesurée^[Won93], ce qui indiquerait que ce système appartient à une classe d'universalité différente. Cependant, l'interprétation de résultats est rendu difficile par la possibilité d'existence de superfluide au-dessus de la transition macroscopique^[Thi94].

Dans notre laboratoire, L. Puech et P. Thibault ont mis au point une mesure thermodynamique originale de dilatation et compressibilité de l'aérogel^[Thi94]. L'effet de couplage entre les déformations élastiques de l'aérogel rempli d'He-4 et l'apparition de la transition superfluide a été étudié. La région très proche de T_λ où le comportement critique est le plus marqué n'est pas accessible avec la précision donnée par une thermométrie cryogénique classique ($\sim 1\mu\text{K}$).

2) Pour le deuxième type de mesure il s'agit d'étudier le comportement de la conductibilité thermique des solutions très diluées de l'hélium-3 dans l'hélium-4 superfluide. Selon la théorie de Khalatnikov^[Kha65] du transport dans l'hélium superfluide contenant de l'hélium-3 en très faible concentration, la conductibilité thermique κ_{eff} est inversement proportionnelle à la concentration X d'He-3. Des mesures récentes^{[Mey91][Chu89]} sont en contradiction avec cette théorie pour $X < 10^{-4}$. Chui et Lipa^[Chu89] ont proposé une modification de la théorie de Khalatnikov pendant que Ferrell^[Fer91] propose l'existence d'un troisième fluide pour expliquer ces résultats. Plus récemment Murphy et Meyer^[Mur95] ont évoqué des effets de bord comme cause possible de l'anomalie. Ces mesures sont délicates car la conduction thermique est très grande et la différence de température doit être très faible (quelques nanokelvins), pour que le gradient de concentration d'hélium-3, dû à l'effet "heat flush", reste en régime linéaire. Une mesure proposée par Golub utilisant des neutrons pour sonder le profil de concentration à travers l'échantillon est susceptible de trancher entre les différentes hypothèses. L'absorption d'un neutron par un atome d'hélium-3 crée des scintillations dans le liquide dont l'intensité est proportionnelle à la concentration locale d'hélium-3. La détection de ces scintillations n'est pas triviale et nous sommes

en collaboration avec une équipe au HMI (Berlin) qui travaille actuellement sur la mise au point de cette technique.

Le but de cette thèse est la réalisation d'un système de thermométrie qui permette d'obtenir non seulement une très haute résolution pour la mesure de température (\approx nK), mais aussi une stabilité du même ordre sur des heures ou des jours.

Ce sujet n'est pas nouveau, mais il est totalement inexploré en Europe. Ce n'est qu'aux USA que des équipes (Standford, Santa Barbara, Cornell) ont essayé depuis les années 80 d'obtenir de telles performances. Ces équipes [Ste83][Tam85] annonçaient une mauvaise stabilité de température régulée au moyen d'une thermométrie résistive (de l'ordre de 10 μ K/heure). Nous verrons que, avec cette méthode, nous pouvons réaliser une stabilité meilleure que le μ K sur des heures ou des jours.

Dès 1981, Lipa et al (Standford) ont réalisé un thermomètre magnétique dont le principe est la mesure de la susceptibilité d'un sel magnétique par magnétométrie SQUID [Lip81]. Ils ont obtenu une excellente résolution (de l'ordre du nK) mais la température dérivait de 1 μ K/heure. Le manque de stabilité provient à la fois de la difficulté d'isoler thermiquement la cellule de mesure "du reste du monde" et de problèmes de relaxation du flux de l'écran supraconducteur qui sert à piéger le champ de mesure. C'est en 1987, qu'une étude systématique de ce dernier effet a été menée. En utilisant un écran en niobium, Marek (Standford)[Mar87] a mesuré une dérive de température de l'ordre du μ K/heure après refroidissement de l'écran. Une stabilité de l'ordre du nK/heure n'est obtenue qu'après des heures, voire 30 jours. Cette durée dépend du champ piégé et de l'état de surface de l'écran. Si, en 1984, Lipa et al [Lip84] ont annoncé avoir obtenu une stabilité de l'ordre de 2 nK/heure, les différentes équipes ont toujours eu une très grosse difficulté à obtenir une excellente stabilité. Par exemple, à Cornell, Wong [Won90] a construit une thermométrie magnétique de même résolution (3nK rms), mais il explique dans sa thèse qu'il n'a pas fait d'étude de stabilité : il ne peut assurer une stabilité que de l'ordre d'une fraction de μ K sur 2 jours.

La construction d'un tel appareillage a donc posé des problèmes pour lesquels il n'existait pas de tradition de résolution dans le laboratoire. J'ai choisi de diviser mon mémoire en chapitres qui chacun traite d'un problème particulier (et souvent difficile) que nous avons eu à résoudre.

Le chapitre I contient une description détaillée du dispositif cryogénique développé pour ce projet. On va de la température ambiante jusqu'au porte échantillon à 2,172K, régulé au nanokelvin près, en passant par tous les étages de refroidissement et de régulation de températures intermédiaires :

i) boîte à helium pompé que nous avons réussi à réaliser à la fois avec remplissage continu et en stabilisant sa température ($\approx 1.8\text{K}$) au μK près,

ii) étage de thermalisation des fils de mesure, des capillaires d'arrivée d'helium, de l'écran à radiations entourant l'étage final. Sa température (régulée à mieux que $1\ \mu\text{K}$) est fixée à quelques μK en dessous de celle de l'étage final, ce qui permet de minimiser les flux de chaleur parasites vers l'étage final,

iii) étage final supportant la thermométrie au nK près et les cellules de mesure.

Dans le chapitre II, j'examine les limitations imposées par la thermométrie cryogénique classique. Les limites fondamentales de la thermométrie résistive sont présentées ainsi que les systèmes de mesure dont nous nous servons pour nous approcher au plus près de ces limites (stabilité et résolution $\leq 1\mu\text{K}$).

Le chapitre III est consacré à la conception et la réalisation du thermomètre magnétique devant permettre de mesurer des changements de température de l'ordre du nanokelvin. La comparaison expérimentale entre plusieurs géométries et sels magnétiques est faite. Les mesures de la résolution finale du thermomètre sont présentées.

Dans le chapitre IV je décris la cellule de détermination du point lambda que nous utilisons pour vérifier la stabilité longue durée du thermomètre magnétique.

Les résultats d'une comparaison entre le thermomètre magnétique et la cellule de détermination du point lambda sont présentés dans le chapitre V. Une limite supérieure est déterminée pour la stabilité du thermomètre. Des facteurs limitants de cette stabilité sont examinés.

Dans le chapitre VI nous étudions la possibilité de faire un thermomètre différentiel à tension de vapeur d'hélium-3. Des essais initiaux ainsi que des difficultés rencontrées sont rapportés.

Références

- [Chu89] T C P Chui & J A Lipa, *Phys. Rev.*, **B 40**, 4306, (1989)
- [Fer91] R A Ferrell, *Excitations in Two-Dimensional and Three-dimensional Quantum Fluids*, eds A F G Wyatt & H J Lauter, NATO ASI Series Vol. 257, (Plenum, 1991)
- [Kad66] L P Kadanoff, *Physics*, **2**, 263, (1966)
- [Kha65] I M Khalatnikov, Chapter 24: Solutions of impurities in He II, *An Introduction to the Theory of Superfluidity, Part IV*, (Benjamin, 1965)
- [Kie75] C W Kiewet, H E Hall & J D Reppy, *Phys. Rev. Lett*, **35**, 1286, (1975)
- [Lip81] J.A. Lipa, B.C. Leslie & T.C. Wallstrom, *Proceed. LT 16, Physica*. **107B**, 331, (1981)
- [Lip83] J A Lipa & T C P Chui, *Phys. Rev. Lett.*, **51**, 2291, (1983)
- [Lip84] T.C.P. Chui & J.A. Lipa, *Proceed. LT 17, Elsevier Sc. Publ.*, 931, (1984)
- [Mar 87] D. Marek, *Proceed. LT 18,, Jap. J. Appl. Phys.* .,1683, (1987)
- [Mey91] H Meyer, J Tuttle & F Zhong dans *Excitations in Two-Dimensional and Three-dimensional Quantum Fluids*, eds A F G Wyatt & H J Lauter, NATO ASI Series Vol. 257, (Plenum, 1991)
- [Mur95] D Murphy & H Meyer, *J. Low Temp. Phys.* , **99**, 745, (1995)
- [Ste83] V. Steinberg & G. Alhers, , *J. Low Temp. Phys.* , **53**, 255, (1983)
- [Tam85] W.Y. Tam & G. Alhers, *Phys. Rev.*, **B 32**, 5932, (1985)
- [Thi94] P Thibault, *Thèse de Doctorat, Université Joseph Fourier - Grenoble I*, (1994) et P Thibault, J J Préjean & L. Puech, *Proceed. LT21, Czech. J. Phys.*. **46**, 149, (1996).
- [Wil75] K G Wilson, *Rev. Mod. Phys*, **47**, 773 (1975)
- [Won90] G K S Wong, P.A. Crowell, A. Cho & J.D. Reppy, *Proceed. LT19, Physica B 165-166*, 133, (1990) and
G K S Wong , *Thesis Cornell Univ.* (1990)
- [Won93] G K S Wong, P.A. Crowell, A. Cho & J.D. Reppy, *Phys. Rev.*, **48B**, 3858, (1993)

CHAPITRE I : CRYOGÉNIE

1. Cryostat principal

- 1-1. Conception du vase
- 1-2. Dispositif anti-vibratoire
- 1-3. Écrantage magnétique
- 1-4. Bain Roubault

2. Description générale du calorimètre

- 2-1. Haut du calorimètre
- 2-2. Bas du calorimètre

3. Boite à Helium pompé (stabilité : μK)

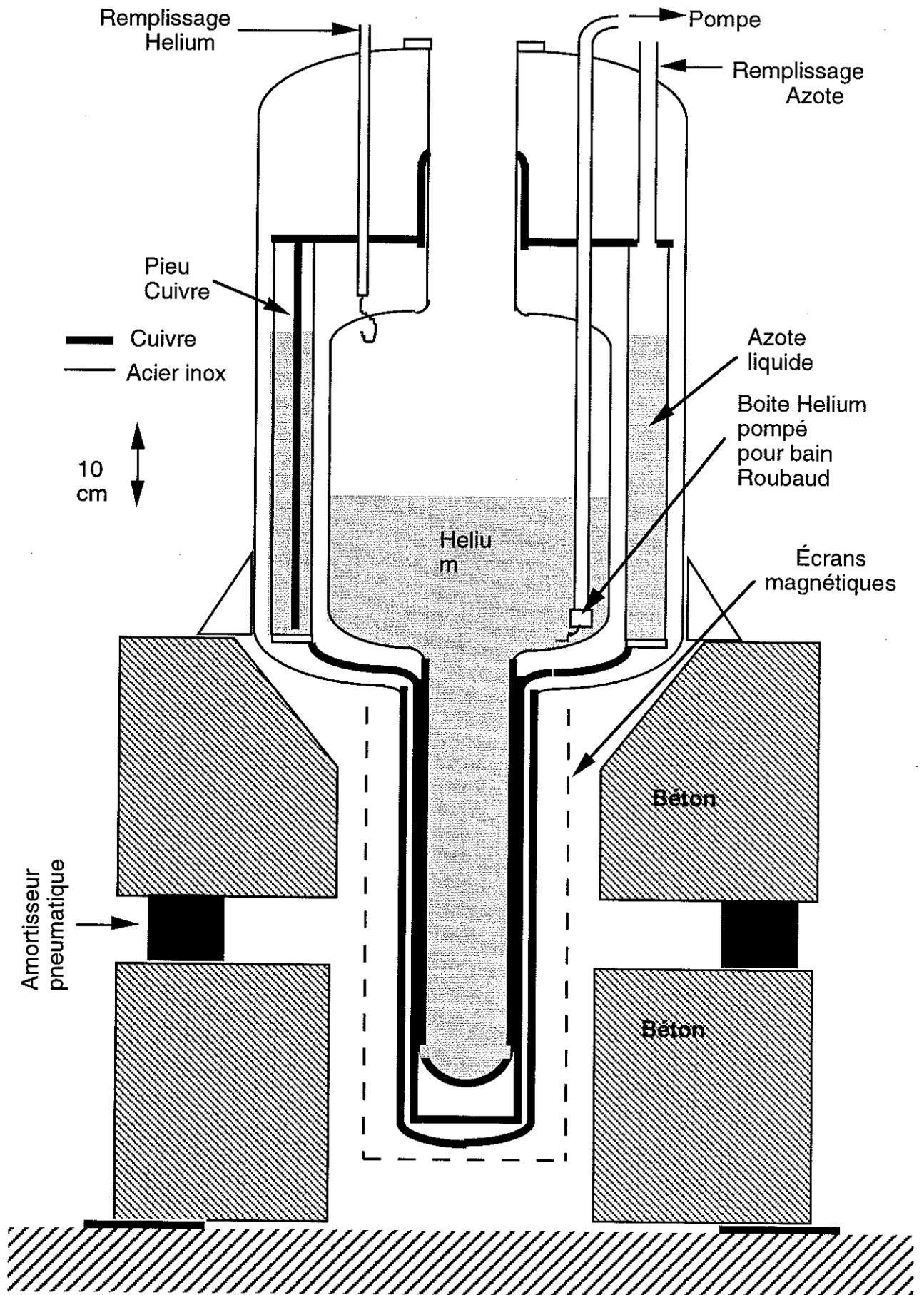
- 3-1. Description de la boite
- 3-2. Système de prérefroidissement
- 3-3. Pompage : pompe, tuyau, vanne à débit régulé
- 3-4. Alimentation de la boite
- 3-5. Mesure et régulation du niveau d'Helium dans la boite
- 3-6. Régulation et stabilité de température
 - 3-6-1. Premiers essais
 - 3-6-2. Influence du niveau du bain principal
 - 3-6-3. Influence des bulles de gaz provenant du capillaire
- 3-7. Performances finales

4. Étage intermédiaire (stabilité : $< \mu\text{K}$)

- 4-1. Description de l'étage
- 4-2. Thermalisation des fils de mesure allant vers l'étage final
- 4-3. Lien thermique avec la boite à Hélium pompé
- 4-4. Régulation de température

5. Étage final (stabilité : nanoK)

- 5-1. Description de l'étage
- 5-2. Lien thermique avec l'étage intermédiaire
- 5-3. Régulation de température



1. Cryostat principal

Ce cryostat utilisé pour cette étude avait été conçu par J.J. Préjean pour des mesures de magnétométrie en très bas champ. Des précautions particulières avaient été prises pour l'écrantage du champ terrestre et des perturbations de champs extérieurs. La partie basse a été réalisée entièrement en cuivre de façon à éviter les pièces en acier inoxydable, qui, travaillées ou soudées, peuvent devenir magnétiques. Enfin il est monté sur des support anti-vibratoires et équipé d'un bain Roubault.

1-1. Conception du vase

Le plan du vase est présenté ci-contre. Le remplissage d'hélium peut se faire par le bas ou par le haut du vase. Dans ce dernier cas, le tube, dans lequel entre le siphon, se termine par un capillaire recourbé vers le haut, ce qui évite que le jet d'hélium gazeux chaud en début de remplissage et d'hélium liquide par la suite ne vienne perturber le bain et par conséquent l'ensemble de l'expérience. Deux cheminées décentrées viennent de l'ambiante et arrivent dans la boule d'Hélium. L'une permet l'introduction d'une canne de contrôle : niveau d'hélium, température du bain en bas de la boule. Dans l'autre de plus gros diamètre, on insère l'ensemble tube de pompage - boîte hélium - tresse pour entretenir le bain Roubault.

1-2. Dispositif anti-vibratoire

Une première dalle annulaire de 300 Kgs en béton repose sur des "gripsol" collés au sol. Une seconde dalle annulaire de 270 Kgs repose sur 3 amortisseurs pneumatiques de marque "ISOLAIR-SLM3", eux-mêmes posés sur la première dalle. Ces amortisseurs sont des petits pneus de caoutchouc, dont les arrivées d'air comprimé sont reliées en un point commun. L'ensemble (vase + écrans magnétiques + calorimètre) pesant 110 Kgs, le total seconde dalle + vase pèse 380 Kgs soit environ une charge de 130 Kgs par amortisseur. Le constructeur donne les caractéristiques de fréquence propre des amortisseurs et de coupure en fréquence des vibrations en fonction du poids et de la pression utilisée. Avec des pneus gonflés avec une pression de 4,5 Kg, le cryostat ne devrait pas être sensible à des vibrations du sol de plus de 5 Hz.

1-3. Ecrantage électro-magnétique

Seule la partie basse du cryostat est écrantée. Celle-ci est constituée de 4 écrans en cuivre : les parties basses de l'enceinte helium et de l'enceinte extérieure, 2 écrans thermiques reliés à la réserve d'azote liquide.

Pour l'obtention d'un écrantage magnétique sérieux, cette partie basse est entourée de 3 écrans cylindriques (avec fond) concentriques. Deux sont en μ -métal d'épaisseur 1,5 mm et de dimensions : $L = 550$ mm, $\Phi = 160$ mm et $L = 580$ mm, $\Phi = 180$ mm. Comme le μ -métal est déjà à moitié de saturation dans $4 \cdot 10^{-2}$ Oe et se sature dans 0,3 Oe, un écran extérieur en fer doux ($L = 610$ mm, $\Phi = 200$ mm, épaisseur = 2mm) a été installé autour des écrans en μ -métal pour pré-écranter l'essentiel des champs extérieurs. Chaque écran est entouré d'un solénoïde permettant de désaimanter l'écran en appliquant un courant alternatif d'amplitude décroissante. Enfin les écrans sont reliés à la masse (écrantage électrostatique)

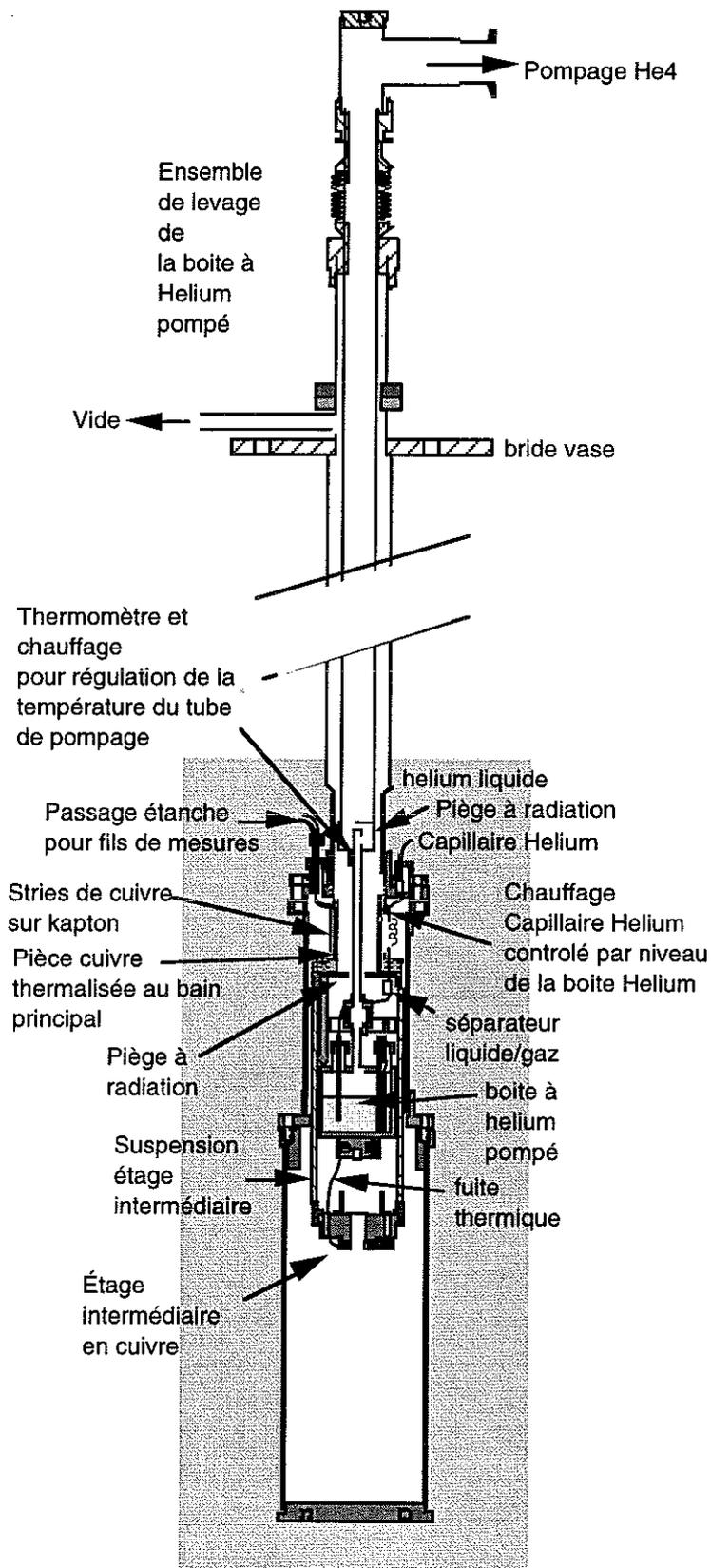
1-4. Bain Roubault

- Description : Une petite boîte en cuivre est installée juste en bas de la boule de l'enceinte Hélium. Un petit capillaire permet d'y introduire l'hélium liquide. Un tube de pompage remonte vers le haut. Des tresses de cuivre soudées à la boîte sont positionnées en anneau autour du bas de la boule de l'enceinte hélium. Le tout est amovible pour permettre de régler l'impédance de remplissage.

- Mode opératoire : On commence à pomper sur le vase pour obtenir une température inférieure à T_λ , puis après un temps suffisant pour homogénéiser la température, on ne pompe plus que sur la boîte, ce qui permet de garder à T_λ la température du bain en dessous du niveau de la boîte.

- Avantage pour notre travail : il est d'avoir une bonne homogénéité de température du bain autour de la cellule expérimentale, l'absence de bulles (qui sont source de vibrations) en dessous de cette dernière. Le SQUID étant placé dans la région superfluide ne subit pas de fluctuations de température engendrant du bruit. La température du bain est plus proche de celle de l'expérience (environ 2 K), ce qui limite les pertes par rayonnement et pré-thermalise les fils de mesures arrivant par le bain dans le calorimètre. Enfin, la pression étant la pression atmosphérique, il n'y a pas de problème pour remplir la boîte à hélium pompé du calorimètre.

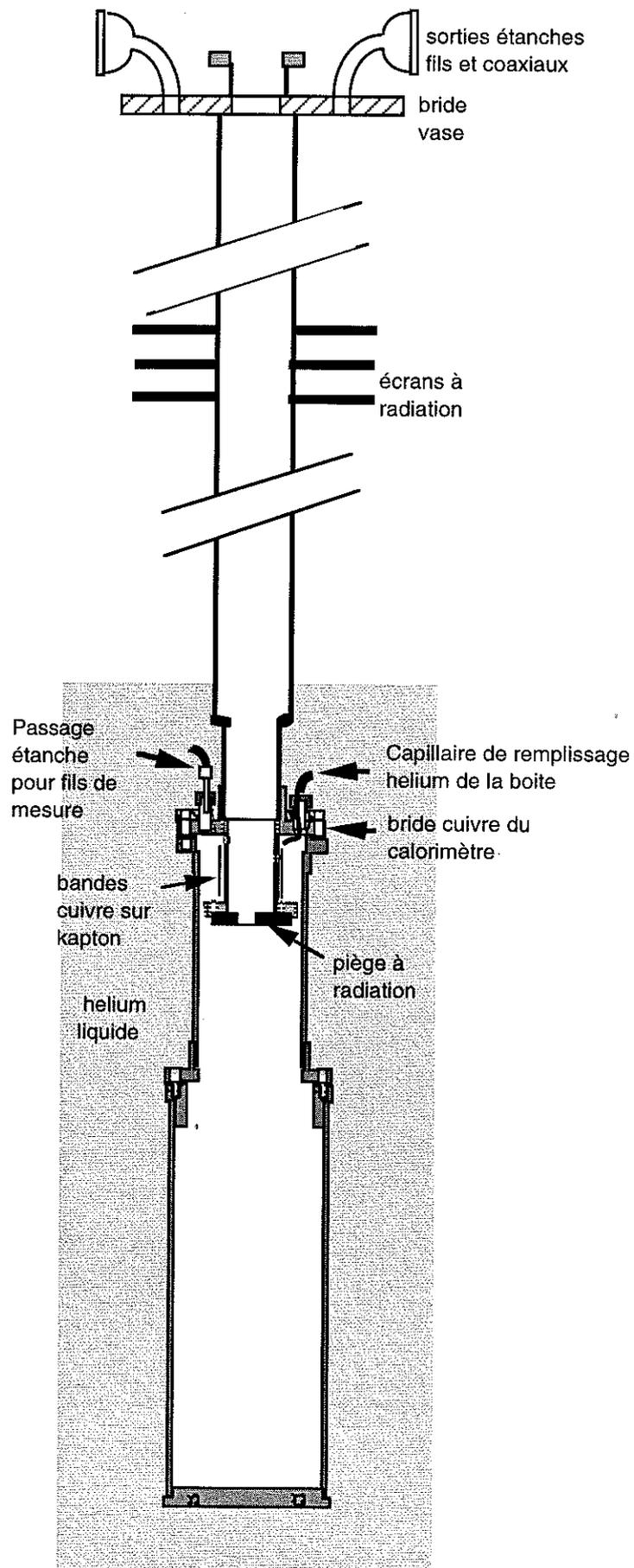
2. Description générale du calorimètre



A mon arrivée, j'avais à ma disposition un haut de calorimètre (bride inox fermant le vase, tube central avec écrans à radiations, tube de pompage de la boîte à helium pompé et cablages depuis le haut à l'ambiante jusqu'au niveau de l'helium liquide).

Mais j'ai été amené à modifier cette partie profondément au cours du temps, sa conception présentant de nombreux inconvénients quant aux pertes par rayonnement et aux possibilités de thermalisation des fils de mesure. Je donne donc ici la description du montage final dont le schéma général est représenté ci-contre.

Par ailleurs, j'ai conçu entièrement le bas de calorimètre, c'est-à-dire la bride cuivre plongée dans l'helium et l'ensemble situé en dessous.



2-1. Haut du calorimètre

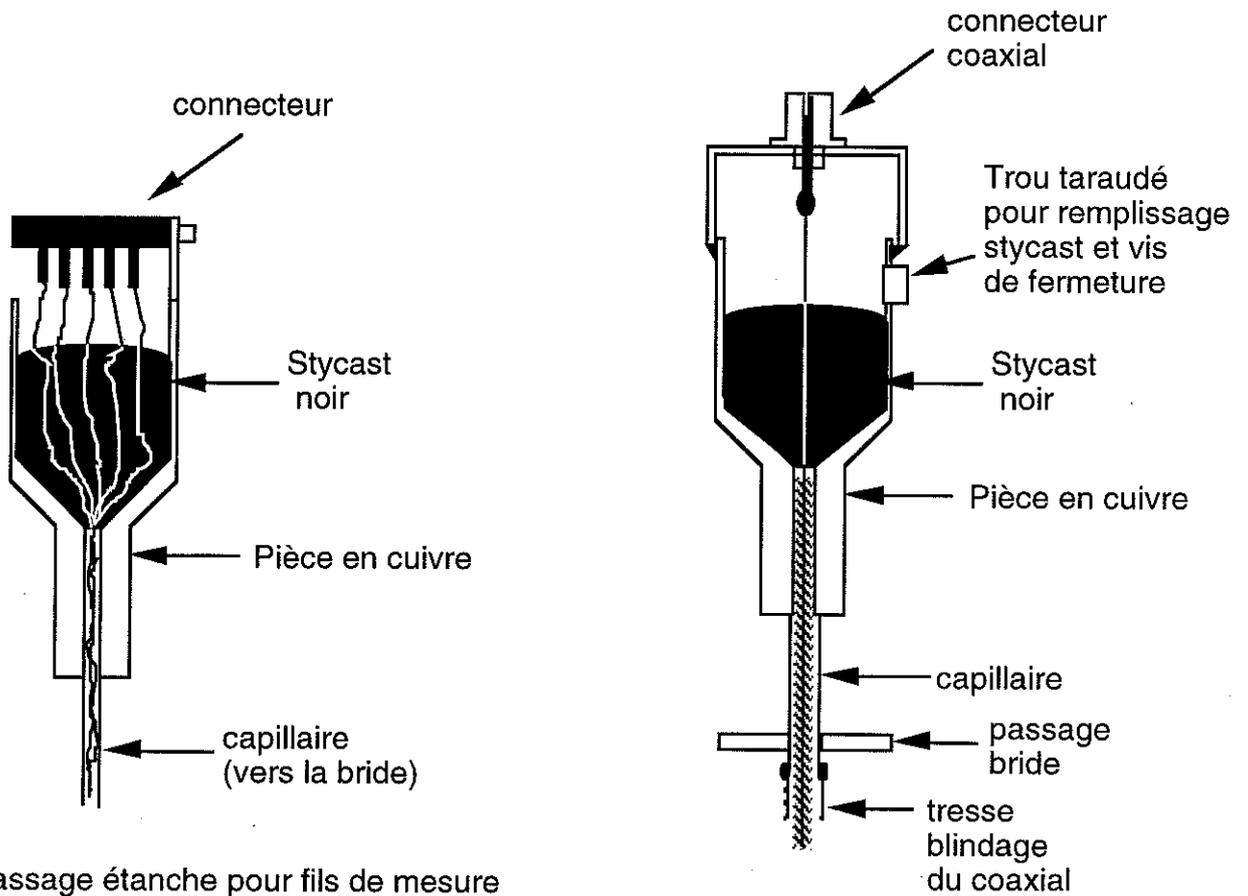
Il comprend une bride supérieure en acier inoxydable fermant le vase, un tube central dans lequel passe le tube de pompage de la boîte Hélium pompé, et, dans sa partie inférieure, une bride en cuivre plongée dans l'hélium liquide.

La bride supérieure est munie de diverses sorties pour les passages des fils de mesures, pour les câbles coaxiaux, pour la tête de SQUID, et divers capillaires.

Sur le tube central sont fixés des écrans à radiation en cuivre. Ces écrans servent aussi d'étage de thermalisation des fils de mesures et des câbles coaxiaux. Pour minimiser le bruit thermique de résistance, nous avons utilisé pour les fils de mesures des fils de cuivre depuis l'ambiante. Chaque paire torsadée passe dans de petits cylindres en cuivre de 20 mm de long, remplis de Stycast 2850, et fixés aux écrans, pour assurer une bonne thermalisation. Les câbles coaxiaux sont pincés sur des plaques de cuivre vissées aux écrans.

La bride inférieure est en cuivre. Plongée dans le bain à 4,2 K (ou 2,17 K dans le cas de l'utilisation du bain Roubault), elle supporte les suspensions de l'étage "intermédiaire". Sur elle sont fixés l'écran final à radiation du tube central et une pièce servant de relais pour les divers fils de mesures. Ces derniers sont constitués de bandes de cuivre déposées sur kapton, lui même collé à la pièce en cuivre. A un bout de la bande de cuivre est soudé un fil de cuivre venant du bain à l'autre un fil supraconducteur allant vers les étages inférieurs.

Cette bride est munie de diverses cheminées terminées par des passages étanches pour les fils de mesures, câbles coaxiaux et capillaires. Pour les fils, nous employons une technique communément utilisée au laboratoire (voir dessin ci-dessous). Pour les passages coaxiaux, nous avons développé une technique permettant une bonne continuité coaxiale (voir dessin ci-dessous).



Passage étanche pour fils de mesure

Passage étanche pour cable coaxial

Précautions pour le découplage des fils de mesures et cables coaxiaux

De façon à éviter les couplages inductifs entre fils dédiés à des fonctions différentes, on a pris soin de réserver des tulipes différentes dans la bride supérieure et des passages étanches différents dans la bride inférieure pour les courants de chauffage, les courants à injecter dans les résistances servant de thermomètres, les sorties tension de ces thermomètres, et pour les sorties coaxiales.

2-2. Bas de calorimètre

Les différents éléments sont décrits dans la suite.

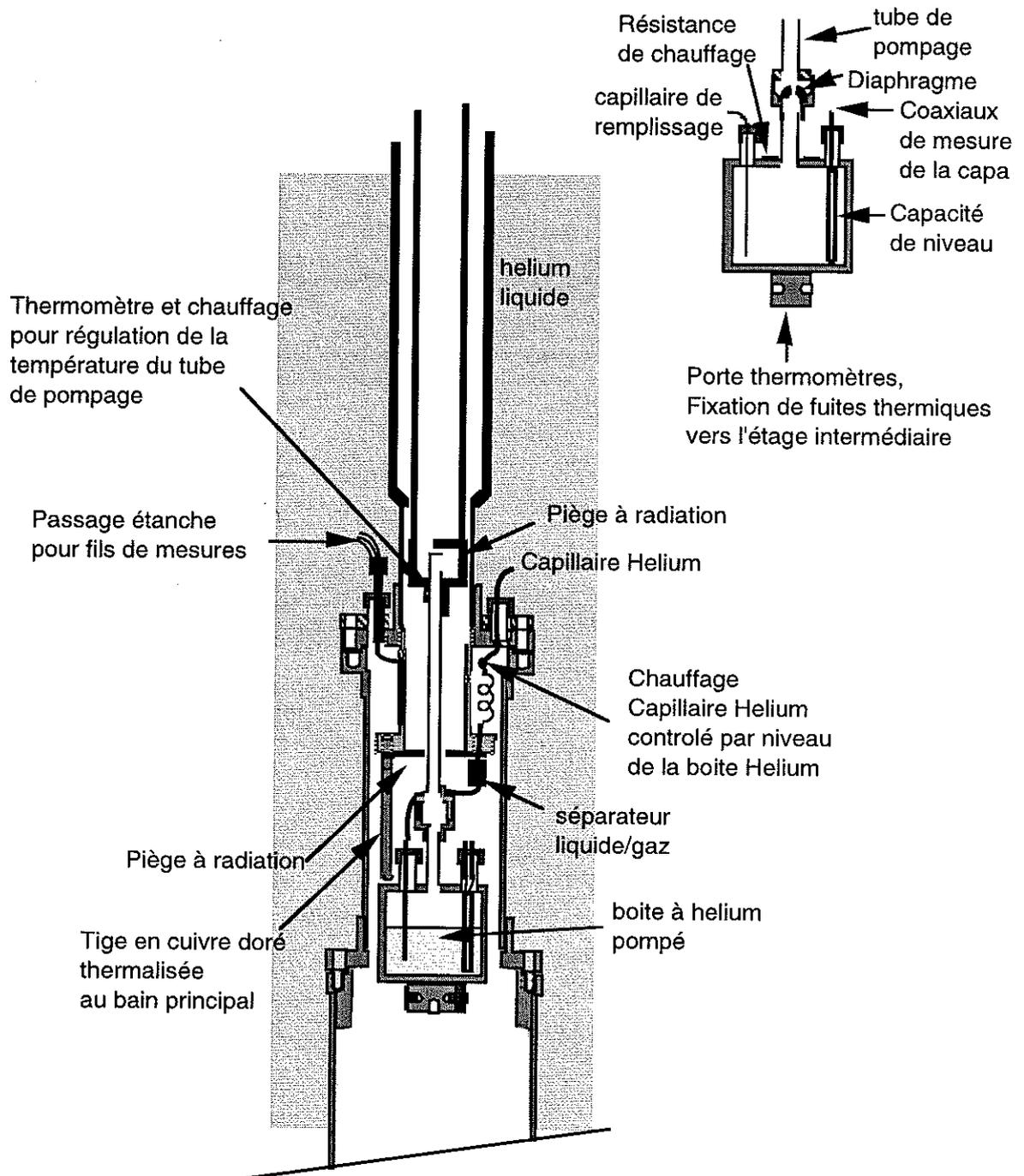
3. Boîte à Helium pompé

La conception de cette boîte est une des étapes les plus importantes dans la réalisation de ce projet. La température de base est définie par cet étage et les fluctuations thermiques observées à l'étage final sont en grande partie directement liées aux fluctuations de la boîte. Un soin tout particulier a donc été apporté à sa stabilisation en température à la fois en temps courts (minimisation des fluctuations de l'ordre de la seconde) et en temps longs (absence de dérives pendant des heures).

L'idéal est d'avoir un régime stationnaire :

- pompage à débit contrôlé,
- niveau d'hélium constant,
- pertes constantes.

C'est ce qui nous a amené à concevoir le système décrit dans les pages suivantes.



3-1. Description de la boîte

C'est une boîte entièrement en cuivre et totalement dorée à l'extérieur. Elle est formée d'un tube de longueur 40 mm et de diamètre 41x45 mm auquel sont brasées deux pièces :

-un bouchon en partie basse dans lequel des trous borgnes taraudés permettent de fixer les thermomètres et les fuites thermiques vers l'étage inférieur,

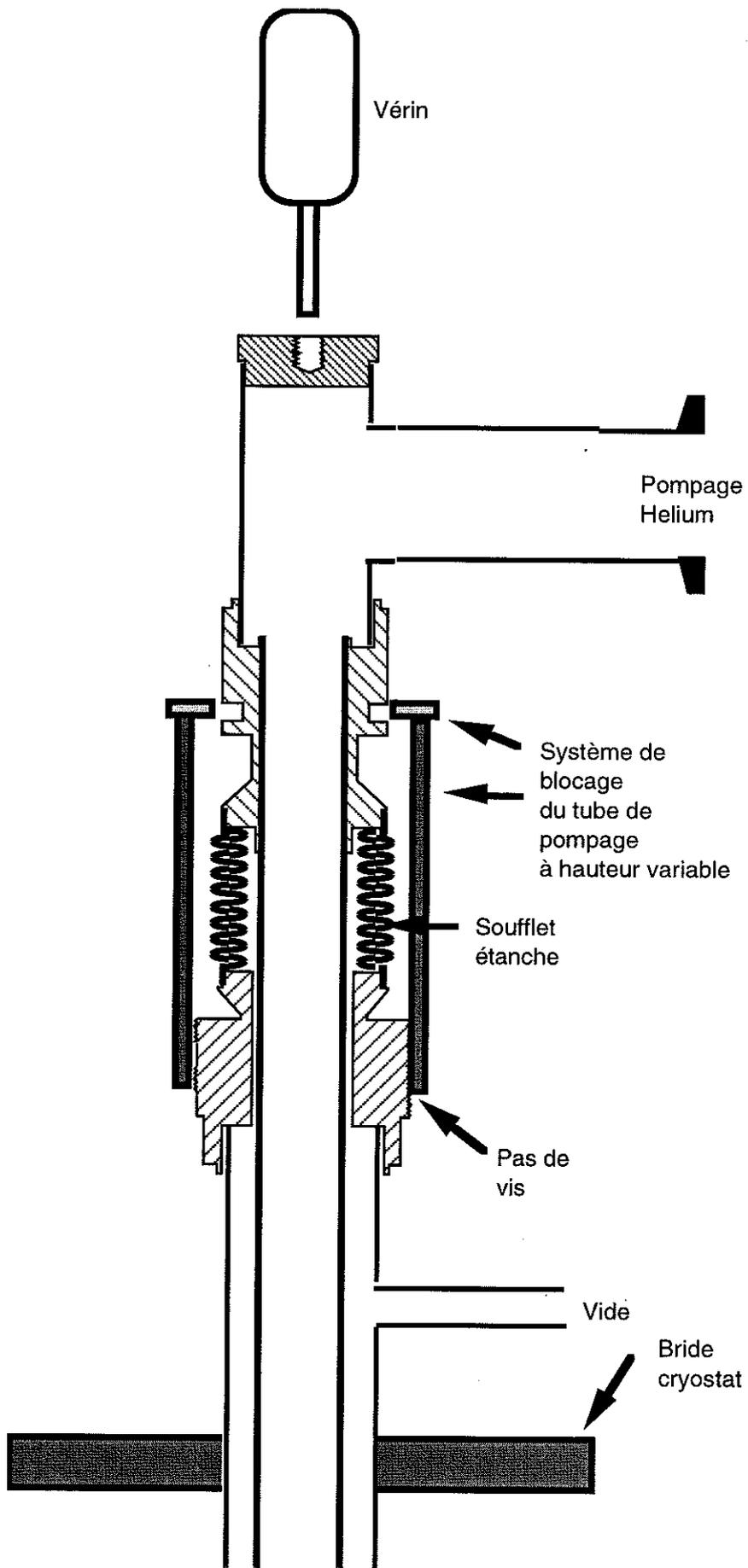
- une bouchon en partie haute sur lequel sont collées des jauges de contrainte platine-tungstène servant de résistances de chauffage. Ce bouchon est percé de trois trous qui débouchent sur trois cheminées : deux sont munies d'un bouchon amovible soudées étain (une pour le passage du capillaire de remplissage, une seconde pour l'introduction d'une sonde de niveau d'hélium). Sur la troisième est vissé le tube de pompage, l'étanchéité se faisant par un joint en CAF 538.

3-2. Pompage : pompe, tuyau de pompage, vanne à débit réglé

Le tuyau de pompage soutenant la boîte est amovible de façon à effectuer des modifications. Il est d'un diamètre variable, se rétrécissant vers la boîte, il est muni d'écrans de radiation intérieurs (voir dessin).

En haut de la cheminée de la boîte raccordée au tube de pompage, nous avons placé un diaphragme en verre, avec un trou de 1mm au bord très lisse, destiné à limiter l'épaisseur du film superfluide qui court-circuite thermiquement la boîte à la zone du tube où la température devient supérieure à T_λ .

Etant donné le faible volume de la boîte, une pompe de 25 m³/h est suffisante pour descendre en température jusqu'à 1,2 K. Un système de vannes de divers débits en parallèle permet de faire varier le débit de pompage dans une grande gamme. Nous utilisons une vanne à pointeau de régulation (Swagelok) en laiton qui permet une excellente stabilité du débit, mais qui ne permet d'obtenir que des températures de la boîte pas trop froides (1,8K typiquement), ce qui est suffisant pour notre étude de stabilisation vers 2 K de la partie basse.



3-3. Système de pré-refroidissement de la boîte

Pour éviter l'utilisation d'hélium comme gaz d'échange dans le calorimètre pendant son refroidissement jusqu'à 4K, ce qui peut créer des problèmes de conduction thermique par le gaz résiduel et peut aussi gêner la détection de fuites, un interrupteur thermique mécanique à été incorporé dans le montage. La boîte, suspendue sur son tuyau de pompage, est libre de se déplacer verticalement. L'étanchéité du calorimètre est assurée par un soufflet métallique, compressible en haut du cryostat (voir figure ci-contre). Un vérin pneumatique peut tirer le tuyau de pompage, le sommet de la boîte venant alors appuyer fortement sur 4 tiges en cuivre doré ($\Phi=4\text{mm}$), situées au dessus et thermalisées par le bain principal d'hélium. Une fois à 4K, la boîte est descendue pour couper le contact thermique, le tube de pompage est fixé au niveau de sa sortie à l'ambiante. La boîte peut éventuellement être baissée un peu plus bas pour entrer en contact avec les étages en dessous si nécessaire.

3-4. Alimentation de la boîte

La boîte est alimentée en hélium par un capillaire fin (diamètre 0,1mm x 0,4mm en cupronickel) de 2,5 mètres de long et provenant du bain principal. Le capillaire est enroulé en solénoïde autour d'une plaquette en fibre de verre, il est collé sur ses arêtes par des points d'araldite. La plaquette est fixée au calorimètre, ce qui évite les vibrations qui seraient transmises à la boîte par un capillaire laissé libre. Le capillaire va jusqu'au fond de la boîte de façon à ne pas avoir de gouttelettes tombant en s'évaporant dans la partie supérieure de la boîte. Le débit pour une différence de pression de 1 atmosphère est alors de 200 $\mu\text{moles/s}$, ce qui implique un remplissage initial prenant 2 heures. En fait ce débit correspond à une impédance de 20 cm de long pour 0,1 mm de diamètre. Mais le superfluide est présent dans le capillaire peu après la sortie du bain. La raison pour allonger le capillaire est essentiellement due au besoin de minimiser les pertes thermiques de la boîte par le superfluide dans le capillaire (plus de 100 μW pour un capillaire de 2 m de long et de 0,1 mm de diamètre^[Ber68])

3-5. Mesure et Régulation du niveau d'hélium

Sonde capacitive de niveau d'Helium : C'est une sonde capacitive, formée de 2 tubes de cuivre-nickel fixés concentriquement, l'un (extérieur) de diamètre 3x3,5 mm, celui intérieur est de diamètre initial 2,5x3 mm ramené au tour à 2,5x2,85. Les tubes sont maintenus concentriques par des espaceurs en kapton collés Araldite situés en haut et en bas des tubes. La longueur de la sonde étant de 40 mm, la capacité à vide est de l'ordre de 50 pF. Remplie d'hélium liquide, elle augmente de 6 %.

Ascension capillaire dans le capteur : Le niveau d'hélium liquide dans le gap entre tubes est plus haut que dans la boîte, dû à l'ascension capillaire. Si α est la tension de surface (force par unité de longueur), h la hauteur d'ascension capillaire, ρ la densité de l'hélium, R_1 et R_2 les rayons des parois, on obtient la valeur de h en égalant la force d'ascension capillaire et la force de pesanteur :

$$(2\pi R_1 + 2\pi R_2) \alpha = g \rho h \pi (R_1^2 - R_2^2) \rightarrow h \approx 6 \text{ mm}$$

ce que nous avons vérifié en mesurant la capacité en fonction du niveau d'hélium extérieur dans un vase en verre.

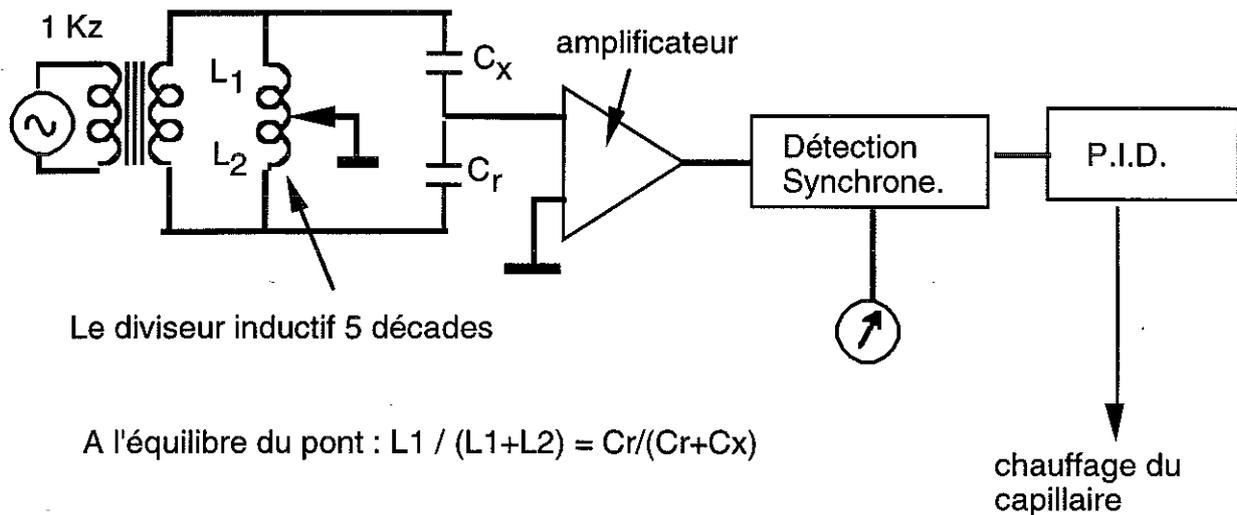
Cet effet n'est pas un inconvénient puisque le niveau dans le gap suit parfaitement le niveau extérieur, la différence de 6 mm restant constante.

Mesure de la capacité : Nous avons construit un pont de capacité de résolution 10^{-5} à partir d'éléments un peu vétustes mais donnant satisfaction pour cette utilisation (voir principe sur la figure ci-dessous). On utilise une capacité de référence C_r placée à température ambiante et du même ordre de grandeur que celle à mesurer. On équilibre le pont pour la capa à froid mais sans hélium liquide. Soit C_0 sa valeur. Soit ΔC la variation de capacité due à la présence d'Helium liquide. La tension de déséquilibre v est alors (au premier ordre) proportionnelle à ΔC :

$$v \sim \frac{L_1 \Delta C}{(L_1 + L_2) (C_r + C_0)}$$

et donc au niveau d'hélium dans la capacité.

Nous avons réglé le niveau de sortie du pont pour avoir une indication 0-100% de remplissage sur un indicateur à aiguille.



Pont de capacité construit pour mesurer le niveau d'Hélium

Régulation du niveau d'hélium : Pour avoir un niveau stable dans le temps, on peut choisir soit d'installer une microvanne froide à l'entrée du capillaire, qui soit commandée automatiquement depuis l'ambiante, soit réaliser, si on n'a pas besoin d'une température trop basse, d'une impédance de capillaire réglable par chauffage. C'est cette dernière solution, très simple à réaliser, que nous avons adoptée. Le chauffage est situé sur le capillaire à quelques centimètres de l'entrée d'hélium liquide venant du bain principal (voir figure page 14). A cet endroit le capillaire est enroulé et soudé sur un petit tube de cuivre sur lequel est fixé un enroulement chauffant en constantan. Ce système a pour fonction de créer des bulles de gaz. Pour une différence de pression donnée, le débit massique d'un écoulement en deux phases (liquide/gaz) est bien inférieur à celui d'un flux de liquide seul. Ainsi en chauffant le capillaire pour créer des bulles, on peut très facilement limiter la quantité de liquide arrivant à la boîte. Le chauffage est piloté par le pont de mesure de capacité qui mesure le niveau d'hélium dans la boîte. A la tension de déséquilibre V du pont, lue en permanence pour connaître le niveau d'hélium, on oppose dans un étage électronique supplémentaire une tension continue que l'on a fixée à $0,7 V_{\max}$. Ici V_{\max} est la tension de déséquilibre pour la boîte pleine. La tension obtenue $(V - 0,7V_{\max})$ commande un boîtier PID qui fournit la puissance au chauffage. Ceci permet une régulation fine de niveau à mieux que $0,1$ mm près.

3-6. Régulation et stabilité de température

La température de la boîte est mesurée par une résistance germanium (réf. Lakeshore™ GR-200B-1500) vissée extérieurement au fond inférieur de la boîte. Cette résistance sert de référence pour les étages de régulation qui sont en sortie du pont de mesure.

3-6-1- Premiers essais

Pendant les premiers essais, cette résistance a été mesurée par un pont de mesure en 3 fils. Nous pouvions utiliser ainsi nos ponts 4 fils (de meilleure résolution) : *i*) pour des mesures de vérification de la stabilité de la boîte à l'aide d'autres thermomètres germanium, et *ii*) pour effectuer des essais avec l'étage intermédiaire. Notre mesure de vérification par un autre thermomètre, vissé près de la résistance de référence et mesuré par un pont 4-fils, a révélé que la stabilité en température obtenue était alors au mieux de l'ordre de $\pm 10 \mu\text{K}$ sur les courtes durées (de quelques minutes). Des dérives lentes de la température moyenne étaient observées sur les longues durées (de plusieurs heures). A posteriori, la grandeur de ces dérives est difficile à évaluer à cause des problèmes de stabilité du pont 4-fils identifiés bien après cette série de mesures (voir chapitre "Thermométrie résistive"). Bien qu'elles soient en partie dues aux instabilités mêmes dans le pont 3-fils, d'autres sources de fluctuations lentes ont aussi été identifiées, comme nous le détaillons dans la suite. Il existe aussi des oscillations de températures plus rapides (périodes de quelques secondes).

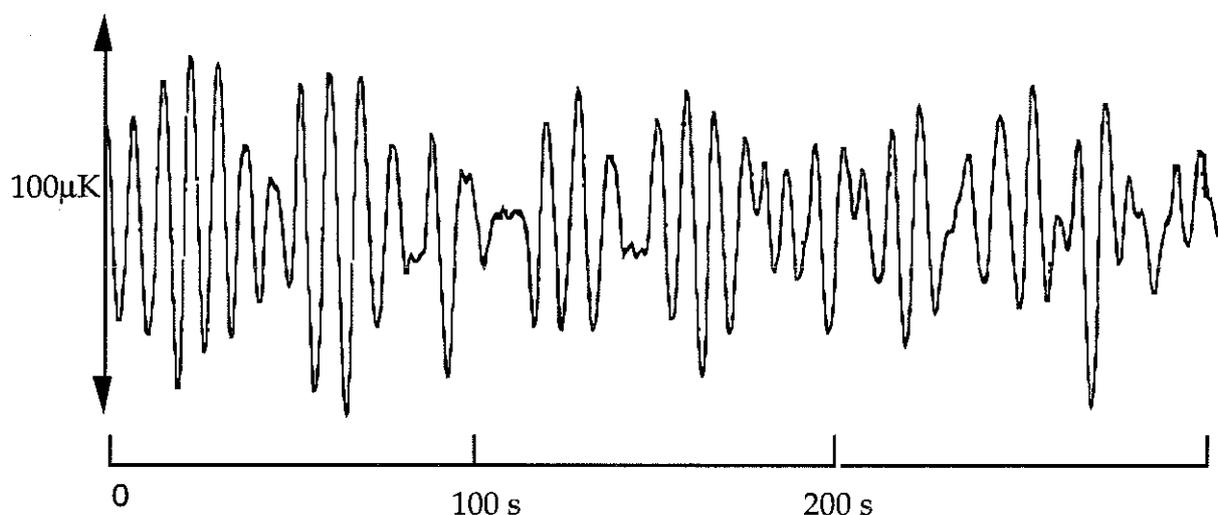
3-6-2- Influence du niveau du bain principal

Nous avons remarqué que la puissance de chauffage de la boîte, envoyée par l'appareil de régulation, était fortement liée au niveau d'hélium liquide dans le bain principal, ce qui limite la dynamique nécessaire à une bonne stabilisation. Cet effet était dû au couplage thermique par rayonnement entre le tuyau de pompage de la boîte et le tube de support du calorimètre qui l'entoure et qui est plongé dans le bain principal. Un thermomètre monté sur le tuyau de pompage à environ 20 cm au dessus de la boîte a indiqué un changement de température en ce point de plusieurs kelvin suivant le niveau du bain principal. Un deuxième système de régulation de température a donc été mis en oeuvre en ce point du tube de pompage (qui est composé d'un petit bloc de cuivre où se trouve un piège à radiation interne au tube de pompage) pour le maintenir à une température stable

autour de 10 kelvins. Une puissance de chauffage de 20 mW est nécessaire pour maintenir cette température. Avec ce dispositif, le niveau de puissance du chauffage de la boîte devient alors presque indépendant du niveau du bain.

3-6-3- Influence des bulles de gaz provenant du capillaire

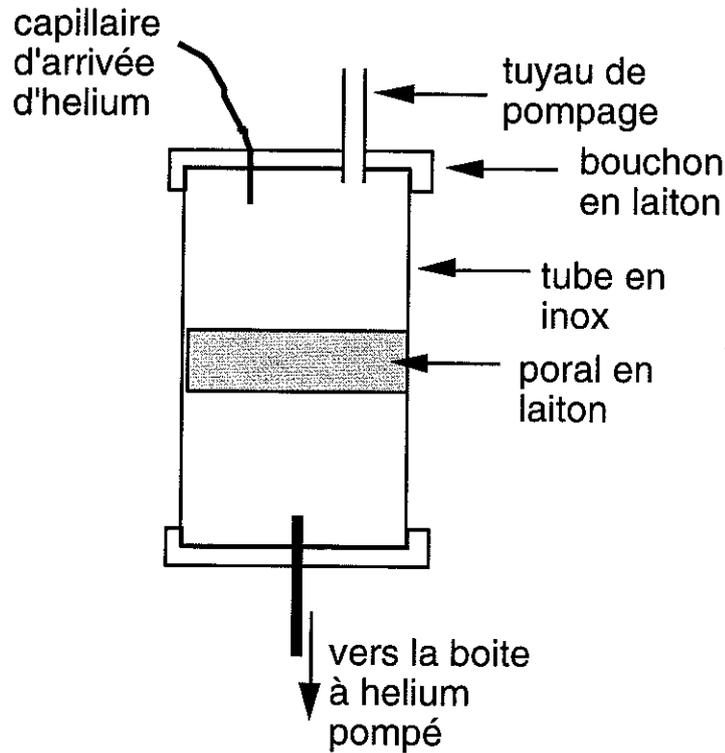
La stabilité sur les courtes périodes était limitée par des oscillations de température quasi-périodiques avec une période entre 4 et 9 secondes et une amplitude entre $10\mu\text{K}$ et $100\mu\text{K}$ selon les conditions de l'essai (voir figure ci-dessous).



Enregistrement de la température de la boîte à helium pompé ($T=1,73\text{K}$). Nous avons utilisé le pont 3-fils pour la régulation et un pont 4-fils pour la mesure du thermomètre. Le filtrage de sortie est de 0.3 s.

Il y avait une certaine corrélation entre ces fluctuations et le courant de chauffage du capillaire. Cette dernière observation nous a amené à penser que ces fluctuations peuvent être dues à l'alternance entre des bulles de gaz et des gouttes de liquide à l'arrivée du capillaire dans la boîte. Un séparateur de phase a donc été installé (voir figure ci-dessous).

Ce séparateur est un cylindre avec deux volumes séparés par un disque en "poral" (de la poudre de laiton frittée). Dans la partie supérieure, il y a une entrée pour le capillaire venant du bain et une sortie évacuant le gaz par un petit tuyau de pompage. Ce dernier est lié en haut du cryostat au pompage de la boîte à hélium. Le liquide traverse le poral pour s'accumuler dans le volume inférieur avant d'arriver dans la boîte. Avec ce séparateur de phase les plus grandes des fluctuations sont amorties, mais son rôle est mal compris puisque le fait de pomper ou non sur son tuyau de pompage a très



peu d'effet sur la grandeur des oscillations. En réalité, le séparateur agit plutôt comme un tampon qui évite des grosses fluctuations de débit à l'arrivée du capillaire dans la boîte. On obtient ainsi des oscillations limitées à $5 \mu\text{K}$ d'amplitude. Ces oscillations sont un peu plus grandes dans le cas où le bain principal est maintenu à $2,17 \text{ K}$, la puissance de chauffage du capillaire étant plus importante.

3-6-4- Modification possible pour une meilleure stabilisation

Nous verrons que l'étage intermédiaire, une fois réglé, ne présente plus d'oscillations basse fréquence de $5 \mu\text{K}$.

On peut tout de même proposer une solution pour atténuer ces oscillations sur la boîte elle-même. Celles-ci proviennent des fluctuations thermiques de l'Helium qui se transmettent quasi immédiatement (à notre échelle) à la boîte en cuivre avec un temps de réponse :

$$\tau (\text{He} \rightarrow \text{Cu}) = C_P(\text{Cu}) R_K \approx 2 \cdot 10^{-4} \text{ seconde à } 2 \text{ K}$$

Ici, R_K est la résistance de Kapitza entre l'Helium liquide et le cuivre de la boîte. C_P est la capacité calorifique de notre boîte en cuivre (poids 180 g) : $C_P \approx 2,7 \cdot 10^{-3} \text{ J/K}$ à 2 K . Pour notre boîte à moitié remplie (2 cm de hauteur d'Helium), la surface à prendre en compte pour le calcul de R_K ($\approx 3 \text{ cm}^2 \text{ K/W}$ à 2K) est de 36 cm^2 . Pour notre système, on trouve : $R_K \approx 0,8 \text{ K/W}$ à 2 K dont on déduit une valeur très faible de $\tau (\text{He} \rightarrow \text{Cu})$: $2 \cdot 10^{-4} \text{ seconde à } 2 \text{ K}$.

Par contre, si on veut rattraper les fluctuations thermiques de l'Helium avec un chauffage situé sur la boîte (comme dans notre cas), le temps de réponse est cette fois commandé par la capacité calorifique $C_P(\text{He}) = 19 \text{ J/K}$ de notre volume d'Helium (25 cm^3). On en déduit un temps de réponse

$$\tau (\text{Cu} \rightarrow \text{He}) = C_P(\text{He}) R_K \approx 1,5 \text{ seconde à } 2 \text{ K}$$

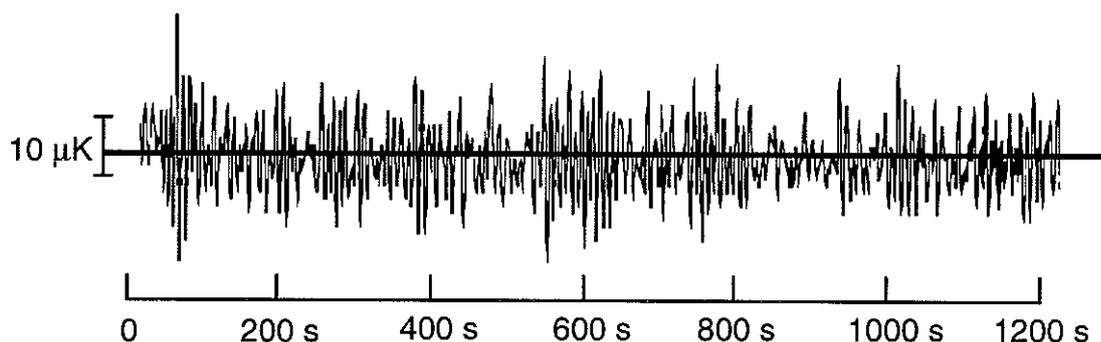
Ce temps est beaucoup trop long pour que notre système de régulation puisse efficacement rattraper les fluctuations de température d l'Helium.

Pour diminuer ce temps $\tau (\text{Cu} \rightarrow \text{He})$ et pouvoir réguler plus efficacement la température de l'Helium, il faudrait augmenter la surface de contact Cuivre-Helium, par exemple en installant des ailettes en cuivre dans la boîte, fixées thermiquement à celles-ci : avec 13 ailettes de 4 cm de diamètre, on multiplierait par 10 la surface de contact cuivre-Helium, et on diviserait par 10 le temps de réponse $\tau (\text{Cu} \rightarrow \text{He})$.

3-7. Performances finales

Nous avons en définitive employé un pont 4-fils (modifié pour obtenir une excellente stabilité de l'électronique de mesure) pour réguler la température de la boîte.

Avec l'ensemble des dispositifs décrits plus haut, nous avons une stabilité de température moyenne de $1 \mu\text{K}$ sur des temps longs (des heures, des jours...) et des fluctuations de $\pm 5 \mu\text{K}/\sqrt{\text{Hz}}$ de période quelques secondes, ceci pour des températures de la boîte dans la gamme $1,35 \text{ K} - 2 \text{ K}$.



Enregistrement de la température de la boîte pendant 20mn (filtrage : 0,3 s.)

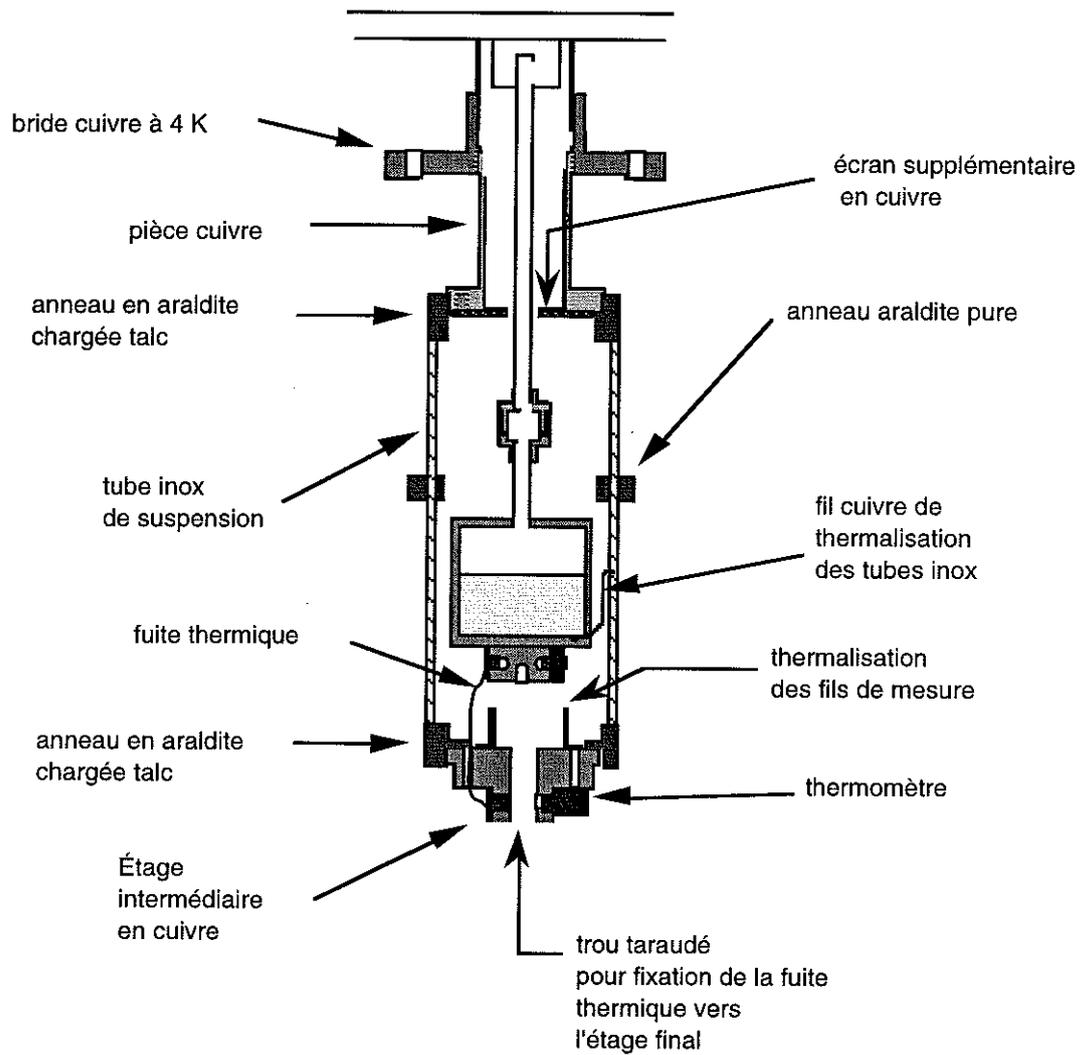


Schéma de l'étage intermédiaire, de sa suspension, de la fuite thermique vers la boîte à helium pompé, de l'écran supplémentaire (voir texte).

4. Étage Intermédiaire

La température de la boîte pompée est fixée autour de 1,8K pour les essais que nous avons réalisés (étage final entre 2 K et 2,17 K). Cette source froide est donc maintenue à température fixe après un temps suffisant pour obtenir une stabilité au μK près sur de longues périodes. C'est l'étage final dont nous voulons varier la température à volonté. Mais pour minimiser les apports de chaleurs parasites, nous avons construit un étage de régulation et de thermalisation intermédiaire dont la température est maintenue à quelques microkelvins au-dessous de celle de l'étage final.

Les fils de mesures allant à l'étage final sont soigneusement thermalisés à cet étage, et un écran de radiation cylindrique en cuivre, vissé à l'étage intermédiaire, entoure complètement l'étage final.

4-1. Description de l'étage

C'est un cylindre de cuivre massif totalement doré, percé de nombreux trous (taraudés ou non) qui servent pour le montage des thermomètres et le passage et thermalisation des fils et des capillaires qui descendent jusqu'à l'étage final.

L'étage est suspendu à la bride du calorimètre (qui est à la température du bain) par quatre capillaires en acier inoxydable. Ces capillaires sont encastrés et collés à l'araldite en haut et en bas dans des anneaux en Araldite chargée talc. Cette armature est rigidifiée à mi-hauteur par un anneau en araldite pur. La conduction thermique à travers ce support est d'environ $10\mu\text{W/K}$ pour un bain à 4,2K, l'étage étant à 2 K. Pour réduire le couplage entre l'étage intermédiaire et le bain, les capillaires de suspension sont liés à mi-hauteur à la boîte à Helium pompé par des fils en cuivre.

Deux jauges de contrainte platine-tungstène sont collées sur la surface supérieure de l'étage et servent de chauffages.

4-2. Thermalisation des fils de mesure allant vers l'étage final

Tout fil qui descend à l'étage final passe par l'étage intermédiaire, des connecteurs électriques sont prévus à cet effet. Des tiges en cuivre filetées et vissées directement dans l'étage servent pour thermaliser les fils de mesure

des thermomètres : ces fils, sur une longueur de 15cm, sont bobinés sur les tiges et collés avec du Stycast 2850. Les fils de chauffage passent par des relais en Kapton cuivré collés sur des tiges. L'étage est aussi équipé de contacts à vis supraconducteur blindés qui servent de relais et de point de thermalisation pour les fils du transformateur de flux utilisé pour les mesures magnétiques décrites au chapitre III.

4-3. Lien thermique à la boîte d'hélium pompé

L'étage intermédiaire est couplé à la boîte à hélium pompé par une résistance thermique constituée de 7 fils de cuivre de $\varnothing 0,3\text{mm}$ et de longueur 30mm. La valeur de cette résistance est calculée pour amortir les fluctuations rapides de température provenant de la boîte à hélium pompé sans être suffisamment grande pour poser des problèmes de refroidissement d'une cellule d'hélium montée sur l'étage final. Une résistance d'environ : 6.10^2 KW^{-1} à 2K a été mesurée pour les fils utilisés, et la constante de temps thermique entre l'étage intermédiaire et la boîte à hélium pompé est d'environ huit secondes.

4-4. Régulation de température

La température de l'étage intermédiaire est mesurée par une résistance germanium (réf. Lakeshore GR-200A-2500) vissée à sa surface inférieure. La valeur de cette résistance est mesurée par un pont 4 fils.

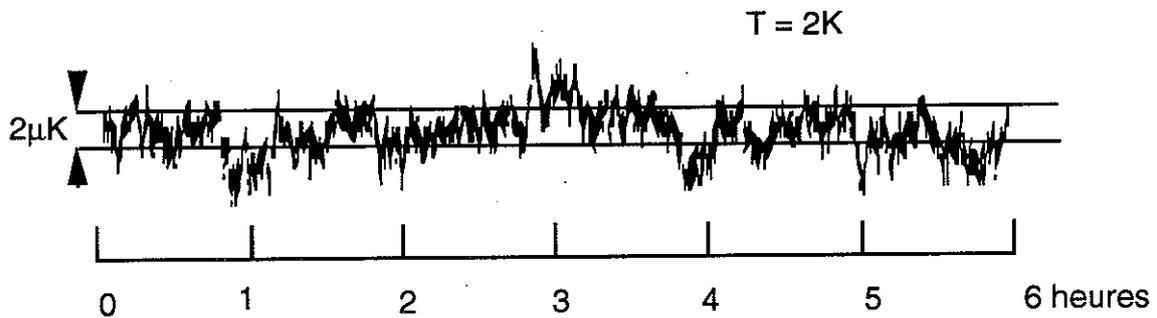
a) Sans régulation de l'étage intermédiaire, la température de cet étage suit celle de la boîte d'hélium pompée. Pour obtenir une bonne stabilité il faut éliminer toute source non contrôlée de radiation thermique. L'étage intermédiaire se trouve en dessous de la boîte à hélium pompé qui devrait donc écranter les radiations venant de la partie haute du calorimètre. En réalité, nous avons constaté que la température de l'étage intermédiaire était sensible au niveau d'hélium dans le bain principal. Ceci signifie que des radiations arrivent depuis le tube central (ou se trouve le tube de pompage de la boîte). Ces radiations chauffent l'étage de quelques dizaines de μK . Pour supprimer ces radiations, un écran supplémentaire a été installé au dessus de la boîte hélium, au niveau de la bride cuivre du calorimètre se trouvant dans le bain, en prenant soin de ne laisser de place qu'aux passages des tuyaux de pompage et de capillaires.

La stabilité obtenue en temps court (quelques secondes) et sans régulation de cet étage est alors de l'ordre de $4\mu\text{K}/\sqrt{\text{Hz}}$, et la stabilité en temps long est la même que pour la boîte pompée.

b) Avec régulation de l'étage intermédiaire

Lorsqu'on se sert d'une boucle de régulation pour rattraper les fluctuations de la puissance de refroidissement de la boîte pompée, on arrive à stabiliser la température à $< 0,7\mu\text{K}/\sqrt{\text{Hz}}$ sur des durées de l'ordre d'une heure et on remarque quelques fluctuations de l'ordre de $\pm 1 \mu\text{K}$ sur plusieurs heures .

Cette stabilité est vérifiée par un deuxième thermomètre à germanium monté sur l'étage intermédiaire (voir l'enregistrement ci-dessous) . Un courant d.c. est injecté dans un des chauffages pour rapprocher la température de celle de l'étage final. Une puissance de régulation bien inférieure est injectée dans l'autre. Si la boîte à hélium pompé est à 1,8K, l'injection d'une puissance constante d'environ 9mW est suffisante pour maintenir l'étage autour de 2,2K. Une puissance de régulation de quelques μW est alors suffisante pour assurer une température stable.



Enregistrement de la température de l'étage intermédiaire (filtrage 1 seconde)

5. Étage Final

5-1. Description de l'étage

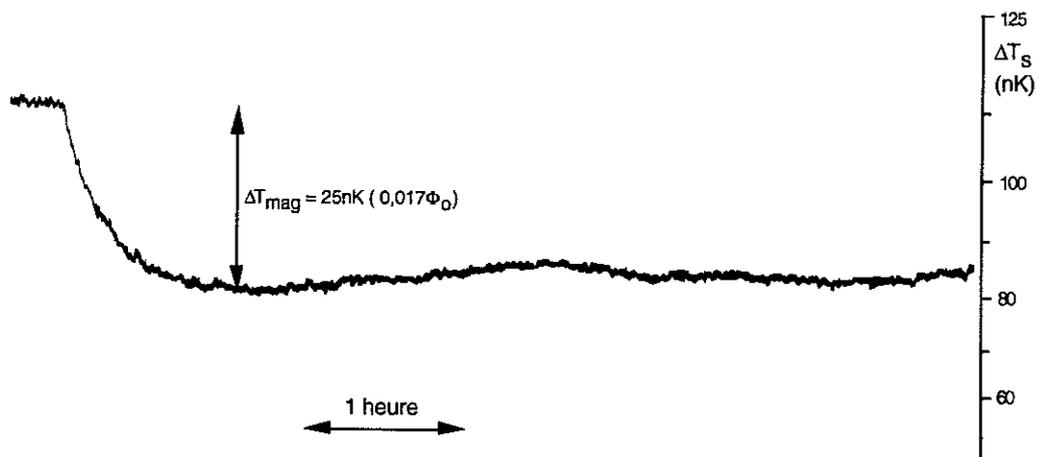
L'étage final, comme l'étage intermédiaire, est une plaque cylindrique en cuivre doré. Il comprend plusieurs trous taraudés pour le montage et thermalisation de divers thermomètres et cellules de mesure. Le tout est entouré par un écran à radiations vissé à l'étage intermédiaire.

Plusieurs thermomètres sont utilisés :

- des thermomètres résistifs Germanium
- un thermomètre magnétique dont la détection de susceptibilité est réalisée avec un dispositif utilisant un SQUID
- un thermomètre haute résolution utilisant les propriétés de la transition superfluide, et donc fonctionnant uniquement à 2,17K mais permettant de tester la stabilité de l'étage.

Avant de détailler la conception et les choix associés à cet étage, nous donnons immédiatement la performance de cet étage :

Lorsque la température est mesurée par le thermomètre à haute résolution, il est possible d'obtenir une stabilité en température $< 0,8\text{nK}/\sqrt{\text{Hz}}$ sur les courtes durées avec une dérive lente $< 2\text{nK}/\text{heure}$.



Evolution de la température pendant 6 heures après un changement du point de consigne de 25 nK imposé par la régulation de température utilisant la mesure magnétique. La température est mesurée grâce à la cellule utilisant la transition superfluide de l'hélium 4

5-2. Lien thermique avec l'étage intermédiaire

L'étage final est suspendu à l'étage intermédiaire par un tube en laiton. Le tube est terminé à chaque bout par une vis en cuivre, l'une à pas droit qui rentre dans l'étage intermédiaire et l'autre à pas gauche qui rentre dans l'étage final. L'étage final peut être monté sur l'étage intermédiaire sans tourner l'un par rapport à l'autre, un bon couplage thermique étant assuré par les vis. Les dimensions du tube peuvent être choisies selon la capacité thermique de l'étage final, la cellule de mesure et la constante de temps thermique désirée. Pour nos essais, on a utilisé un tube de longueur 20mm et diamètres 9mm x 8mm, qui représente une résistance thermique d'environ 10^3 KW^{-1} à 2K. La constante de temps thermique est environ de 5 secondes pour l'étage nu à 2K, mais monte jusqu'à 30 secondes en présence de la cellule de détermination du point lambda qui contient environ $0,05\text{cm}^3$ d'hélium superfluide.

5-3. Régulation de température

La température de l'étage final est maintenue à quelques microkelvins au-dessus de celle de l'étage intermédiaire par un chauffage en fil de constantan, bobiné non-inductivement sur une tige en cuivre et collé avec du vernis GE7031. Grâce à l'écran de radiation qui l'entoure, les apports de chaleur par radiation sont complètement négligeables. Tous les fils et les capillaires qui descendent à l'étage final sont thermalisés à l'étage intermédiaire. Il n'y a donc aucun chemin thermique direct vers l'étage final qui ne passe par l'étage intermédiaire.

Références

[Ber68] B. Bertman et T.A. Kitchens , *Cryogenics* , p.36, February 1968

Chapitre II : THERMOMÉTRIE RÉSISTIVE

1. Introduction générale

2. Thermomètres

2-1. Sensibilité d'un thermomètre

2-2. Choix de la résistance

3. Bruit de mesure

3-1. Bruit Johnson du thermomètre

3-2. Bruit de tension de l'électronique de détection

3-2-1. Principe des ponts de mesure "4-fils"

3-2-2. Ponts 4-fils "haute impédance"

3-2-3. Ponts 4-fils "basse impédance"

4. Stabilité en température des ponts de mesure

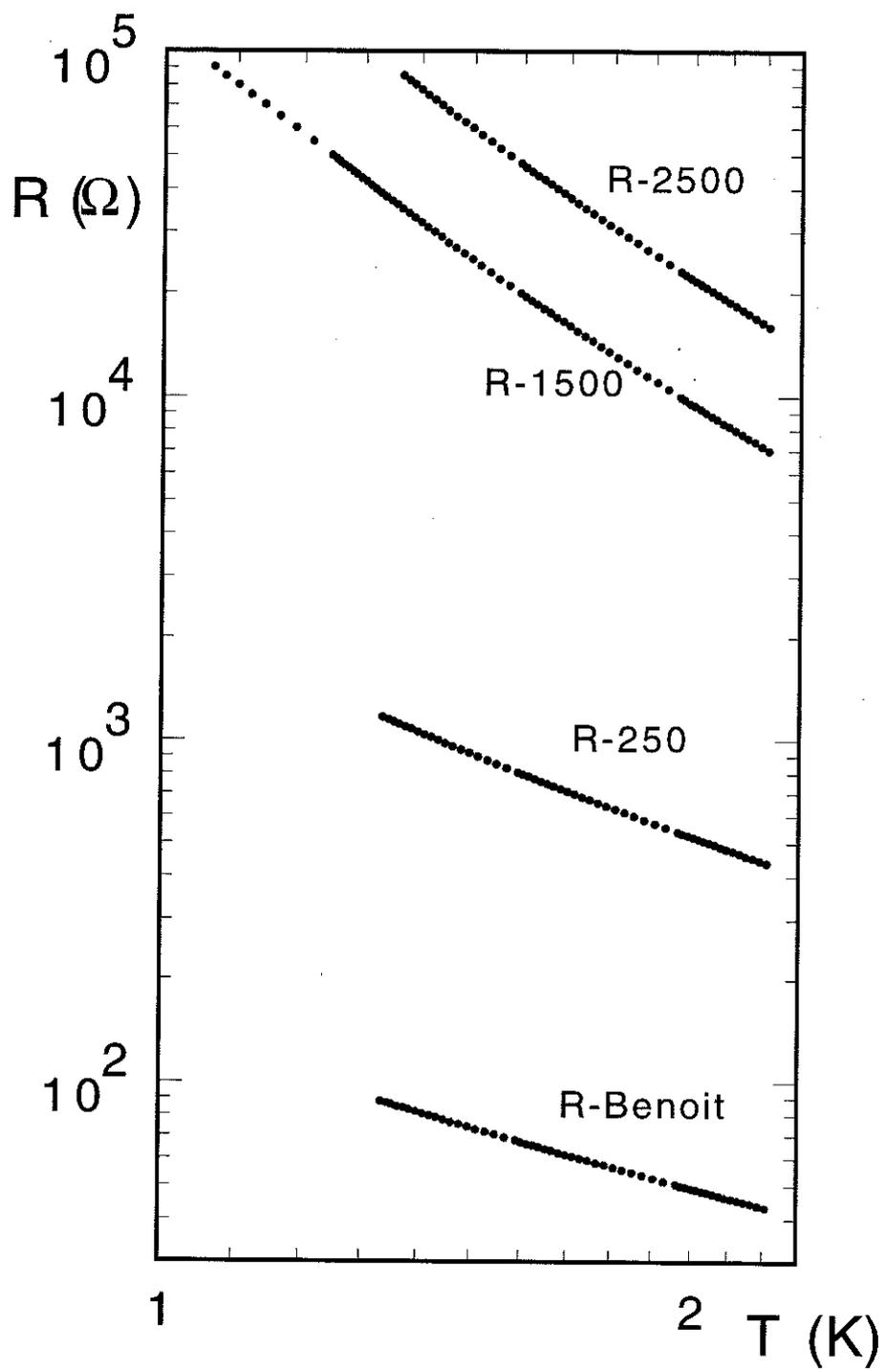
5. Limitation de la puissance injectée, problème de thermalisation

5-1. Thermalisation des thermomètres

5-2. Problème de la puissance injectée

5-3. Problèmes liés à l'échauffement du thermomètre,
modification de l'électronique

6. Performances finales



1 - Introduction générale

Il est possible, avec beaucoup de précautions, de réguler un élément au μK près avec une thermométrie résistive utilisant des résistances Germanium, permettant donc de couvrir une gamme assez large de températures.

Nous avons utilisé comme thermomètres Germanium, 3 sondes de provenance Lakeshore, et une 4ème fournie par Alain Benoit. Nous avons commandé des sondes Lakeshore ayant des résistances à 4 K respectivement d'environ 2500Ω (R-2500), 1500Ω (R-1500) et 250Ω (R-250). Nous avons étalonné l'ensemble de ces résistances entre 4K et 1.3K à l'aide d'une résistance étalonnée par J. Odin. Sur la figure ci-contre, nous montrons leur dépendance en température (en diagramme Log-Log) dans la gamme 1,3 K - 2,2 K qui nous intéresse dans notre étude.

Les principaux problèmes à résoudre pour obtenir une mesure au μK près sont les suivants :

1) Nous avons besoin d'un thermomètre sensible, donc qui donne la plus grande variation relative de résistance par μK . Nous allons donner les raisons de notre choix dans la section 2

2) En pratique, avec une thermométrie résistive, on mesure une tension $V = RI$. C'est le rapport signal sur bruit ($V/\delta V$) de la mesure de résistance qui va déterminer la résolution ultime δT de la mesure de température. La limitation de ce rapport provient de deux problèmes :

i - Le bruit de tension résulte de deux sources non corrélées : la tension δV_j de bruit Johnson de la résistance à mesurer et la tension de bruit δV_e de l'électronique de détection ramenée à l'entrée. La tension de bruit totale δV est donnée par :

$$\delta V = \sqrt{\delta V_j^2 + \delta V_e^2}$$

Il faut donc considérer soigneusement le schéma de la détection et calculer le bruit en provenant pour déterminer celle des deux sources dont le bruit sera dominant. C'est ce que nous allons détailler dans la section 3.

ii - Le signal est proportionnel à la tension V dans la résistance : la limitation proviendra de l'impossibilité d'assurer un contact thermique parfait entre le cristal résistif de Germanium et la partie dont on veut mesurer la température. C'est de la capacité de ce contact thermique à évacuer la puissance dissipée dans le thermomètre que dépendra la tension maximum V applicable pour ne pas surchauffer notablement le cristal en regard de la résolution en température exigée. C'est l'objet de la section 5

3) Pour obtenir non seulement une résolution mais aussi une stabilité au μK près, il faut résoudre toute une série de problèmes pour assurer une excellente stabilité de l'électronique de détection. C'est ce que nous détaillerons dans la section 4

2 - Thermomètres

2-1. Sensibilité du thermomètre

On introduit le paramètre α qui caractérise la sensibilité du thermomètre :

$$\frac{\Delta R}{R} = \alpha \Delta T$$

Nous avons dérivé les données $R(T)$ pour calculer le paramètre α pour nos 4 résistances (voir figure ci-dessous) en dérivant numériquement sur 5 points.

Comme nous mesurons une tension $V = RI$, nous pouvons donc réécrire l'expression précédente sous la forme :

$$\Delta T = \frac{1}{\alpha} \frac{\Delta V}{V}$$

La variation minimum δT de température que nous pourrions détecter va donc être limitée par la tension de bruit totale δV due à la résistance (tension de bruit Johnson) et à l'électronique de détection et par la tension maximum applicable pour ne pas surchauffer le thermomètre :

$$\delta T = \frac{1}{\alpha} \frac{\delta V}{V}$$

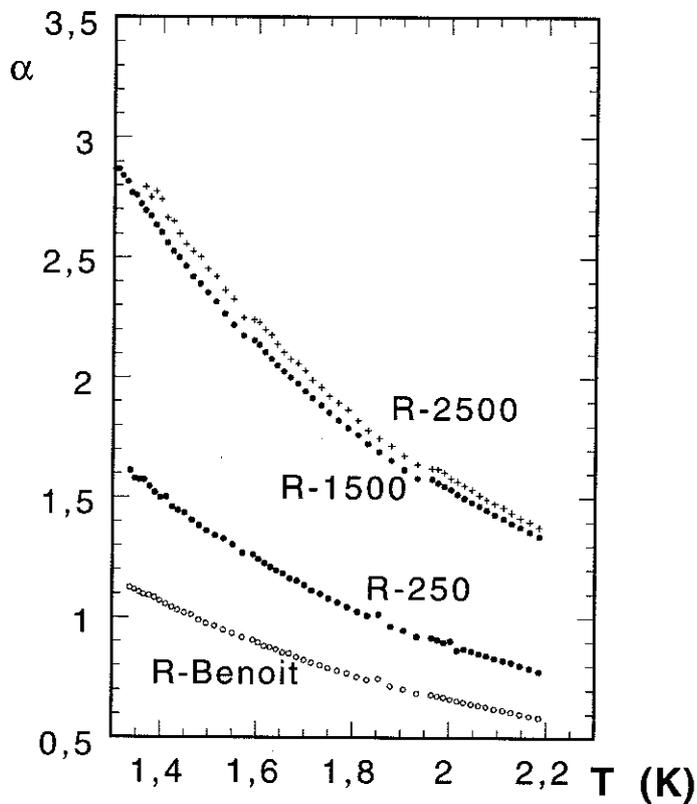
Nous avons donc intérêt à choisir des résistances dont le paramètre α a la plus grande valeur possible

2-2. Choix de la résistance

On peut obtenir une grande valeur de α en mesurant la résistance d'un supraconducteur en milieu de transition supraconductrice. En pratique, il est possible d'obtenir α supérieur à 30 pour de l'aluminium granulaire ayant une température de transition vers 1.8 à 2 K^[Deu73]. La résistance à mesurer est de l'ordre de quelques Ω pour une épaisseur de 700 Å et une

surface de 1x10mm. Mais évidemment, une seule valeur de température est possible, sauf si on applique un champ magnétique (de très grande stabilité pour conserver une bonne définition de température !) pour changer la température de transition^[Deu77].

Les thermomètres résistifs classiques sont évidemment moins sensibles : pour les thermomètres Germanium Lakeshore "GR-200B-1500" (10 k Ω à 2K) et "GR-200B--2500" (20 k Ω à 2K) que nous avons utilisés, nous avons $\alpha \approx 1,55$ vers 2 K. Pour les autres thermomètres que nous avons utilisés, α est encore plus faible (voir figure). Mais l'utilisation des thermomètres résistifs est plus souple pour couvrir une grande gamme de température.



3 - Bruit de mesure

3-1 Bruit Johnson de la résistance à mesurer

La tension δV_j de bruit Johnson d'une résistance R placée à une température T est donnée, pour une fenêtre de fréquence Δf , par la formule :

$$\delta V_j = \sqrt{4 k_B T R \Delta f} \quad (\text{Eq.1})$$

ou, de façon équivalente, en faisant apparaître la puissance injectée $P=V^2/R$:

$$\delta V_j / V = \sqrt{\frac{4 k_B T}{P}} \cdot \sqrt{\Delta f} \quad (\text{Eq.2})$$

On voit ici que le rapport signal sur bruit ne dépend que de la puissance injectée et non de la valeur de la résistance. Cette dernière expression nous permet de calculer l'écart de température δT_j minimum mesurable :

$$\delta T_j = \frac{1}{\alpha} \sqrt{\frac{4 k_B T}{P}} \cdot \sqrt{\Delta f} \quad (\text{Eq.3})$$

On voit ici que, en l'absence d'autres sources de bruit, la limitation en résolution de température dépendra à la fois :

- i-* de la capacité du contact thermique, entre cristal et platine dont on veut mesurer la température, à évacuer la puissance dissipée,
- ii-* de la valeur du paramètre α .

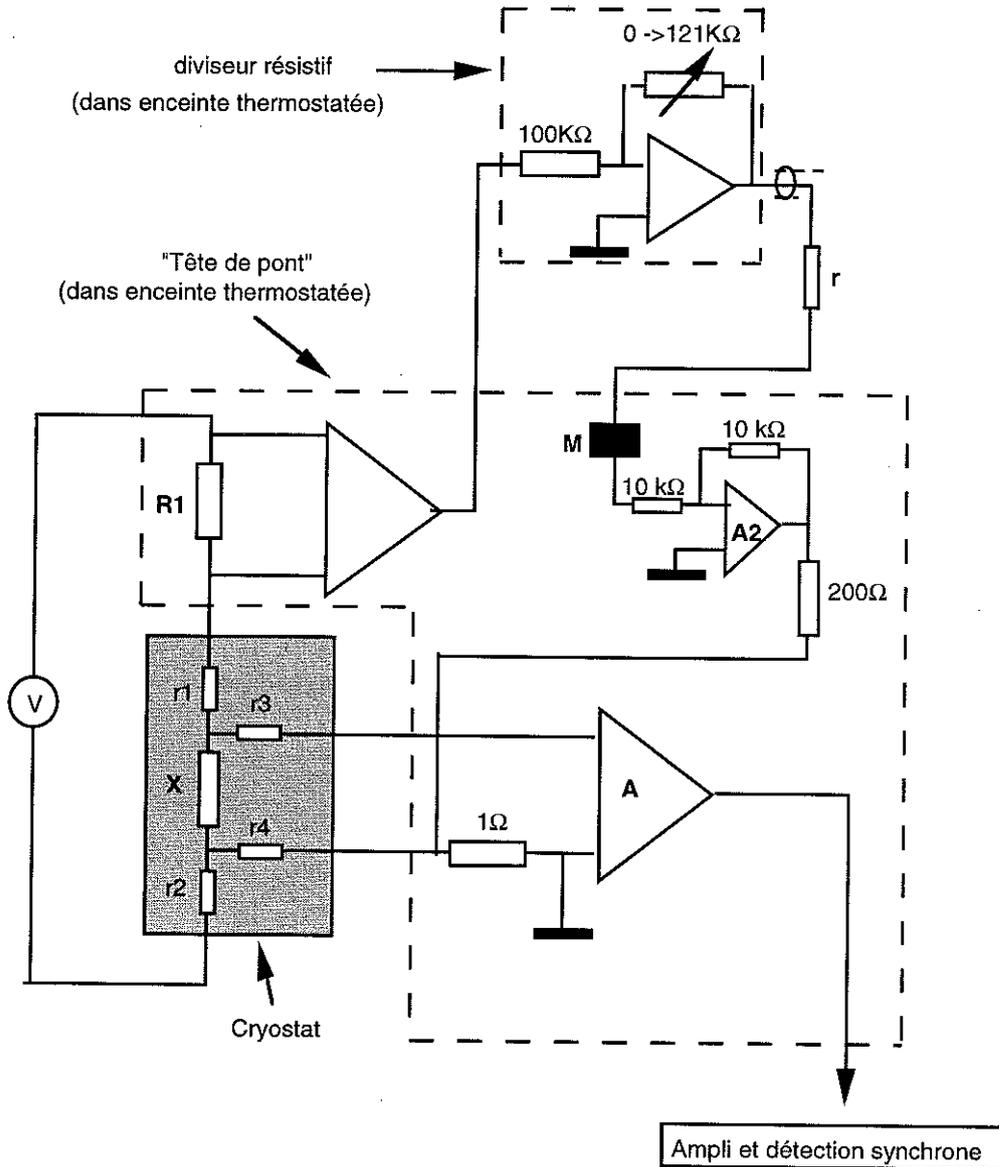
Pour donner un exemple, nous pouvons calculer la tension de bruit Johnson pour une résistance de 10 k Ω à 2K (cas des "GR-200B-1500") :

$$\delta V_j \approx 1 \text{ nV} / \sqrt{\text{Hz}} \quad (\text{\AA partir de l'\'equation 1})$$

Pouvoir mesurer 1 μK avec une constante de temps de 1 seconde ($\Delta f = 1\text{Hz}$) implique que l'on doit appliquer une puissance de :

$$P = 5 \cdot 10^{-11} \text{ W} \quad (\text{\AA partir de l'\'equation 3})$$

Schéma de principe du pont 4-fils



- A :** Préampli à FET d'entrée (gain 1000) dans le pont "haute impédance"
 Transformateur, suivi d'un ampli à FET d'entrée dans le pont "basse impédance"

3-2 Bruit de tension de l'électronique de détection

En fait le résultat précédent est "optimiste". En effet, la tension de bruit δV_e due à l'électronique de détection peut être bien supérieure à la tension de bruit Johnson $\delta V_j \approx 1 \text{ nV}/\sqrt{\text{Hz}}$ calculée ci-dessus et la puissance à appliquer bien supérieure à celle précédemment calculée pour obtenir une résolution de température équivalente.

Nous utilisons des ponts 4-fils de marque Barras-Provence (sous licence CRTBT) et un pont 3-fils ancien de conception CRTBT.

Les fréquences de ces ponts sont différentes de façon à éviter les battements entre eux : les fréquences de nos 3 ponts 4-fils sont de 32 Hz, 38 Hz et 85 Hz. La fréquence du pont 3-fils est de 220 Hz.

Avant de détailler les problèmes de bruits dus à la détection, nous allons présenter schématiquement le principe des ponts de mesure utilisés. C'est dans la section 4 que nous présenterons les modifications que nous avons apportées à ces ponts pour améliorer sensiblement leur stabilité.

3-2-1 Principe de nos ponts 4-fils

Il se compose de 3 éléments:

- un détecteur multifonction comprenant
 - l'oscillateur délivrant une tension sinusoïdale, suivi d'un diviseur de tension,
 - un ampli à gain variable suivi de filtres et d'une détection synchrone double,
 - une régulation de température P.I.D.
- une tête de pont comprenant les éléments sensibles : fabrication de la tension d'opposition, préampli très bas-bruit de gain 10^3 .
- un diviseur de tension résistif (ou inductif) qui permet d'ajuster la tension d'opposition.

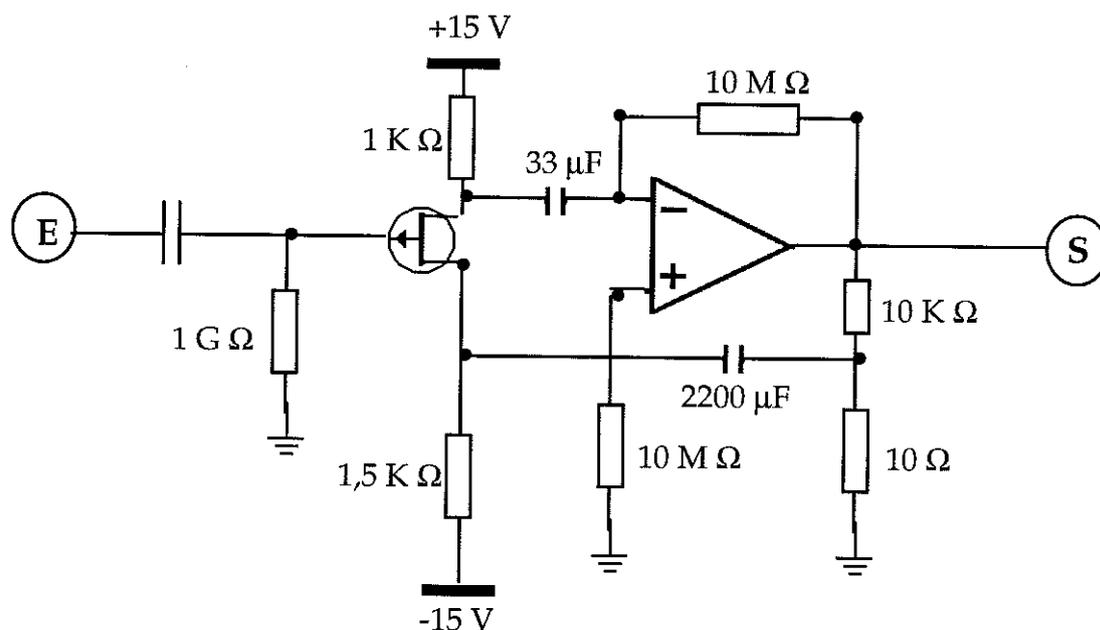
Ces ponts sont conçus pour apporter un bruit de tension qui ne soit pas trop supérieur au bruit Johnson de la résistance à mesurer à basse température.

Néanmoins nous allons voir que très souvent, pour nos valeurs de résistances des thermomètre, c'est la tension de bruit de l'électronique qui l'emporte.

3-2-2 Ponts 4-fils "haute impédance".

Dans ces ponts que nous utilisons pour la mesure des résistances GR-200B-1500 et 2500), le bruit de tension due à l'électronique l'emporte dès que la résistance à mesurer à 2K est inférieure à 250 k Ω .

En effet, dans ce pont, la tension aux bornes de la résistance est directement amplifiée par un amplificateur à transistor FET très bas bruit (de type Crystalonics 2N6550/CM860) qui a une tension de bruit ramenée à l'entrée de 4 à 7 nV / $\sqrt{\text{Hz}}$ à 30 Hz, de 3 à 5 nV / $\sqrt{\text{Hz}}$ vers 100 Hz, i.e. la valeur obtenue pour le bruit Johnson d'une résistance de 150 - 200 k Ω à 2K.



Schema de l'étage amplificateur bas niveau

D'autres sources de bruit existent mais le pont est conçu pour qu'elles apportent une contribution inférieure à celle du FET d'entrée :

a) la tension de bruit $\delta V = 130 \text{ nV} / \sqrt{\text{Hz}}$ due à la résistance de référence $R_1 = 1 \text{ M}\Omega$ (utilisée pour la mesure de résistance $X = 1 \text{ à } 11 \text{ k}\Omega$) est divisée par un facteur 200 dans le dispositif créant la tension d'opposition. Le bruit apporté par les résistances (100 k Ω typiquement) du diviseur résistif est encore plus négligeable.

b) Le préampli est constitué d'un étage à FET d'entrée de gain 20 suivi d'un ampli opérationnel ("LF 356") de tension de bruit $35 \text{ nV}/\sqrt{\text{Hz}}$ entre 30 et 80 Hz, qui ramené à l'entrée du FET est égale à environ $2 \text{ nV}/\sqrt{\text{Hz}}$. En remplaçant la résistance X par un court-circuit, nous avons mesuré la tension de bruit ramenée à l'entrée. Nous avons trouvé des valeurs proches de celles prévues pour la tension de bruit du FET : $\delta V_e = 4 \text{ nV} / \sqrt{\text{Hz}}$ pour le pont à 32 Hz, $6,6 \text{ nV} / \sqrt{\text{Hz}}$ pour le pont à 85 Hz. Cette tension de bruit δV_e correspond à celle d'une résistance de 250 k Ω placée à 2 K.

La tension de bruit de l'électronique de détection l'emportant, nous pouvons calculer la résolution de température possible en fonction de la puissance injectée :

$$\delta T = \frac{1}{\alpha} \frac{\delta V_e}{V} = \frac{\delta V_e}{\alpha \sqrt{RP}} \quad (\text{Eq.4})$$

Avec $\alpha \approx 1,55$ et pour obtenir une résolution meilleure que $1 \mu\text{K}/\sqrt{\text{Hz}}$, on doit appliquer une puissance au moins égale à 1 nW. Cela pose des problèmes de thermalisation importants entre le cristal de Germanium et le bloc dont on veut mesurer la température. C'est ce que nous allons détailler plus loin.

3-2-3 Ponts 4-fils "basse impédance".

Avec ce pont, on s'attendait à avoir une tension de bruit qui soit essentiellement due à la résistance R du thermomètre. Dans ce pont, la tension aux bornes de la résistance est d'abord amplifiée par un transformateur de rapport N placé dans la tête de pont, puis par un ampli à FET d'entrée. La résistance fournie par Alain Benoit est de 50 Ω à 2 K, sa tension de bruit est $\delta V_j = 0,07 \text{ nV}/\sqrt{\text{Hz}}$.

Nous avons mesuré la tension de bruit du FET : $\delta V_e = 3 \text{ nV}/\sqrt{\text{Hz}}$. Cette tension ramenée à l'entrée du transformateur (N=100) est négligeable devant δV_j .

Si donc on prend seulement en compte la tension de bruit de la résistance à mesurer, on aurait à appliquer une puissance de 0,2 nW pour obtenir une résolution de $1 \mu\text{K}/\sqrt{\text{Hz}}$ (pour ce calcul nous avons pris $\alpha \approx 0,68$, donné par notre étalonnage).

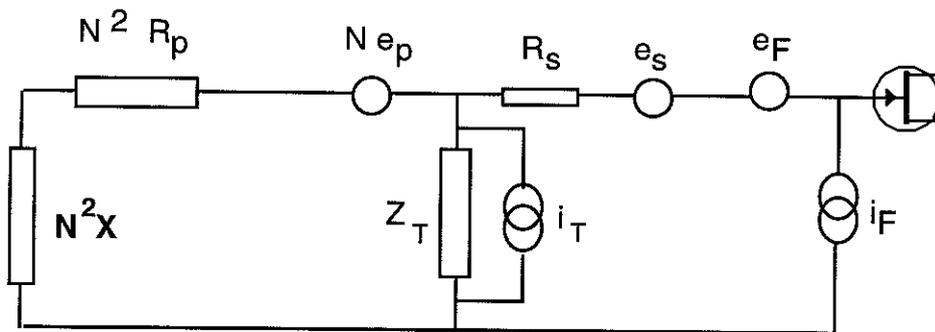
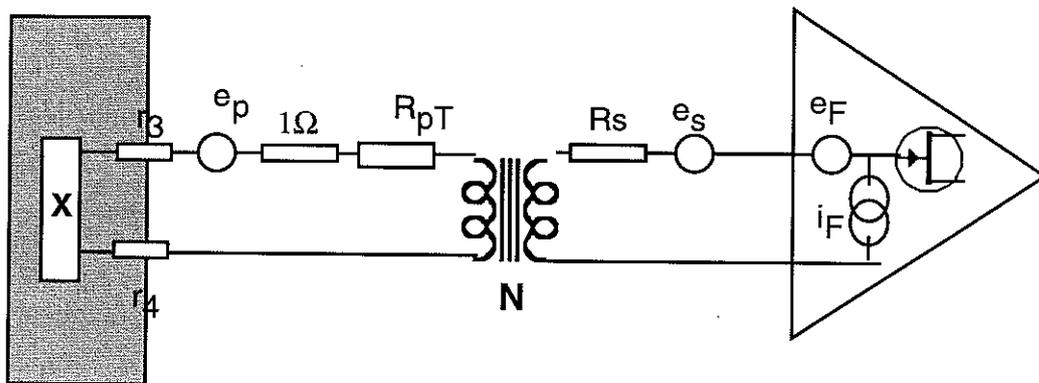
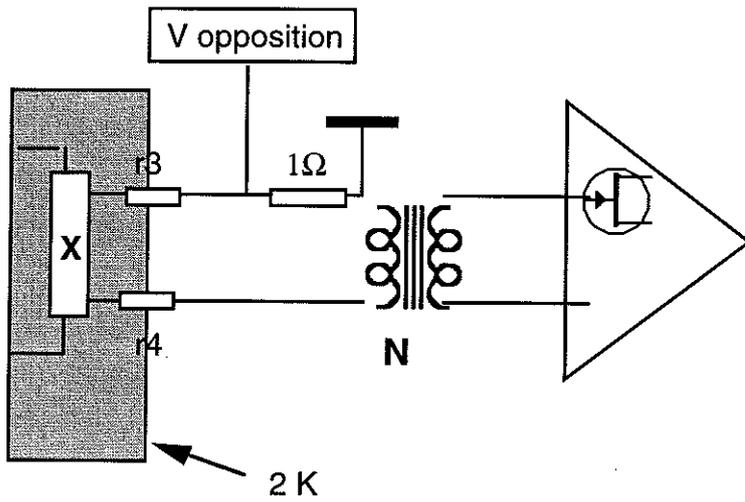


Schéma équivalent

$$R_p = X + R_{pT} + 1\Omega + r_3 + r_4$$

En fait il existe deux pièges :

- le premier est classique, il est dû au fait que le transformateur est à 300K. Il faut prendre en compte les tensions de bruit dues :

i) à la résistance R_S de l'enroulement secondaire ($10k\Omega$) qui génère une tension de bruit ($13 \text{ nV}/\sqrt{\text{Hz}}$) largement supérieure à celle du FET.

ii) aux courants de bruit du FET ($I_F = 5 \cdot 10^{-14} \text{ A}/\sqrt{\text{Hz}}$) et de l'impédance Z_T du transformateur en circuit primaire ouvert ($I_T = \sqrt{4kT\Delta f/Z_T}$) et qui circulent dans la résistance équivalente : N^2X
Pour $Z_T \approx 3 \text{ M}\Omega$ (transformateur commercial), $I_T \approx 7,5 \cdot 10^{-14} \text{ A}/\sqrt{\text{Hz}}$, donc supérieur au courant de bruit du FET. La tension de bruit N^2XI_T qui en résulte est inférieure à celle générée par R_S ($=13 \text{ nV}/\sqrt{\text{Hz}}$) pour $N < 59$, quand on mesure une résistance $R = 50 \Omega$. Finalement pour $N = 51$ et 102 (valeurs disponibles dans notre pont), on trouve une tension de bruit totale ($= \sqrt{\Sigma \delta V_e^2}$) ramenée à l'entrée du transformateur de respectivement : $0,32 \text{ nV}/\sqrt{\text{Hz}}$ (pour $N=51$) et $0,39 \text{ nV}/\sqrt{\text{Hz}}$ (pour $N=102$) soit 5 fois plus que celle due à la résistance de 50Ω à $2K$.

- le second piège est moins souvent considéré mais a des conséquences tout aussi importantes : il existe à l'ambiante une résistance R_P en série avec la résistance X à mesurer. Cette résistance R_P est la somme de :

- la résistance d'opposition (1Ω à l'ambiante),
- la résistance des fils de tension venant de $2K$ et arrivant à l'ambiante jusqu'au pont,
- la résistance R_{PT} de l'enroulement du primaire du transformateur.

Cette résistance R_P fait plusieurs Ω . Cette valeur est dans notre cas bien plus faible que R et ne modifie que peu le calcul précédent : $(N^2 X + R_P) I_T \approx N^2 X I_T$. Par contre, en terme de bruit Johnson, R_P va prendre une grande importance. Pour comparer, rappelons-nous que la tension de bruit de la résistance à mesurer (50Ω à $2K$) est équivalente à celle d'une résistance de $0,3 \Omega$ à 300 K .

Soit R_P de l'ordre de 5Ω à 300 K : la tension de bruit résultante $\delta V_e = 0,3 \text{ nV}/\sqrt{\text{Hz}}$ est largement supérieure à celle due à la résistance à $2K$. Cette tension est du même ordre que celle, ramenée au primaire, due à l'ensemble des autres sources (résistance du secondaire, courant de bruit) considérées précédemment.

La tension de bruit est donc dominée à la fois par R_P et par R_S et Z_T . On en revient au problème précédent (voir Eq. 4), avec

$$\delta V_e^2 = \delta V_{RP}^2 + \left(\frac{(N^2 X + R_S) I_T}{N} \right)^2$$

Avec $\alpha \approx 0,68$, on trouve qu'il faut appliquer 9 nW pour obtenir une résolution du $\mu\text{K}/\sqrt{\text{Hz}}$, soit neuf fois plus de puissance que pour les résistances Lakeshore mesurées avec un pont haute impédance.

Cette solution n'apportant finalement aucune amélioration, nous avons essayé d'utiliser un transformateur et une résistance d'opposition à froid, c'est à dire plongés dans le bain d'hélium. Dans ce cas, les résistances des primaire et secondaire ainsi que la température sont toutes divisées par un facteur 100, donc les tensions de bruit (en \sqrt{RT}) de ces enroulements par le même facteur. Elles deviennent donc négligeables devant les autres sources de bruit. Par exemple, δV_e du à R_S est de $0,13 \text{ nV}/\sqrt{\text{Hz}} \ll \delta V_e = 3 \text{ nV}/\sqrt{\text{Hz}}$ du FET.

Il reste le problème des courants de bruit. Pour le transformateur que nous avons utilisé, nous avons mesuré Z_T à 300K : $110 \text{ M}\Omega$, et à 4K : $13 \text{ M}\Omega$. On en déduit $I_T = 3,5 \cdot 10^{-15} \text{ A}/\sqrt{\text{Hz}}$ à 4K ($I_T = 1,2 \cdot 10^{-14} \text{ A}/\sqrt{\text{Hz}}$ à 300K). La valeur à 4 K est comparable à celle du courant de bruit I_F du au FET. On en déduit une tension de bruit $\delta V = [\delta V_{FET}^2 + (\Sigma (N^2 R I)^2)]^{1/2}$ minimum (= $4,2 \text{ nV}/\sqrt{\text{Hz}}$) pour $N = 100$ si $R = 50 \Omega$. La tension de bruit due à l'électronique et ramenée à l'entrée du transfo ($0,042 \text{ nV}/\sqrt{\text{Hz}}$) est alors inférieure à celle de la résistance à mesurer. L'avantage paraît évident.

4 - Stabilité en température

des ponts de mesure de résistance

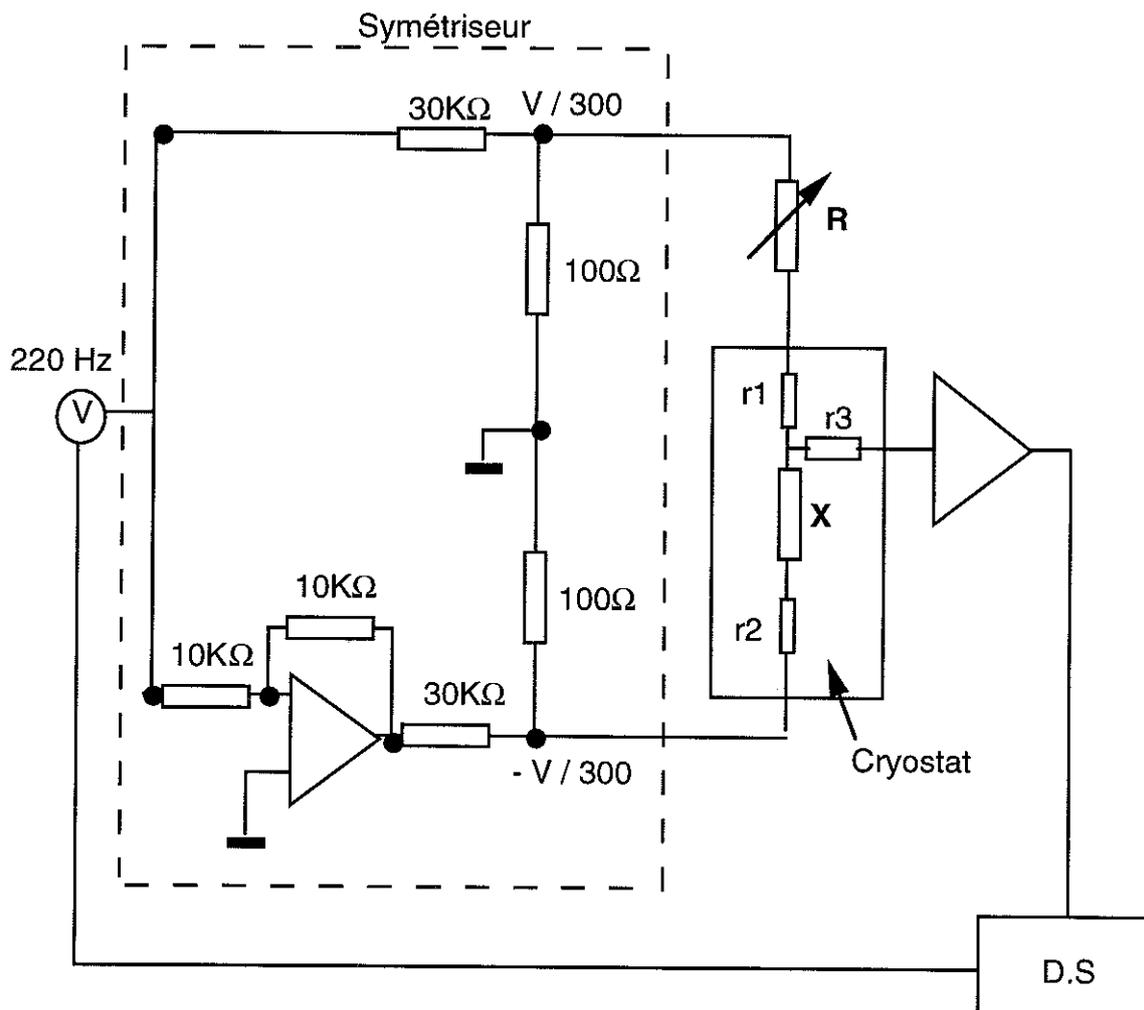
Dans un premier temps, nous avons utilisé un pont 3-fils pour réguler la température de la boîte à helium pompé de façon à garder les ponts 4-fils de meilleure qualité pour la mesure des thermomètres des étages intermédiaire et final (nano-K). Nous avons du modifier le pont 3-fils pour améliorer sensiblement sa stabilité. Mais le bruit ramené à l'entrée est assez important et, finalement, les possibilités de stabiliser la température de la boîte à Helium pompé au μK près nous ont conduit à utiliser pour ce but un pont 4-fils. Nous présentons ici les diverses modifications et précautions prises pour assurer une excellente stabilité à nos ponts 3-fils et 4-fils.

4-1 Pont 3-fils

Dans un premier temps, nous avons utilisé ce pont pour stabiliser la boîte à Helium pompé.

Il se compose d'un oscillateur, d'un symétriseur délivrant deux tensions : $+V, -V$. Celles-ci sont appliquées à l'ensemble en série : résistance à mesurer X et résistance variable R . Trois fils (de résistance r_1, r_2, r_3) connectent la résistance X au pont. Si les résistances r_1 et r_2 sont rigoureusement égales, alors on aura équilibre du pont pour $X=R$. La précaution à prendre est alors de torsader 3 fils identiques et de les thermaliser ensemble tout le long de la remontée à l'ambiante.

Schéma de principe du pont 3-fils



Pour obtenir l'équilibre du pont avec une résistance X de 10 k Ω , on doit mettre une résistance de référence R = 10 k Ω qui, se trouvant à l'ambiante, produit une tension de bruit importante de 13 nV/ $\sqrt{\text{Hz}}$. En fait l'essentiel du bruit vient de l'ampli qui suit le préampli à FET : on a plus de 100 nV/ $\sqrt{\text{Hz}}$ ramené à l'entrée.

Nous avons eu quelques problèmes avec le symétriseur. Celui-ci de conception ancienne, était constitué d'un montage comprenant des transistors dont le gain en courant dépendait de façon importante de la température ambiante. Nous avons donc reconstruit cette partie avec des amplis opérationnels et des résistances à 1 ppm/ $^{\circ}\text{C}$. La résistance variable de référence R est aussi constituée de résistances très stables. Finalement, nous avons mesuré un coefficient total de température du pont de 3 ppm/ $^{\circ}\text{C}$.

4-2 Pont 4-fils

Le constructeur assure une stabilité de 20 ppm/ $^{\circ}\text{C}$ maximum, ce qui est très insuffisant pour nos mesures au μK près exigeant une stabilité relative de 10^{-6} .

Nous avons donc placé, dès le début de ce travail, les têtes de ponts et les diviseurs résistifs dans des boites thermostatées à 0,1 $^{\circ}\text{C}$ près. Les principaux constituants (diviseur de tension, dispositif de fabrication de tension d'opposition) de ces éléments sont constitués d'amplificateur opérationnels et de résistances de haute stabilité (2ppm/ $^{\circ}\text{C}$). La résistance (R) en série avec celle à mesurer (X) et servant de référence pour fabriquer la tension d'opposition est de 1M Ω ou 10 M Ω pour respectivement la gamme de mesure 10 k Ω et 100k Ω . Ces résistances sont à 5 ppm/ $^{\circ}\text{C}$. Nous avons construit pour contenir ces éléments des boites en cuivre ou laiton, sur lesquelles sont collés des fils chauffant (fils de constantan bobinés de façon non inductive). Une thermistance placée dans la boite sert de sonde thermométrique à un régulateur de température de modèle rustique. La température est fixée à 40 $^{\circ}\text{C}$. La source froide de référence est l'air de la pièce. Enfin des plaques de polystyrène protègent les boites des "courants d'air" toujours présents quand on circule dans la pièce. On peut escompter ainsi pour le pont une stabilité relative meilleure que 10^{-6} .

En fait nous avons eu deux surprises en cours de nos essais, et l'origine de dérives observées a été assez difficile et longue à cerner :

- nous avons dû remplacer les oscillateurs d'origine par des éléments plus stables en fréquence et en amplitude pour les mesures en régime non linéaire (c-à-d avec surchauffe de thermomètres, voir plus loin).

- les câbles reliant les divers éléments du pont ont évidemment un coefficient de température. En considérant le schéma du pont 4-fils montré page 40, on s'aperçoit que la résistance r du câble coaxial (de petit diamètre à âme cuivre de résistance : $r = 1,8 \Omega$, $4000 \text{ ppm}/^\circ\text{C}$) reliant le diviseur résistif à la tête de pont entre dans le calcul de la résistance d'entrée de l'ampli opérationnel A2 situé dans la tête de pont (le rectangle marqué M est une liaison directe). Ceci induit un gain G de cet ampli qui dépend de la température de la pièce : $\Delta G/G = (r./10^4 \Omega) 4000 \text{ ppm}/^\circ\text{C} \approx 0,7 \text{ ppm}/^\circ\text{C}$. Ce qui correspond à une dérive équivalente de $4 \mu\text{K}$ sur le thermomètre quand la température extérieure change de 5°C . Pour remédier à cet inconvénient, nous avons dû placer un ampli suiveur au point M à l'entrée de l'ampli A2. Ceci a été fait pour les ponts "haute impédance". Dans les ponts "basse impédance", le schéma est un peu différent, l'injection dans la résistance d'opposition se faisant par une source de courant et donc ne posant pas ce problème.

Avec ces modifications, nous avons une stabilité relative bien meilleure que 10^{-6} pendant l'ensemble d'une expérience (plusieurs jours).

5 - Limitation de la puissance injectée, problèmes de thermalisation.

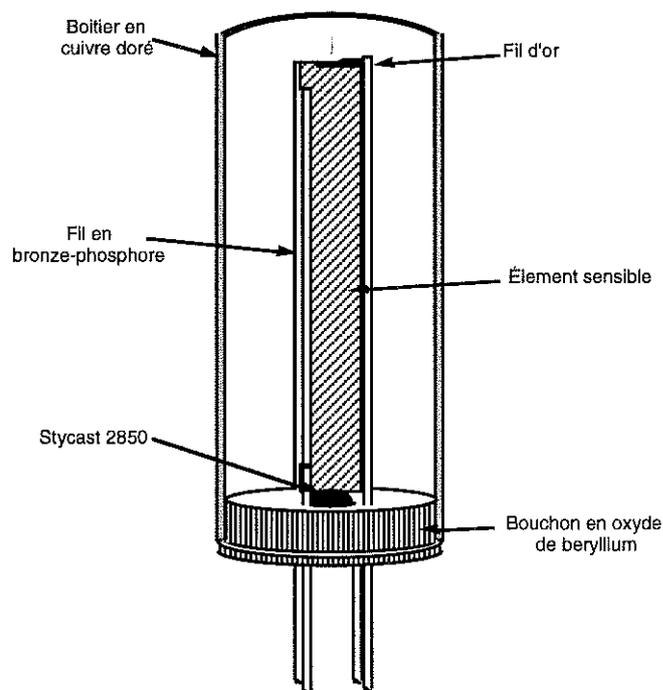
Comme nous venons de le voir, pour obtenir une résolution de mesure de l'ordre du μK , nous devons injecter une certaine puissance dans le thermomètre. Cette puissance surchauffe l'élément de mesure.

D'autre part, nous devons être sûrs de ne mesurer que les variations de température de la pièce à laquelle est fixé le thermomètre. L'ensemble de ces questions pose de gros problèmes que nous allons maintenant détailler.

5-1 Thermalisation des thermomètres

Dans les résistances Lakeshore, le cristal de Germanium est suspendu dans un boîtier en cuivre doré et scellé étanche.

Le cristal de germanium est relié électriquement par de petits fils d'or de diamètre 0,05 mm à des fils de mesure en bronze-phosphore de diamètre 0,13 mm qui passent dans le fond scellé (stycast noir). Le boîtier est rempli à température ambiante d'Helium gazeux à pression ordinaire pour les résistances "GR-200B-1500" et "GR-200B--2500" et d'azote sec pour les résistances "GR-200A-250".



Construction des thermomètres Lakeshore GR-200A/GR-200B

Dans la pièce en cuivre dont on mesure la température, on enfonce le boîtier du thermomètre dans un trou préalablement tapissé de graisse Apiézon que l'on a mélangé à de la fine poudre d'argent en proportion suffisante pour que le mélange soit conducteur électriquement. La conductivité thermique doit s'en trouver renforcée d'un facteur au moins 15 par rapport à la graisse Apiézon, si l'on en croit la littérature (Catalogue Lakeshore).

D'autre part, il faut prendre un soin particulier à la thermalisation des fils de mesures. Nous avons coupé les fils de mesures en bronze-phosphore à 1 cm du boîtier et les avons soudés à des fils de cuivre. Ces derniers sont torsadés en paires. Chaque paire, sur une longueur de 12 cm au moins, est enroulée et collée sur un cylindre de cuivre vissé à la pièce en cuivre. Nous avons essayé d'utiliser des relais en "thermoclad". C'est une plaque de cuivre soudable à l'étain sur laquelle est déposé un film fin isolant de polyimide sur lequel est déposé une fine couche de cuivre que l'on peut attaquer pour faire des bandes de cuivre sur lesquelles on soude les fils. Le problème est qu'au désoudage - soudage des fils pour les différents essais, le film se brûle ce qui rend son utilisation peu pratique. Nous avons abandonné cette technique qui n'améliorait pas la thermalisation.

5-2 Problème de la puissance injectée.

Le contact thermique entre le cristal et le boîtier se fait par le gaz Helium inséré dans le boîtier ($4 \cdot 10^{-5}$ W/cm.K vers 2 K) et par les fils de mesures.

Avec les dimensions du boîtier et du cristal, on peut estimer la conductibilité thermique par le gaz entre cristal et boîtier : on la trouve de l'ordre de $20 \mu\text{W/K}$.

Les fils de mesures sont thermalisés au boîtier par du stycast noir qui est assez bon conducteur de la chaleur à 2 K : pour le diamètre et l'épaisseur du bouchon de boîtier, on peut estimer que la conductibilité thermique des fils vers le boîtier via le stycast est de l'ordre de 10^{-4} W/K. En fait, la conductibilité thermique $K(T)$ est surtout limitée par les fils bronze-phosphore qui est, à 2 K, de l'ordre de $1 \mu\text{W/K}$ par cm de longueur. En admettant que l'essentiel de la conduction thermique $K(T)$ est due aux 2 fils de bronze-phosphore de longueur 2 mm entre le bas du cristal et le milieu du stycast (voir figure), on trouve $K(T=2\text{K}) \approx 10 \mu\text{W/K}$.

Nous avons mesuré, en fonction du courant injecté I , la différence $\Delta T = T_1 - T_0$ entre la température T_0 (donnée par un autre thermomètre) de la plaque

de cuivre qui supporte le thermomètre et la température T_1 du cristal donnée par sa résistance, et ce pour différentes valeurs de T_0 autour de 2 K. Ceci nous permet d'estimer la valeur réelle de $K(T)$.

| | courant I (μA) | puissance P (nW) | surchauffe ΔT (μK) | conductivité thermique $K=P/\Delta T$ |
|--|--------------------------------|---------------------|--|---|
| $T_0=2,11\text{ K}$ $R=7970\Omega$ | 0,4 μA | 1,27 nW | 79 μK | 16,1 $\mu\text{W/K}$ |
| | 0,8 μA | 5,1 nW | 334 μK | 15,2 $\mu\text{W/K}$ |
| | 1 μA | 7,97 nW | 528 μK | 15,1 $\mu\text{W/K}$ |
| $T_0=2,00\text{ K}$ $R=9360\Omega$ | 0,4 μA | 1,5 nW | 103 μK | 14,5 $\mu\text{W/K}$ |
| | 0,8 μA | 6 nW | 421 μK | 14,2 $\mu\text{W/K}$ |
| | 1 μA | 9,36 nW | 669 μK | 14 $\mu\text{W/K}$ |
| $T_0=1,93\text{ K}$ $R=10460\Omega$ | 0,4 μA | 1,67 nW | 120 μK | 14 $\mu\text{W/K}$ |
| | 0,8 μA | 6,7 nW | 504 μK | 13,3 $\mu\text{W/K}$ |
| | 1 μA | 10,5 nW | 804 μK | 13 $\mu\text{W/K}$ |

On en déduit que la conductibilité thermique entre cristal et plaque de cuivre est de l'ordre de $1,5 \cdot 10^{-5}\text{ W/K}$, soit une valeur de l'ordre de celle que nous avons calculés.

L'ensemble de ces données nous permet d'apprécier la difficulté pour obtenir une résolution de l'ordre du μK :

- En imposant une différence maximum ΔT de température entre le cristal et le boîtier de 1 μK , on doit imposer une puissance maximum de $15 \cdot 10^{-12}\text{ W}$. A cause du bruit de tension dû à l'électronique, l'incertitude sur la température mesurée est alors de $\delta T_j \approx 8\ \mu\text{K}$ (voir Eq. 3).

- A l'inverse, si on veut une incertitude sur la mesure au plus de 1 μK , on devra appliquer une puissance d'au moins 1 nW, ce qui implique une différence de température ΔT entre le cristal et le boîtier de 70 μK . Pratiquement, le pont fournissant des valeurs discrètes de courant, on devra appliquer un courant de 0,4 μA , la résolution en température est alors d'environ $0,8\ \mu\text{K}/\sqrt{\text{Hz}}$ et l'échauffement est donné ci-dessus.

5-3 Problème lié à l'échauffement du thermomètre, modification de l'électronique.

Si la fuite thermique cristal-boîtier est parfaitement stable dans le temps, l'échauffement du thermomètre n'est pas en soi un problème : on mesurera la température de la pièce cuivre avec une résolution de $1\mu\text{K}$ et avec un décalage constant de ΔT à une température donnée.

Mais, comme ΔT est quadratique en courant injecté ($\Delta T = (R/K) I^2$), il faut s'assurer que la source de courant est stable dans le temps, notamment ne dépend que peu de la température ambiante. Pour ne pas avoir de dérives supérieures au μK , il faut que $\partial I/I$ ne varie pas plus que $0.5 \partial(\Delta T) / \Delta T$, soit pour $\Delta T \approx 400 \mu\text{K}$, I doit être stable à mieux que 10^{-3} . Nous nous sommes aperçu avec un peu de difficulté et de temps que l'une des sources de nos dérives était la mauvaise stabilité en température extérieure de l'amplitude de tension délivrée par l'oscillateur des ponts 4-fils et qui commande l'amplitude du courant injecté. Nous avons donc modifié en conséquence ces ponts en remplaçant les oscillateurs d'origine par des composants EXAR "XR 8038CP" à bonne stabilité de fréquence (50 ppm/°C) et dont la stabilité d'amplitude (non notifiée par le constructeur) nous est apparue suffisante dans nos essais.

6 - Performances finales

Nous avons découvert les problèmes évoqués ci-dessus en fixant sur l'étage intermédiaire (à stabilité μK) plusieurs thermomètres et en comparant leurs évolutions sur de longues périodes. Nous avons apporté les modifications nécessaires notamment aux électroniques de détection pour améliorer leur stabilité relative à mieux que 10^{-6} près, ainsi qu'à la thermalisation des thermomètres à l'étage intermédiaire. Nous avons employé un courant de $0,8 \mu\text{A}$, produisant dans la résistance un surchauffement d'environ $400 \mu\text{K}$ pour la résistance GR-200B-1500. Nous avons vérifié que, en prenant cette résistance comme référence pour la régulation en température, la stabilité des autres thermomètres (eux aussi utilisés avec des courants forts les surchauffant) était meilleure que le μK sur de longues périodes (24 h), et ce pour plusieurs réchauffements et refroidissements. Ceci prouve également que les fuites thermiques thermomètres-platine sont suffisamment fiables.

- Nous avons pu ainsi montrer la faisabilité d'une régulation de température à mieux que le μK près en utilisant des thermomètres résistifs classiques à cristal germanium.

- Ceci nous a permis de partir, pour construire l'étage final à vocation de régulation au nano-K près, sur la base sérieuse d'une platine régulée au μK près pour thermaliser l'écran thermique, les fils et coaxiaux de mesures et les capillaires d'entrée d'hélium.

Références

- [Deu73] Deutcher et al, J. Low Temp. Phys, 1973
[Deu77] Deutcher et al, Phys. Rev. B, 1977

Chapitre III : THERMOMÉTRIE MAGNÉTIQUE

1- Introduction

2- Choix des composés magnétiques

- 2-1. Sels paramagnétiques
- 2-2. Sels ferromagnétiques
- 2-3. Choix des sels pour notre travail

3- Conception de la cellule de mesure

- 3-1. Tube de flux supraconducteur
- 3-2. Bobine de champ
- 3-3. Transformateur de flux
 - 3-3-1. Fonction de transfert
 - 3-3-2. Bobine de détection
 - 3-3-3. Bruit Johnson
 - 3-3-4. Shunt radiofréquence

4- Essais des bobines de détection (sans échantillon)

- 4-1. Bobine simple
- 4-2. Gradiomètre du deuxième ordre
- 4-3. Gradiomètre du premier ordre sur mandrin en cuivre

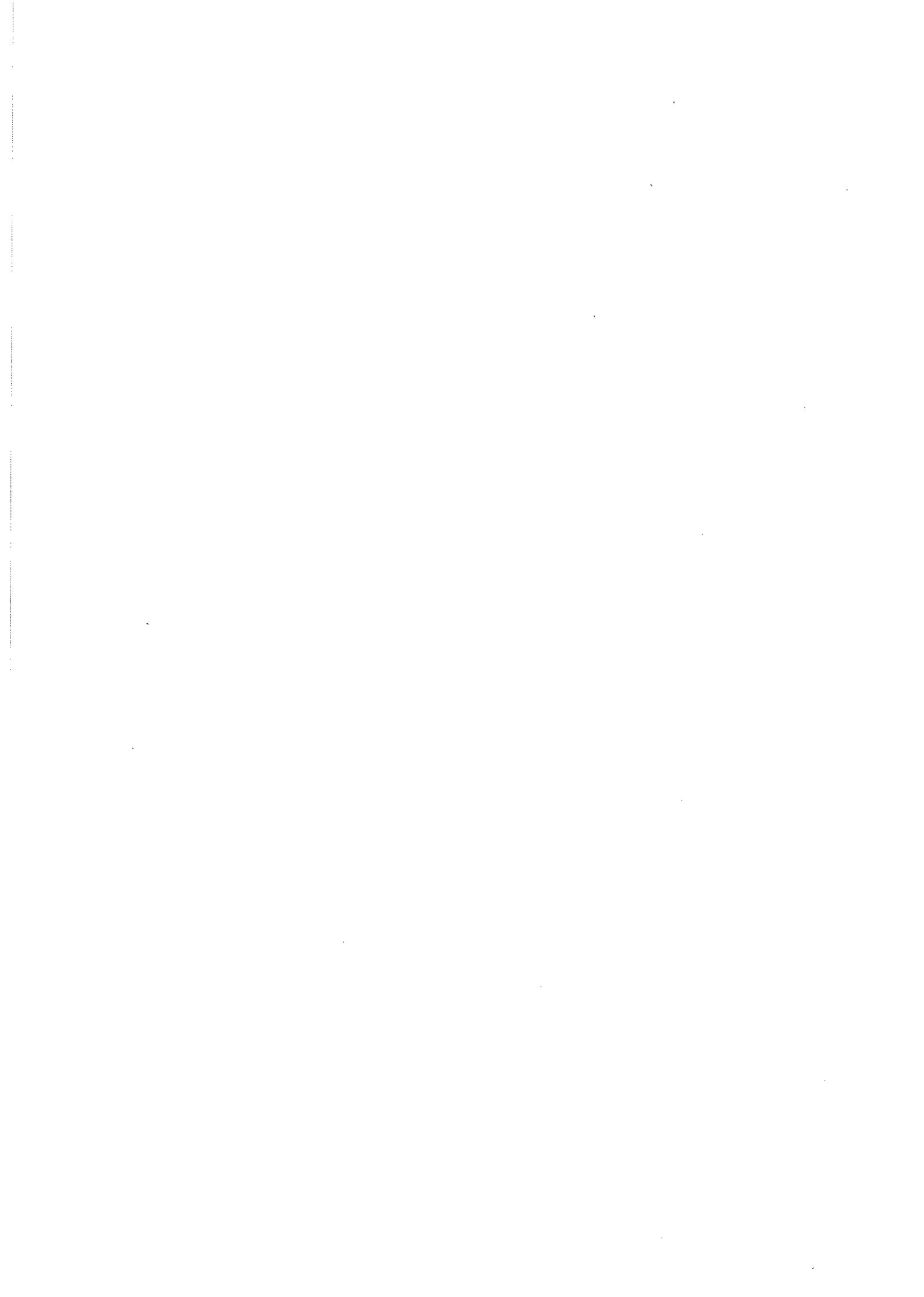
5- Porte échantillon

- 5-1. Technique de thermalisation du sel magnétique
- 5-2. Couplage magnétique à la bobine de détection

6- Mesure avec des sels magnétiques

- 6-1. Sel ferromagnétique $\text{CuRb}_2\text{Br}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ en poudre
- 6-2. Sel paramagnétique Li-Dy- F_4 monocristallin
- 6-3. Sel paramagnétique Li-Er- F_4 monocristallin

7- Résolution du thermomètre magnétique à base de LiErF_4



1. Introduction

Le principe repose sur la mesure de la variation en température de la susceptibilité d'une substance magnétique. La méthode employée est celle où l'on mesure l'aimantation du composé plongé dans un champ magnétique assez faible (quelques dizaines d'Oersted). Pour obtenir une sensibilité importante, plusieurs critères sont à prendre en compte :

- La susceptibilité du composé magnétique doit être la plus grande possible et varier notablement avec la température.
- La substance magnétique doit être thermalisée avec soin à la platine dont on mesure la température.
- Le champ magnétique étant maintenu fixe, il est nécessaire qu'il soit très stable et que la cellule de mesure soit exempte de perturbations magnétiques extérieures.
- La détection de variation de flux magnétique induite par la variation de température du composé doit être extrêmement sensible. Nous avons utilisé pour cela un SQUID commercial.

L'exigence d'une stabilisation au nanoKelvin près impose d'étudier des choix techniques différents et un soin tout particulier pour la réalisation de la cellule de mesure. Dans la suite, nous allons exposer d'abord nos critères de choix des composés magnétiques les plus adaptés, puis la description de nos diverses réalisations de cellules de mesures.

2. Choix des composés magnétiques

La propriété principale requise d'un composé destiné à être l'élément sensible d'un thermomètre magnétique est une forte dépendance de la susceptibilité avec la température dans la gamme de température d'étude. Deux classes de sels peuvent remplir cette condition :

2.1. Sels paramagnétiques

Pour un système de moments magnétiques μ , non couplés entre eux, à une température T et dans un champ H , la susceptibilité χ par unité de volume du système est donnée par

$$\chi = \frac{M}{H} = \frac{N \mu^2}{3 k_B T} = \frac{C}{T} \quad (1)$$

où C est la constante de Curie et N la densité de moments magnétiques par unité de volume. Une mesure de χ est donc une mesure de la température absolue, et un tel système peut en principe servir de thermomètre primaire. Or des déviations de cette loi à basse température, dues aux effets géométriques de l'échantillon et aux interactions entre dipôles, font que la susceptibilité est souvent mieux décrite par la loi de Curie-Weiss [Hud75]

$$\chi \approx \frac{C}{(T - \Delta)} \quad (2)$$

même en l'absence d'une transition d'ordre magnétique. Le système est donc réduit au statut d'un thermomètre secondaire et la constante Δ doit être déterminée par l'expérience.

2.2. Sels ferromagnétiques

Dans le cas des sels ferromagnétiques la susceptibilité proche de la température critique T_c est décrite par [Jon70]

$$\chi = \frac{C}{T} \left(1 - \frac{T_c}{T}\right)^{-\gamma} \quad (T > T_c) \quad (3)$$

où $C \approx \frac{N\mu^2}{3k_B}$ et $\gamma \approx 1,4$ pour des systèmes Heisenberg à 3 dimensions.

La susceptibilité diverge très rapidement à des températures juste au-dessus de T_c . Si T_c est proche de la gamme de température qui nous intéresse on peut profiter de ce comportement critique, mais la résolution d'un tel thermomètre diminue rapidement avec la température lorsqu'on s'éloigne de T_c . Par exemple, à $1,1T_c$, la susceptibilité est 22 fois supérieure à celle d'un paramagnétique équivalent (même valeurs de μ et N) et, à $1,3 T_c$, elle n'est plus que 7 fois supérieure à celle du paramagnétique équivalent.

2.3. Choix des sels pour notre travail

On voit que le coefficient en température de la susceptibilité dépend linéairement du nombre N des moments magnétiques des ions dans le sel et fortement (au carré) de la valeur μ de leur moments. Les ions avec les moments magnétiques les plus élevés dans le tableau périodique se trouvent dans les groupes de fer et des terres rares^[Vie32]. Des valeurs de μ en unités de magnétons de Bohr sont montrées dans le tableau ci-dessous pour certains de ces ions.

| Ion | μ/μ_B |
|------------------|-------------|
| Cu^{2+} | 1,9 |
| Mn^{2+} | 5,9 |
| Fe^{3+} | 5,9 |
| Gd^{3+} | 8,0 |
| Dy^{3+} | 10,6 |
| Er^{3+} | 9,5 |

Lipa [Chu84][Lip94] et Wong [Won90] ont utilisé le sel ferromagnétique $\text{Cu}(\text{NH}_4)_2\text{Br}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (CAB) dans leurs thermomètres à haute résolution. Grâce à sa température critique de 1,83K, une bonne résolution en température est obtenue à travers la transition superfluide de l'hélium.

Nous avons mené notre étude avec un autre sel ferromagnétique $\text{CuRb}_2\text{Br}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (CRB) avec une température critique $T_c=1,87\text{K}$ qui est même plus proche du point lambda. Les propriétés magnétiques de ce composé ont été étudiées par Amstel *et al* [Amstel74], Velu *et al* [Velu76], Carré *et al* [Carré86].

Nous avons aussi utilisé deux sels paramagnétiques qui contiennent des ions des terres rares Dysprosium et Erbium :

- Le LiErF_4 (LEF) qui a une transition d'ordre antiferromagnétique à $T_N \approx 0,2\text{K}$. Cette transition est suffisamment loin de la gamme de température d'intérêt pour qu'on puisse le considérer comme un sel paramagnétique. Les interactions entre ions peuvent être prises en compte dans la constante Δ de la loi de Curie-Weiss.

- Le LiDyF_4 (LDF) qui n'a pas de transition d'ordre magnétique connue.

Le tableau ci-dessous montre les variations de susceptibilité avec la température calculées à partir des équations (1) et (3) pour les sels que nous avons utilisés et pour le CAB. Dans le cas des sels paramagnétiques, on suppose pour l'instant que $\Delta \ll T$.

| Composé | T_c | N (par cm^3) | C (emu K/ cm^3) | $\frac{d\chi}{dT}$ à 2,17K (emu/ cm^3K) |
|---|--|---------------------------|------------------------------|---|
| $\text{Cu}(\text{NH}_4)_2\text{Br}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ | 1,83K | $3,7 \times 10^{21}$ | $2,77 \times 10^{-3}$ | $6,7 \times 10^{-2}$ |
| $\text{CuRb}_2\text{Br}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ | 1,87K | $3,8 \times 10^{21}$ | $2,85 \times 10^{-3}$ | $9,4 \times 10^{-2}$ |
| LiDyF_4 | para | $1,8 \times 10^{22}$ | 0,32 | $6,9 \times 10^{-2}$ |
| LiErF_4 | antiferro $T_N \approx 0,2\text{K}$ | $1,4 \times 10^{22}$ | 0,27 | $5,7 \times 10^{-2}$ |

On voit que l'intérêt de sels ferromagnétiques est loin d'être évident vers 2,17 K : un paramagnétique avec un nombre de spin très important et une valeur de moments extrêmement grande dans le cas des sels que nous utilisons permet d'obtenir une sensibilité environ égale à celle de sels ferromagnétiques.

3. Conception de la cellule de mesure

3.1. Tube de flux supraconducteur

La magnétométrie d.c. nécessite un champ appliqué très constant et très bien protégé des perturbations provenant de l'extérieur. Nous avons un vase extérieur protégé de telles perturbations par un écran de fer doux et des écrans de μ -métal. Mais ceci ne suffit pas et ne protège pas de perturbations internes.

Ces considérations nous ont amené à utiliser un tube supraconducteur (de 95 mm de longueur) dans lequel on piège un champ généré par une bobine concentrique et coaxiale. Grâce à l'effet Meissner, le flux magnétique total passant par l'intérieur du tube est conservé. Des fluctuations du champ externe n'entraînent qu'une redistribution du flux à l'intérieur et cet effet diminue quand on s'éloigne des extrémités ouvertes du tube.

Thomasson et Ginsberg^[Tho76] ont calculé le facteur d'atténuation de ces perturbations au centre d'un tube de longueur L et diamètre D.

$$\frac{\Delta H_{\text{int}}}{\Delta H_{\text{ext}}} = 1,13 \cdot 10^{-5L/3D} \quad (\text{pour } \frac{L}{D} > 1) \quad (4)$$

où ΔH_{int} est le changement du champ interne qui correspond à un changement du champ externe de ΔH_{ext} . Dans notre montage, avec L = 95 mm et D = 10 mm, on calcule un facteur d'atténuation au centre du tube de $1,5 \cdot 10^{-16}$.

La valeur exacte du champ dans le tube n'est pas une fonction simple du champ appliqué pendant le refroidissement. Une ligne de flux qui passe à travers la paroi du tube dans l'état normal peut être expulsée du supraconducteur soit vers l'intérieur du tube, soit vers l'extérieur, selon les gradients thermiques qui s'installent pendant le refroidissement. Ce processus n'est pas facilement maîtrisable. En outre, l'effet Meissner n'est jamais complet et la totalité du flux n'est pas entièrement exclue du supraconducteur^[Rab73]. Des lignes de flux peuvent être piégées par des défauts mais aussi, si le tube n'est pas refroidi de façon homogène, les gradients thermiques peuvent les chasser vers un point jusqu'au moment où le champ local dépasse le champ critique. Ce point reste alors dans l'état normal. Or, non seulement la valeur du champ est incertaine, mais son

homogénéité dépend de la façon dont le tube a été refroidi ainsi que de l'homogénéité du champ appliqué. Le flux piégé dans les parois est dans un état hors équilibre et ces effets doivent être minimisés pour éviter des processus de relaxation qui peuvent continuer pendant une période importante après le refroidissement du tube.

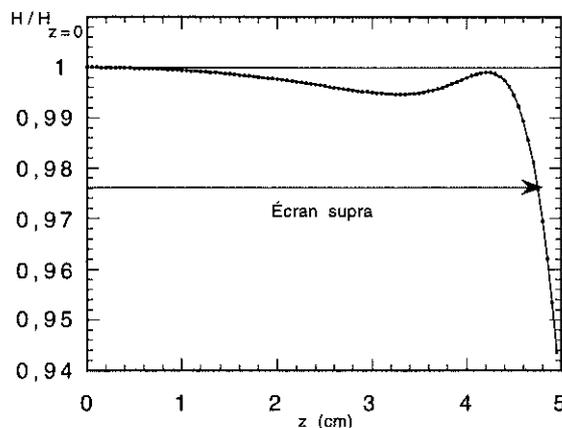
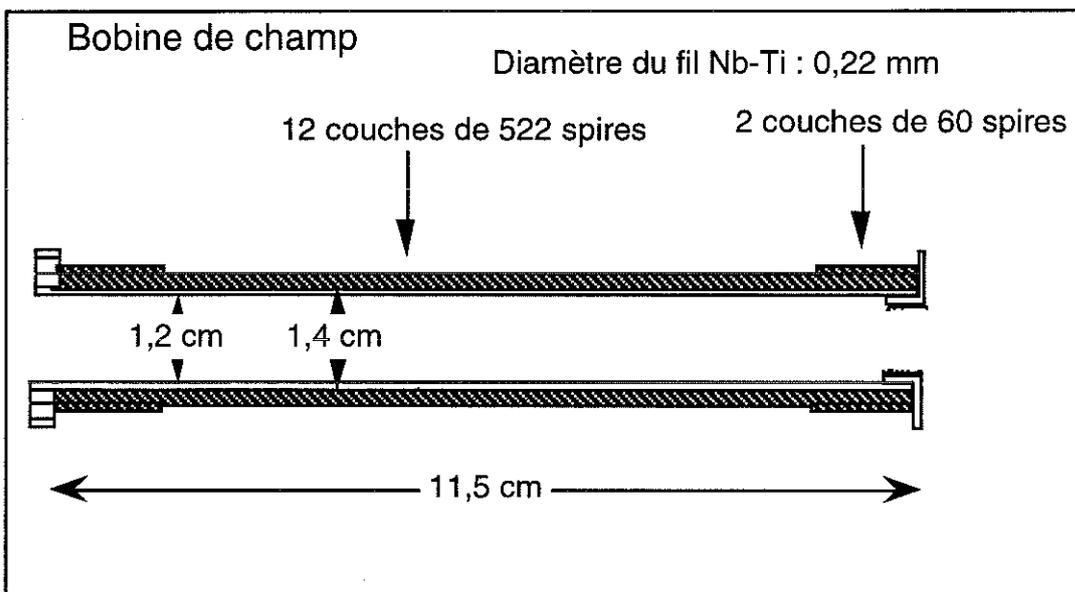
Nous avons construit plusieurs écrans : 2 en Plomb, un troisième en Niobium.

Le premier écran fabriqué est constitué d'une feuille de plomb roulée et soudée au plomb. Ce type d'écran est suffisant pour travailler avec des champs faibles (inférieurs à 25 Oe).

Le second écran a été fabriqué en centrifugeant du plomb liquide à l'intérieur d'un tube laiton chauffé. Le tube de plomb ainsi obtenu est alésé pour obtenir une épaisseur uniforme et un bon état de surface. Il nous a permis de travailler avec des champs plus élevés de l'ordre de 150 Oe.

3.2. Bobine de champ

La place disponible dans le calorimètre étant limitée, une bobine de champ avec compensation aux extrémités a été conçue pour que le champ appliqué soit le plus homogène possible. Bien que la longueur de la bobine ne soit que de 115mm, l'inhomogénéité du champ est inférieure à 2,5 % sur toute la longueur du tube de flux (longueur 95mm). Le facteur d'efficacité de la bobine est de 580 Oe/Ampère. La bobine est réalisée avec du fil supraconducteur (Nb-Ti) pour éviter tout échauffement dû à l'effet Joule. Ce fil est gainé cuivre, il est bobiné sur un mandrin en cuivre qui en assure la thermalisation.



Carte de champ le long de l'axe de la bobine, à partir du centre de celle-ci

3.3. Transformateur de flux

Le signal du sel magnétique est couplé à un SQUID[Zim70] à travers un transformateur de flux. Celui-ci est une boucle fermée supraconductrice qui utilise le principe de conservation de flux. Le sel magnétique constitue le noyau de l'inductance d'un circuit supraconducteur couplé par un transformateur à l'anneau du SQUID (figure ci-contre). Cette configuration a l'avantage de maintenir le SQUID à température fixe alors que le sel voit sa température varier selon les besoins.

3.3.1. Fonction de transfert

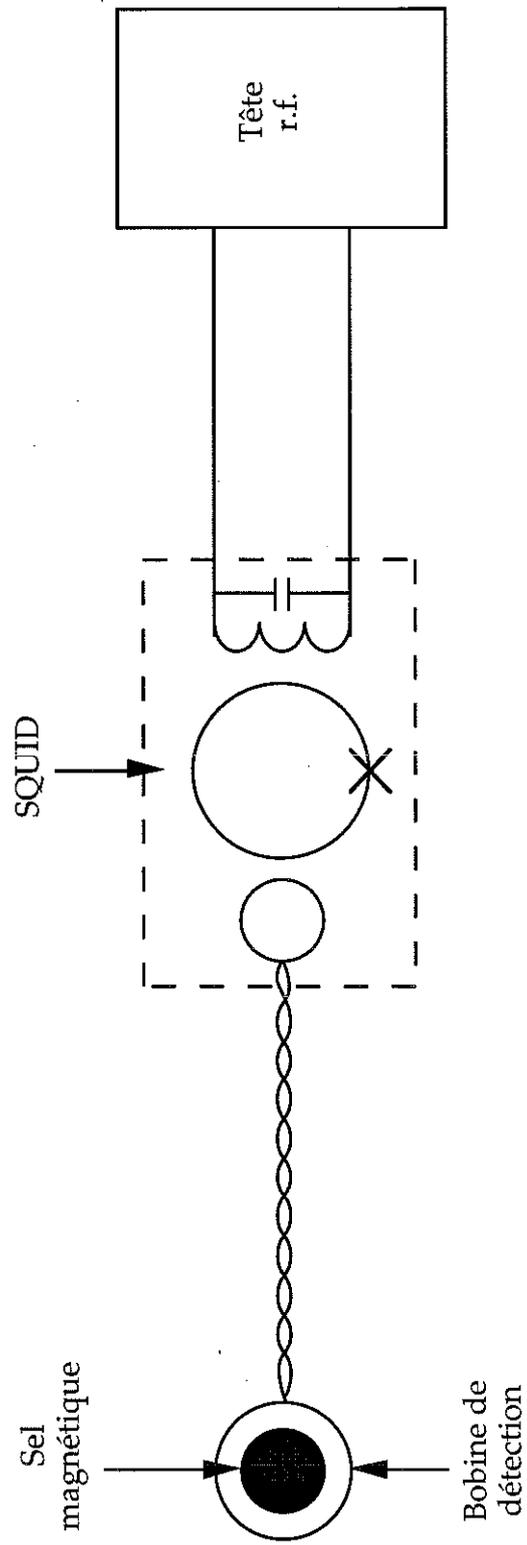
En présence d'un champ statique, le flux coupé par la bobine de détection située autour du sel change lorsqu'on change la température du sel. Puisque le flux total qui passe à travers le transformateur doit rester constant, un courant est généré dans le transformateur de façon à ce que la conservation de flux soit assurée. Ce courant

$$J = \frac{-N \phi_d}{L_d + L_s + L_f} \quad (5)$$

où N est le nombre de spires et L_d est l'inductance de la bobine de détection autour du sel. ϕ_d est le flux coupé par une spire élémentaire de cette bobine. L_s est l'inductance de la bobine située à l'autre bout du transformateur et qui est couplée directement au SQUID. L_f est l'inductance des fils de liaison entre les deux bobines. Le flux vu par le SQUID est donc donné par :

$$\phi_s = \frac{M_s N \phi_d}{L_d + L_s + L_f} = f \phi_d \quad (6)$$

où M_s est l'inductance mutuelle entre le transformateur et l'anneau du SQUID. Pour minimiser la capture des signaux parasites et pour maximiser la fonction de transfert de flux f , L_f doit être minimisée en torsadant les fils situés entre la bobine de détection et le SQUID. Pour des fils torsadés L_f est typiquement $0,3\mu\text{Hm}^{-1}$ [Gif72]. Pour une longueur typique de 30cm, $L_f \ll L_s$ (typiquement quelques μHenry) et peut être négligée.



Transformateur de flux couplé au SQUID

3.3.2. Bobine de détection

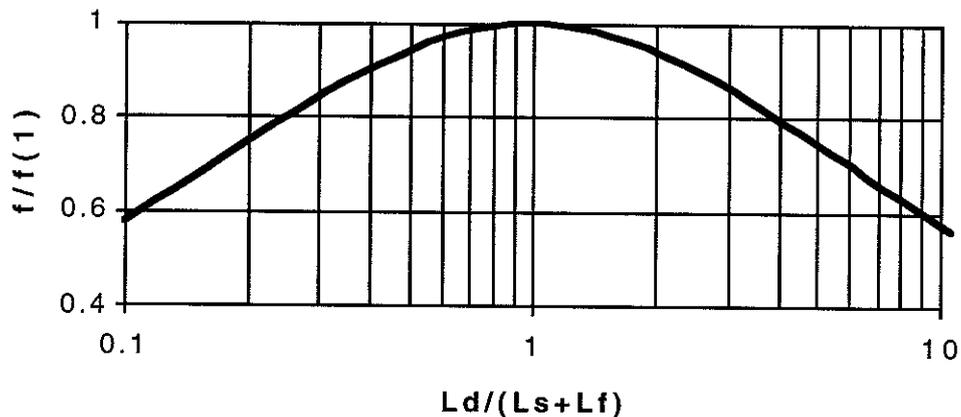
Pour une bobine de détection de diamètre $2a$ et de longueur b l'inductance est donnée par

$$L_d = \frac{2 \pi a^2}{b} \mu_0 K N^2 \quad (7)$$

où K est une fonction de $\frac{a}{b}$ [Gro46]. En général la longueur et le diamètre sont déterminés par la géométrie de l'échantillon. La fonction de transfert de flux dépend ainsi des inductances :

$$f \propto \frac{\sqrt{L_d}}{L_d + L_s} \quad (8)$$

d'où on trouve que le signal est maximisé quand $L_d=L_s$. Au voisinage de cette valeur idéale trouvée pour $L_d=L_s$, f change très lentement avec L_d (voir figure ci-dessous). Dans le cas des SQUIDS commerciaux la bobine L_s est normalement incorporée au moment de la fabrication du SQUID et son inductance est donc déterminée par le fabricant. Pour le SQUID utilisé ici [BT185] : $L_s=2\mu\text{H}$.



Variation de la fonction de transfert de flux avec L_d

La présence d'un écran supraconducteur de diamètre D modifie le comportement de la bobine de détection de diamètre d . Notamment, pour un échantillon long par rapport à la bobine, le flux couplé dans la bobine est réduit par un facteur :

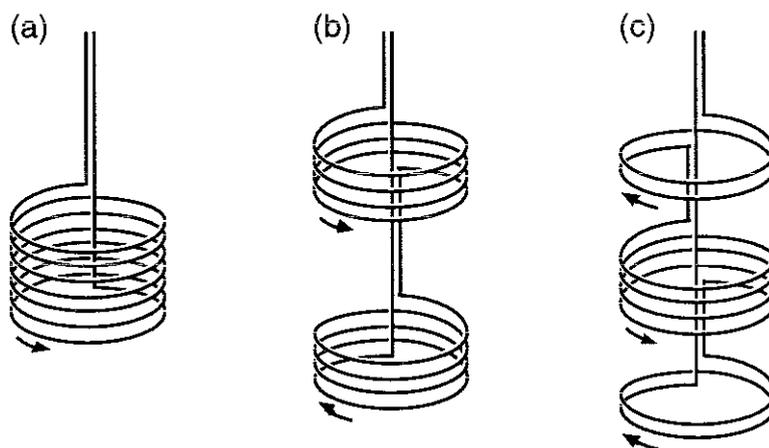
$(1 - d^2/D^2)$ [Zie93] L'inductance L_d est maintenant donnée par

$$L_d \propto N^\beta \quad (\beta < 2) \quad (9)$$

où β est une fonction de $\frac{d}{D}$ [Gif72], et la fonction de transfert de flux est ainsi modifiée :

$$f' \propto \frac{L_d^{1/\beta}}{L_d + L_s} \quad (10)$$

f' n'est pas facilement calculable pour une géométrie donnée mais sa dépendance faible en L_d fait que la présence de l'écran n'est pas un facteur très important dans l'optimisation de la bobine de détection.



Bobines de détection: a) bobine simple; b) gradiomètre du premier ordre; c) gradiomètre du deuxième ordre

Trois configurations ont été considérées pour la bobine de détection (voir figure ci-dessus) :

a) Une bobine simple est la plus facile à fabriquer et donne la plus grande fonction de transfert de flux mais il n'y a aucune possibilité de supprimer des signaux dus aux perturbations magnétiques provenant de l'extérieur du cryostat. Le signal d'une telle bobine est très sensible aux sources de bruits externes, un très bon écrantage magnétique est donc nécessaire.

b) Un gradiomètre du premier ordre comporte deux bobines identiques mais bobinées en sens opposé. Le sel magnétique est situé dans l'une des bobines. Dans le cas idéal (bobines géométriquement identiques), un changement du champ appliqué génère des tensions d'amplitude égale mais avec des signes opposés dans chacune des bobines. Ce changement de champ n'est donc pas observé par le gradiomètre tant que le champ perturbateur reste homogène le long de l'axe des bobines. C'est le cas pour des perturbations de champ provenant de sources éloignées. Le gradiomètre est néanmoins sensible aux gradients de champ qui peuvent être créés par des sources proches.

En présence du sel, le signal observé d'un gradiomètre de géométrie classique est réduit à environ la moitié de celui observé avec une bobine simple mais le facteur d'atténuation des fluctuations parasites peut atteindre 500 pour un montage soigné. L'inductance L d'un gradiomètre est moins grande que la somme des inductances des deux bobines (L_1 et L_2) à cause de l'inductance mutuelle (M_{12}) entre elles :

$$L = L_1 + L_2 - M_{12}$$

Si l'écart entre les bobines est grand par rapport au diamètre, M_{12} est faible mais plus elles se rapprochent, plus la valeur de L est réduite.

c) Un gradiomètre du deuxième ordre comporte trois bobines. La bobine principale, de N spires, contient le sel magnétique. Situées sur le même axe et de part et d'autre de la bobine centrale, deux bobines de compensation, de $N/2$ spires chacune, sont bobinées dans un sens contraire à celui de la bobine principale. La suppression des signaux dus aux fluctuations du champ appliqué ainsi qu'aux gradients du champ est assurée. Comme pour le gradiomètre du premier ordre, le signal observé est réduit à environ la moitié de celui observé avec une bobine simple. L'inductance est donnée par

$$L = L_1 + 2L_2 - 2M_{12} + M_{22}$$

où L_1 est l'inductance de la bobine principale, et L_2 celle de chaque bobine de compensation.

3.3.3. Bruit Johnson

Dans la conception de la bobine de détection il faut tenir compte de toutes les sources de bruit potentielles. Grâce à l'écran supraconducteur, les perturbations externes sont supprimées, mais il faut faire attention aux matériaux utilisés à l'intérieur de cet écran. Pour assurer une bonne thermalisation de l'échantillon il faut utiliser des matériaux de conductibilité thermique élevée tels que les métaux. Malheureusement dans tout conducteur électrique il existe du bruit associé à l'agitation thermique des électrons. Le bruit de courant Johnson dans un cylindre conducteur de rayon moyen a , de longueur b et avec une paroi d'épaisseur c est donné par (pour les basses fréquences où $2\pi fL \ll R$)

$$i_b = \sqrt{\frac{4kT\Delta f}{R}} = \sqrt{\frac{2bc kT\Delta f}{\pi a \rho}} \quad (11)$$

et l'inductance correspond à l'inductance d'une bobine formée d'une seule spire :

$$L = \frac{2\pi a^2}{b} \mu_0 K' \quad (12)$$

où K' est une fonction de a , b et c , d'ordre unité^[Gro46]. La constante de temps pour la décroissance des courants circonférenciels est

$$\tau = \frac{L}{R} = \frac{\mu_0 a c K'}{2\rho} \quad (13)$$

Le flux généré dans le cylindre

$$\phi_b = i_b L = \frac{\mu_0 \pi a K'}{b} \sqrt{\frac{2abc kT\Delta f}{\pi \rho}} = \sqrt{\frac{4\mu_0 \pi a^2 K' kT \tau \Delta f}{b}} \quad (14)$$

Une autre source de bruit est due à la présence d'impuretés magnétiques dans les matériaux. Vant-Hull et al.^[Hul67] ont trouvé que même pour du cuivre impur le bruit Johnson est la source principale de bruit magnétique. Dans ce cas le bruit de courant est plus faible à cause de la plus forte résistivité électrique de ce cuivre. Cependant la conductivité thermique reste encore beaucoup plus élevée que pour les alliages.

3.3.4. Shunt radiofréquence

Malgré les précautions prises pour protéger le transformateur de flux des influences externes, la suppression des signaux parasites de radiofréquence n'est jamais complète. À cause de la nature périodique de la fonction de transfert du SQUID, la boucle de verrouillage de flux est très sensible aux interférences. Un signal parasite momentané qui injecte un flux de plus de $\phi_0/2$ dans l'anneau du SQUID peut déplacer le point de verrouillage et fausser la mesure. Une résistance, de faible inductance, branchée entre les bornes d'entrée du SQUID en parallèle avec L_s et L_d sert à shunter les signaux de haute fréquence. Le transformateur de flux forme avec cette résistance un filtre à passe bas. La fréquence de coupure est donnée par

$$f_c = \frac{R(L_s+L_d)}{2\pi L_s L_d} \quad (15)$$

La présence d'un élément résistif peut introduire du bruit dans le circuit. Pour que ce bruit soit inférieur au bruit de fond (ϕ_{bs}) du SQUID, il faut que

$$\frac{M_s L_d}{L_s + L_d} \sqrt{\frac{4kT}{R}} < \phi_{bs} \quad (16)$$

Les valeurs indiquées par le fabricant pour le SQUID sont $L_s=2\mu\text{H}$, $M_s = 2 \times 10^{-8} \text{H}$ et $\phi_{bs} \approx 2 \times 10^{-4} \phi_0 / \sqrt{\text{Hz}}$. Pour la valeur optimale de $L_d = L_s$ on trouve :

$$R > 0,14\Omega$$

Un shunt d'environ $0,2\Omega$ a été utilisé pour les mesures suivantes. Ceci donne une fréquence de coupure $f_c \approx 32 \text{ kHz}$.

4. Essais des bobines de détection (sans échantillon)

Plusieurs géométries de bobine de détection ont été évaluées expérimentalement. Nous avons mené nos essais avec un ensemble (bobine de détection, écran supraconducteur, bobine de champ) plongé dans l'hélium liquide à 4,2K.

Les bobines de détection sont bobinées sur un mandrin en Araldite blanc. L'absence de courants Johnson dans l'Araldite permet la détermination du bruit de fond du SQUID, avec et sans circuit d'entrée. Un fil de niobium de diamètre 50 μ m est bobiné dans une rainure façonné dans l'Araldite et tenu en place par du vernis GE7031.

Le tube de flux supraconducteur est constitué d'une feuille de plomb enroulée autour d'un tube en résine époxyde/fibre de verre. Le plomb a été soudé d'abord plomb à plomb sans adjonction de soudure supplémentaire. Plus tard le joint était couvert avec de la soudure plomb/étain sans provoquer de changements des propriétés magnétiques du tube de flux. La longueur du tube est de 100mm et son diamètre interne est de 10mm.

La bobine de détection et le tube en plomb sont mis au centre d'une bobine de champ d'environ 1000 spires de fil de cuivre. Le champ au centre de la bobine est d'environ 100 gauss par ampère avec une homogénéité d'environ 2% sur la longueur du tube de flux. Les fils de sortie de la bobine de détection sont torsadés, puis glissés dans une gaine en plomb/étain, qui sert d'écrantage magnétique, avant d'être couplés au SQUID.

Un essai préalable avec un court circuit supraconducteur entre les bornes d'entrée du squid a déterminé le bruit de fond du système $\phi_{bs} \approx 4 \times 10^{-4} \phi_0 / \sqrt{\text{Hz}}$.

4.1. Bobine simple

Une bobine simple de 21 spires et d'une longueur de 8,4mm construite sur un mandrin en Araldite de diamètre 6,5 mm conduit à une inductance calculée de $L_d = 1.89 \mu\text{H}$, d'où le facteur de transfert de flux $f = 0,11$, calculé selon

l'équation (6). Refroidi en champ nul, le niveau de bruit observé est indifférenciable du bruit de fond du SQUID. C'est à dire que les fluctuations du champ à l'intérieur du tube en plomb sont inférieures à $2 \times 10^{-9} \text{G}/\sqrt{\text{Hz}}$. Lorsque le tube de flux est refroidi dans un champ appliqué de 10 gauss, le bruit est d'environ $2 \times 10^{-3} \phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$ au niveau du SQUID ou $10^{-8} \text{G}/\sqrt{\text{Hz}}$ au niveau de la bobine de détection sur les courtes durées, avec des fluctuations lentes de $5 \phi_0$ par heure.

4.1.1. Gradiomètre du deuxième ordre

Un gradiomètre de deuxième ordre est bobiné sur un mandrin en Araldite de diamètre 6,5 mm. La bobine principale comporte 16 spires, avec une bobine de 8 spires de chaque côté. L'inductance L_d est de $1,8 \mu\text{H}$. La bobine est d'abord refroidie sans le tube en plomb. Pour un changement du champ appliqué de 0,1 gauss, le SQUID indique un signal de $105 \phi_0$. Le facteur de suppression des signaux de mode commun est donc

$$r = \frac{f_g}{f_p} = \frac{1}{135}$$

où $f_g = 6 \times 10^{-4}$ est le facteur de transfert de flux mesuré pour le gradiomètre entier, et $f_p = 0.084$ est le facteur de transfert de flux calculé pour la bobine principale seule.

Lorsque la bobine de détection est refroidie dans l'écran en plomb, le bruit provenant de la bobine de détection reste inférieur au bruit de fond du SQUID pour des champs piégés jusqu'à 10 gauss.

4.1.2. Gradiomètre du premier ordre sur un mandrin en cuivre

Pour évaluer l'effet des courants Johnson, un gradiomètre du premier ordre est bobiné sur un mandrin en cuivre. Pour un premier essai, du cuivre écroui de qualité industrielle est utilisé. La résistivité plus élevée, par rapport au cuivre pur, sert à réduire le bruit de courant Johnson, mais le niveau d'impuretés magnétiques n'est pas connu. Une rainure en spirale est façonnée dans la surface d'un tube de diamètre externe 4mm et interne 2mm. L'isolant du fil en niobium n'est pas suffisant pour éviter des court circuits entre le fil et le cuivre et le mandrin est couvert d'une couche de Stycast 1266. Vingt-six

spires du fil sont bobinées dans chaque bobine du gradiomètre et tenues en place par une couche de Stycast 1266.

L'inductance totale des bobines $L_d=2\mu\text{H}$ et une mesure du facteur de suppression des signaux de mode commun donne :

$$r=5\times 10^{-3}.$$

L'amélioration de ce facteur par rapport au gradiomètre du deuxième ordre est due en partie à la géométrie plus simple des bobines. En effet, des asymétries sont introduites dans un gradiomètre entre chaque bobine au point où le fil change de direction. Cette asymétrie est d'autant plus importante que le nombre de spires est faible. Dans notre application, le bénéfice obtenu par la suppression des gradients de champ dans un gradiomètre du deuxième ordre n'est pas suffisant pour compenser l'asymétrie supplémentaire par rapport au gradiomètre du premier ordre.

La valeur attendue du bruit Johnson n'est pas facilement calculable car la résistivité électrique du cuivre utilisé n'est pas bien connue. Pour une bobine de longueur 1cm et une valeur typique de la résistivité d'un fil de cuivre à 4K de $\rho=5\times 10^{-8}\Omega\text{cm}^{-1}$, l'équation (14) donne $f_{\phi_b}\approx 10^{-3}\phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$ pour le flux couplé dans le SQUID. Ceci n'est que deux fois supérieur au bruit de fond du SQUID et la résistivité du cuivre écroui est certainement supérieure à celle du fil de cuivre.

Lorsque la bobine de détection est refroidie dans l'écran en plomb, le bruit provenant de la bobine de détection reste inférieur au bruit de fond du SQUID pour des champs piégés jusqu'à 10 gauss.



5. Porte échantillon

5.1. Techniques de thermalisation du sel magnétique

Le temps de réaction de la boucle de régulation de température de l'étage final est en grande partie déterminé par la thermalisation entre cet étage et le sel magnétique. L'impédance thermique entre l'étage et le sel résulte de trois contributions :

$$R = R_p + R_i + R_s$$

où R_p est la résistance thermique du porte échantillon, R_i est la résistance de l'interface entre le porte échantillon et le sel, et R_s est la résistance du sel même.

Diverses techniques ont été adoptées par d'autres chercheurs pour réduire chaque composante de cette résistance thermique :

L'équipe de Lipa^[Chu84] a fait cristalliser du $\text{Cu}(\text{NH}_4)_2\text{Br}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dans une matrice de fils de cuivre. Les fils servent à la fois comme lien thermique entre la cellule de mesure et le thermomètre magnétique et pour améliorer la conductivité thermique dans le sel même.

Wong^[Won90] utilise le même composé sous forme de poudre tassée directement dans le porte échantillon. La conductivité thermique d'une poudre peut être augmentée par l'addition de cuivre ou d'argent en poudre, mais la réactivité de $\text{Cu}(\text{NH}_4)_2\text{Br}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ rend cette technique difficile dans ce cas.

Nous avons préféré utiliser nos sels sous forme de monocristal : le transport de chaleur par les phonons donne une conductivité élevée à l'intérieur du sel et il ne reste qu'à assurer un bon couplage thermique avec la surface du cristal. Cette question sera importante dans la réalisation du thermomètre final.

5.2. Couplage magnétique à la bobine de détection.

La maximisation du couplage magnétique entre le sel et la bobine de détection favorise un échantillon long qui remplit entièrement la bobine. Or il faut éviter que l'échantillon soit trop long pour ne pas réduire l'homogénéité du champ le long de la bobine.

Nous allons maintenant estimer le signal que nous devrions avoir avec nos sels et nos géométries de bobines.

Le flux (par spire) dû à une aimantation $dM = 4\pi H d\chi$ d'un échantillon de diamètre $2a$ est en unité CGS :

$$\Phi_d = K \pi a^2 (4\pi H d\chi) = K 4\pi^2 a^2 H \chi \quad (17)$$

avec H en Oersted, a en cm, χ en emu/cm³. N est le nombre de spires de la bobine et K est un facteur qui dépend de la géométrie des bobines par rapport à celle de l'échantillon. Pour le cas d'un échantillon long par rapport à la bobine de détection, $K \approx 1$.

Le flux couplé dans l'anneau du SQUID est : $\Phi_s = f \Phi_d$, avec $f = N M_S / (L_D + L_S)$. Nous avons construit des bobines de détection de façon à ce que $L_D \approx L_S$ pour optimiser le signal, soit $L_D \approx 2\mu H$. On en déduit :

$$f \approx N \cdot 5 \cdot 10^{-3},$$

puisque le constructeur donne pour le SQUID : $L_S = 2 \mu H$, $M_S \approx 2 \cdot 10^{-8}$ Henry.

Enfin, il faut prendre en compte l'atténuation due à l'écran supraconducteur que nous approximations par $(1 - d^2/D^2)$, où d est le diamètre de la bobine de détection et D celui de l'écran.

Nous exprimons la valeur de Φ_s en unités de ($\Phi_0 = 2.07 \cdot 10^{-7}$ Gauss cm²) et nous trouvons finalement l'ordre de grandeur du signal :

$$\Phi_s \text{ (en } \Phi_0) \approx 9.5 \cdot 10^5 N a^2 \left(1 - \frac{d^2}{D^2}\right) K H \chi \quad (18)$$

Nous n'avons pas pris ici en compte le facteur de champ démagnétisant qui peut être important dans notre cas, les constantes de Curie étant forte pour les sels utilisés. Le champ réel $H_{\text{réel}}$ vu par l'échantillon est égal au champ appliqué H auquel on déduit un terme proportionnel à l'aimantation M par unité de volume :

$$H_{\text{réel}} = H - 4 \pi n M = H (1 - 4 \pi n \chi H_{\text{réel}})$$

ou n est le facteur démagnétisant ($n=1/3$ pour une sphère).

L'aimantation M est alors égale à $\chi H_{\text{réel}}$, soit :

$$M = \frac{\chi}{1 + 4 \Pi n \chi} H$$

L'équation 18 se réécrit :

$$\Phi_s \text{ (en } \Phi_0) \approx 9.5 \cdot 10^5 \text{ N a}^2 \left(1 - \frac{d^2}{D^2}\right) K \frac{\chi}{1 + 4 \Pi n \chi} H \quad (19)$$

Pour une variation $d\chi$ de la susceptibilité due à un changement de la température, on obtient une variation de flux :

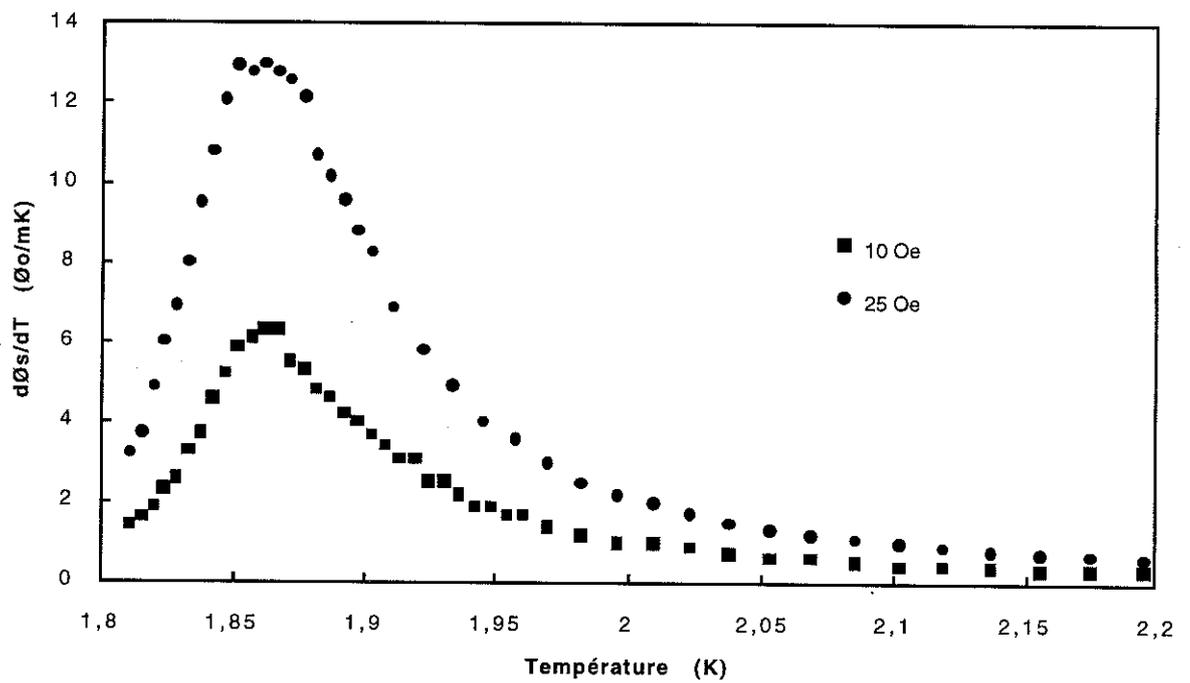
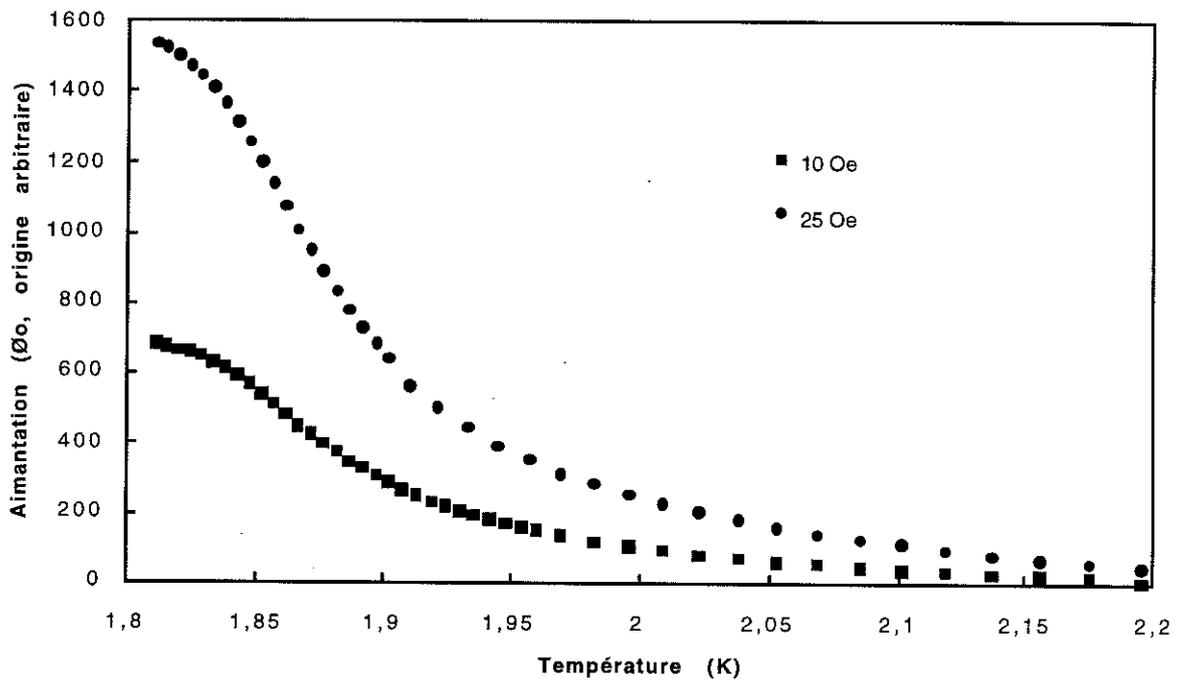
$$d\Phi_s \text{ (en } \Phi_0) \approx 9.5 \cdot 10^5 \text{ N a}^2 \left(1 - \frac{d^2}{D^2}\right) K \frac{d\chi}{(1 + 4 \Pi n \chi)^2} H \quad (19)$$

La sensibilité de la détection est donc réduite par un facteur $1 / (1 + 4 \Pi n \chi)^2$ par rapport au résultat obtenu sans prendre en compte le champ démagnétisant.

Dans le cas où la susceptibilité suit une loi de Curie-Weiss (en $1 / (T + \Theta)$), on trouve :

$$M = \frac{C}{T + \Theta^*} H, \text{ avec } \Theta^* = \Theta + 4 \Pi n C \quad (20)$$

C'est cette expression qu'il faut en fait rentrer dans l'équation (18)



L'aimantation du CRB en fonction de température

6. Mesures sur les sels magnétiques

6.1. Sel ferromagnétique $\text{CuRb}_2\text{Br}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (CRB)

Des cristaux de CRB sont préparés par évaporation lente d'une solution aqueuse. Les cristaux sont écrasés en poudre avant d'être chargés dans le porte échantillon.

6.1.1. Montage expérimental

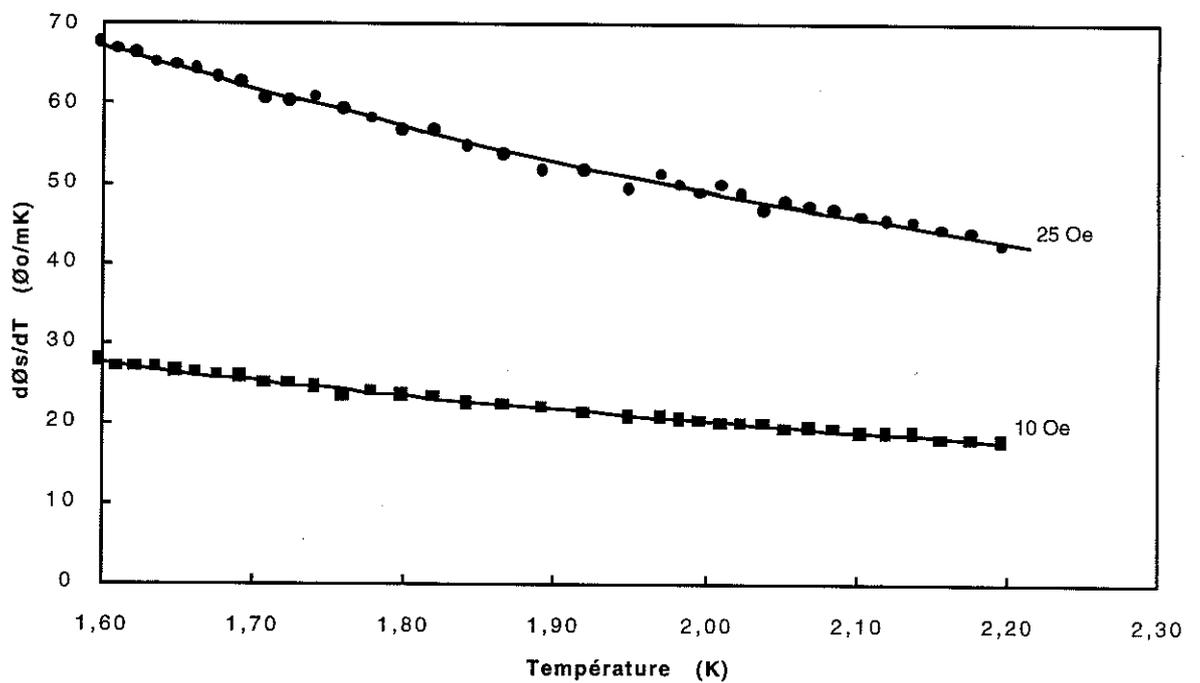
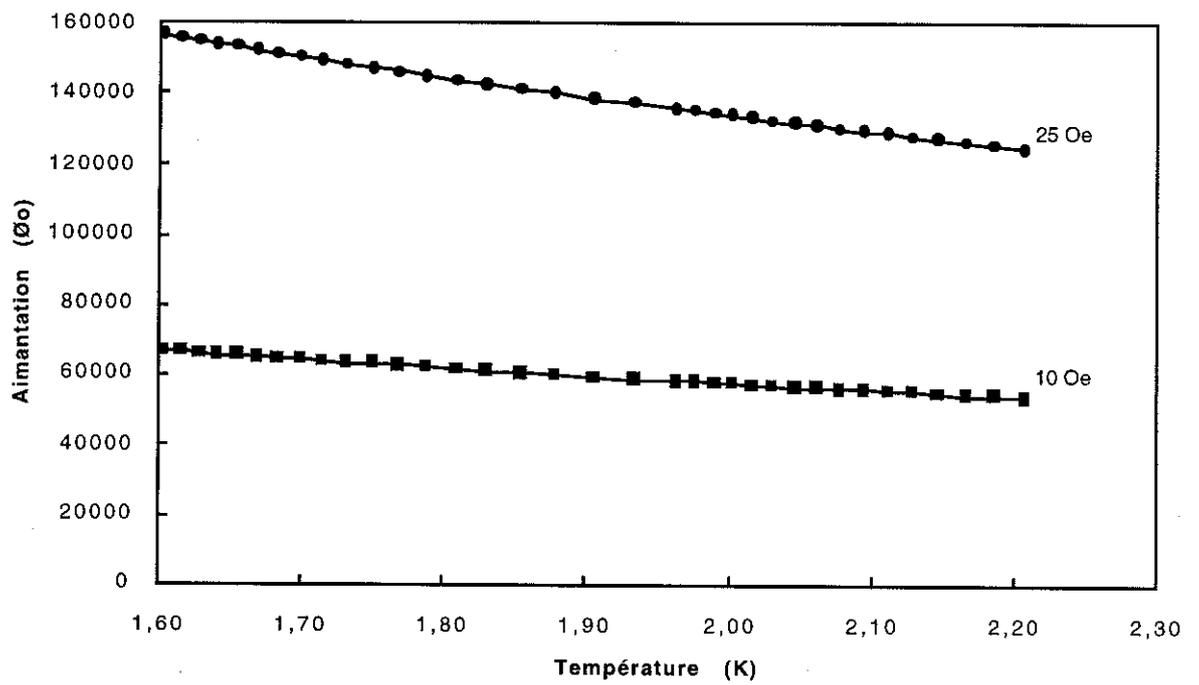
Le gradiomètre du premier ordre utilisé dans les essais précédents est utilisé pour la détection (2 bobines de 26 spires) : un fil supraconducteur est bobiné sur un mandrin tubulaire de cuivre (\varnothing 2,2 mm interne, \varnothing 4 mm externe). Une couche d'or est déposée par électrolyse sur la surface interne du mandrin pour protéger le cuivre d'une attaque chimique par le CRB. 150mg de poudre de CRB sont tassés dans le tube sur une longueur de 19 mm, soit un volume de 72mm^3 . La densité de CRB est $3,7\text{gcm}^{-3}$ donc le taux de remplissage est 56%. Le mandrin se visse directement dans l'étage final. Nous avons utilisée une bobine de champ de 250 spires de fil supraconducteur ($H/I = 25 \text{ Oe / ampère}$). Une feuille roulée et soudée en plomb forme l'écran supraconducteur. Un fil de chauffage en platine-tungstène est collé sur une génératrice de ce tube. Ceci permet de créer une bande normale et faire rentrer du flux dans le tube sans chauffer le tube entier.

En tenant compte du taux de remplissage on calcule une valeur théorique (avec $K \approx 1$) pour le flux couplé dans l'anneau du SQUID : $d\Phi_s \approx 13 \Phi_0 / \text{mK}$ à 2,17K pour un champ de 1 Oe.

6.1.2. Mesures de l'aimantation

L'aimantation en fonction de la température a été étudiée pour deux valeurs du champ appliqué et les résultats sont représentés sur la figure ci-contre. La forme générale de la courbe est en accord avec la théorie bien que le signal observé soit très inférieur à la valeur calculée ci-dessus (par un facteur ~ 490 à 2,17K).

Le signal du SQUID suit la température de l'étage final sans constante de temps apparente, c'est à dire inférieure à la constante de temps de la boucle de régulation de température ($\sim 0,5\text{s}$).



L'aimantation du LDF en fonction de température

6.2. Sel paramagnétique Li-Dy-F₄ (LDF)

Un monocristal de LDF fut préparé par R. Yu. Abdulsabirov et S. L. Korableva au Laboratoire de Radiospectroscopie et d'Électronique Quantique, Kazan State University, Russie. Le cristal fut fabriqué par fusion, puis façonné en cylindre de diamètre 6mm, longueur 10mm et masse 1,6g. L'axe de rotation du cylindre est l'axe c du cristal.

6.2.1. Montage expérimental

Une simple bobine de 21 spires de fil de niobium est bobinée directement sur le cristal et tenue en place par du vernis GE. Le cristal est enfoncé dans un cylindre en cuivre avec de la graisse Apiezon chargée avec de la poudre d'argent pour le tenir en place et pour assurer le couplage thermique entre le cristal et le porte échantillon. La bobine de champ et le tube en plomb sont les mêmes que pour les essais précédents.

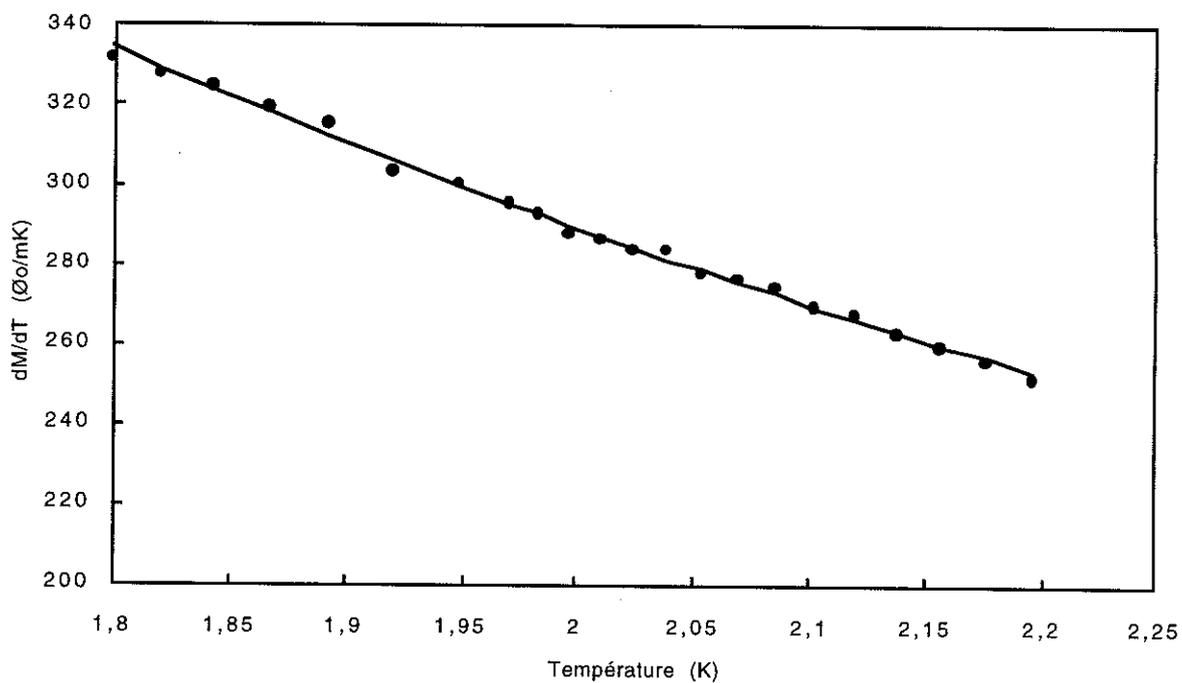
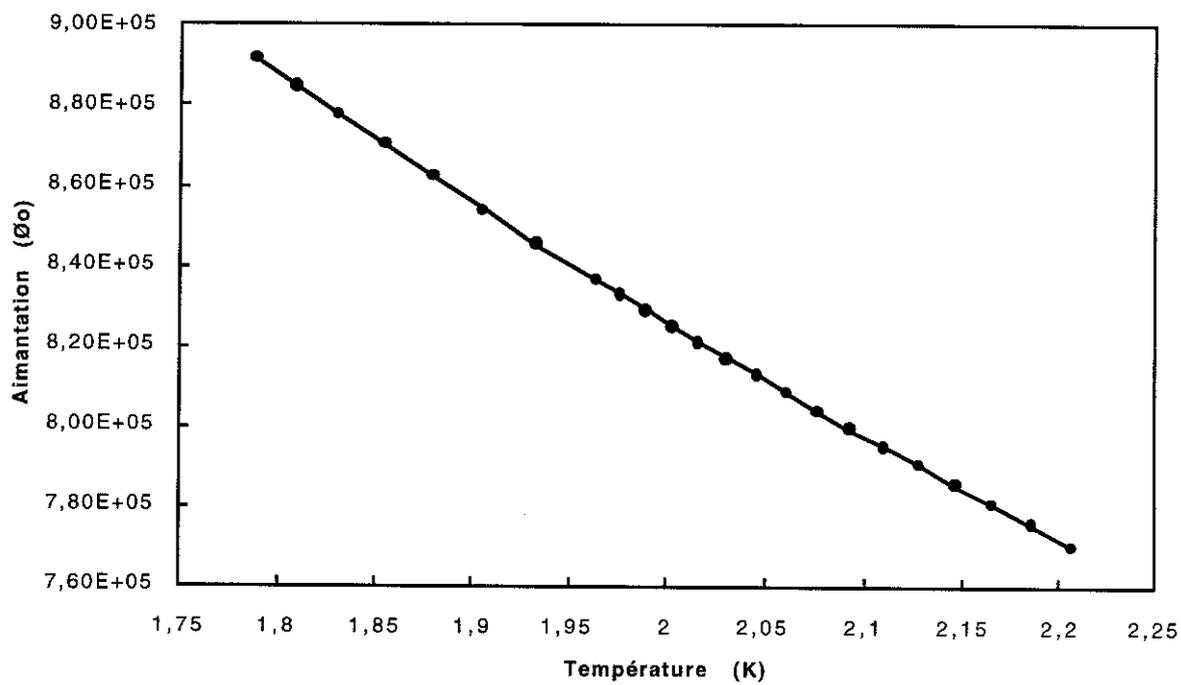
6.2.2. Mesures de l'aimantation

L'aimantation en fonction de la température est montrée sur la figure ci-contre pour des valeurs du champ appliqué de 10 et 25 oersteds. La courbe solide est un fit à la loi de Curie-Weiss :

$$\frac{\Phi_s}{\Phi_0} = \frac{1,5 \times 10^4 \text{ H}}{(T + 0,74)} \quad (\text{pour } H = 25\text{G})$$

En supposant que le sel est purement paramagnétique ($\Theta = 0$) et avec la constante de Curie calculée pour ce sel (0.32 emu/cm^3), la température de Curie Weiss apparente (ici : $\Theta^* = 0.74 \text{ K}$) nous permet de calculer le facteur démagnétisant à partir de l'équation (19) : $n = 0.18$, ce qui est une valeur raisonnable pour un cylindre de cette géométrie.

On trouve une valeur pour la constante de Curie de $0,013 \text{ emu K/cm}^3$, correspondant à une valeur de flux 25 fois plus faible que la valeur attendue.



L'aimantation du LEF en fonction de température

6.3. *Sel paramagnétique Li-Er-F₄ (LEF)*

Un cristal de LEF fut préparé au même laboratoire que le LDF. Le cristal est en forme de cylindre légèrement conique avec un diamètre moyen de 6,9mm et longueur 16mm. Le poids du cristal est 3,4g.

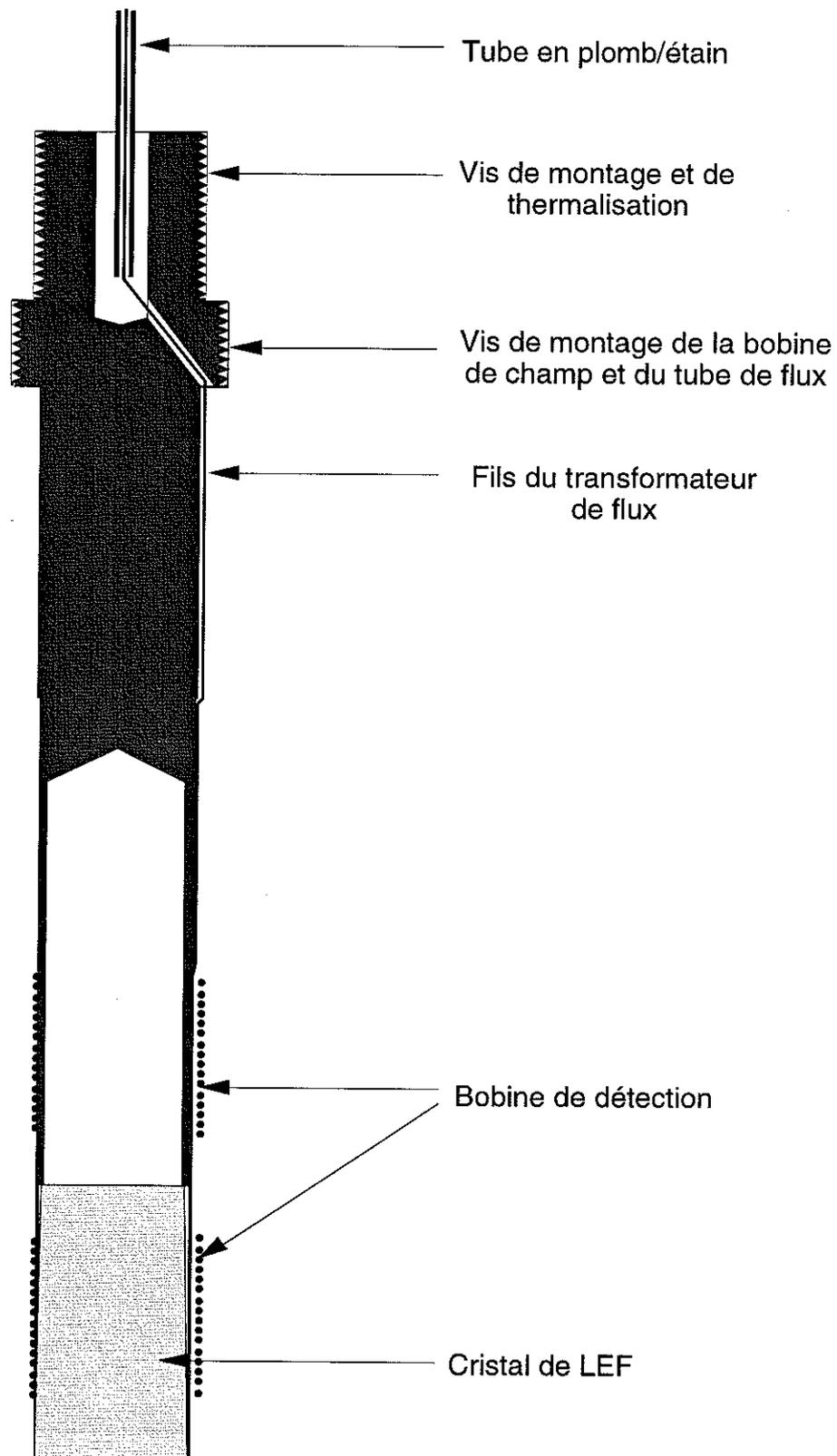
6.3.1. Montage expérimental

Porte échantillon

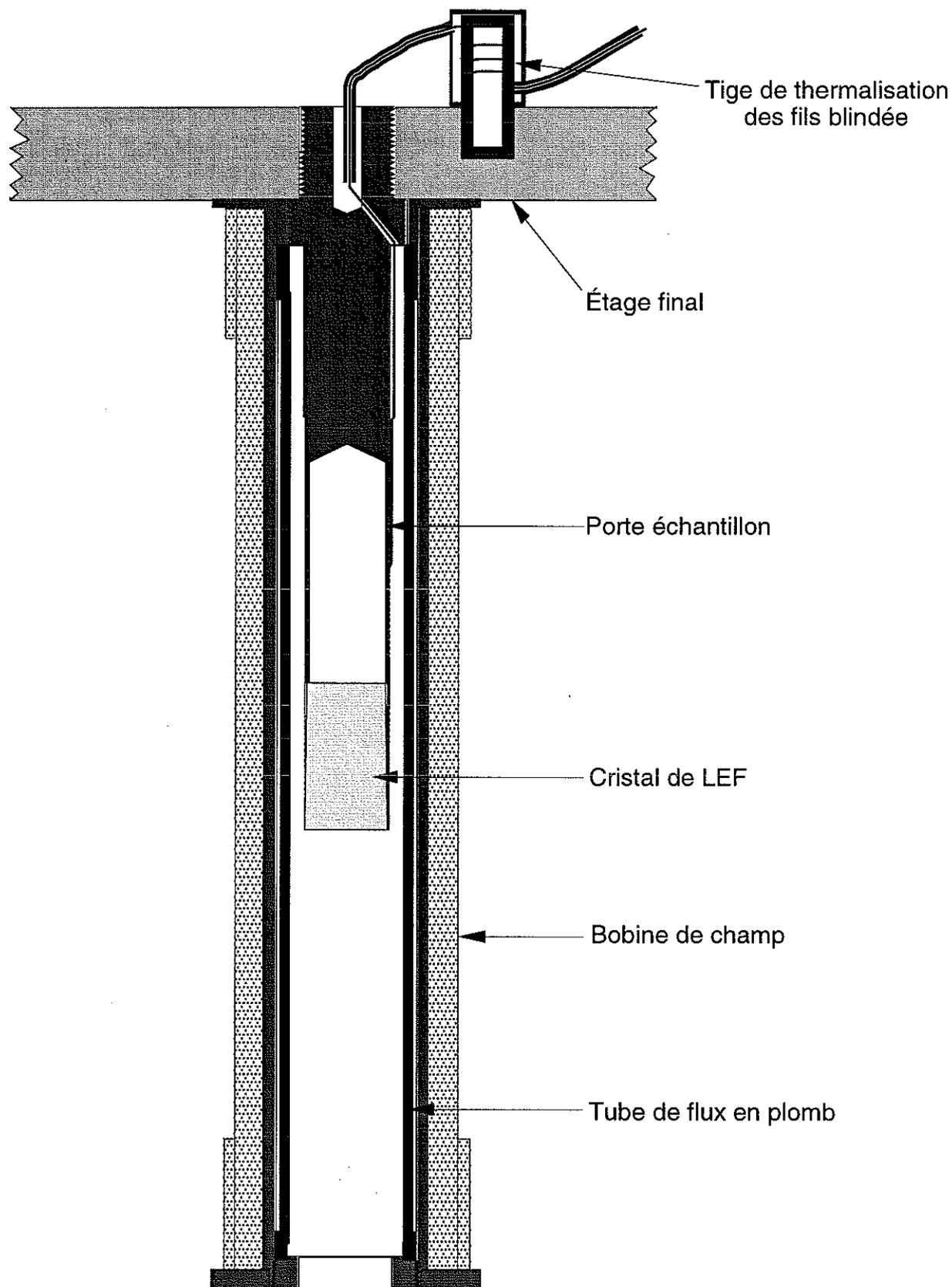
Le porte échantillon est représenté sur la figure de la page suivante. Le cristal est enfoncé, avec de la graisse argentée, dans un tube en cuivre (\varnothing 7mm interne) à paroi très mince (0,125mm). La conicité du cristal assure un contact thermique intime avec le cuivre. La surface externe du tube est isolée électriquement par une couche de vernis à ongles. 16 spires de fil de niobium (\varnothing 50 μ m) sont bobinées dans une rainure autour de ce tube pour faire chaque moitié d'un gradiomètre. Le fil est tenu en place par une deuxième couche de vernis à ongles. Le vernis à ongles a été choisi comme isolant grâce à sa facilité d'application et sa bonne solubilité, sa tenue à froid, sa faible susceptibilité, et car il n'attaque pas l'isolant du fil. La longueur de chaque bobine est 9,6mm avec un écart entre les deux bobines de 6mm. Le porte échantillon se visse directement dans l'étage final, et la bobine de champ qui supporte aussi le tube supraconducteur se visse directement sur le porte échantillon (voir figure). Le facteur de transfert de flux calculé a pour valeur $f'=0,038$.

Bobine de champ

Une nouvelle bobine supraconducteur est employée pour atteindre des champs appliqués plus élevés. 5310 spires de fil de niobium-titane dans une matrice de cuivre sont bobinées en 11 couches sur un mandrin en cuivre de diamètre externe 14mm et longueur 115mm. Une bobine de compensation de 180 spires en 3 couches et de longueur 14mm est ajoutée à chaque bout pour améliorer l'homogénéité du champ. L'homogénéité est <3% dans tout le volume occupé par le tube supraconducteur.



Porte échantillon LiErF_4



Montage expérimental pour les mesures d'aimantation de LiErF_4

Tube supraconducteur

Pour éviter tout problème associé au joint du tube en plomb lorsqu'on veut travailler avec des champs plus élevés, un nouveau tube a été fabriqué. On met en rotation suivant son axe un tube en laiton, qui contient des morceaux de plomb, en le chauffant avec un chalumeau. Le plomb se plaque contre la paroi, une fois refroidi une mèche est utilisée pour aléser l'intérieur à 10mm pour donner une couche de plomb uniforme, d'épaisseur 0,5mm. Le diamètre externe du tube en laiton est alors réduit au tour pour qu'il rentre sans toucher dans le mandrin de la bobine de champ.

6.3.2. Mesures de l'aimantation

L'aimantation en fonction de la température est montrée sur la figure de la page 82 (champ : $H = 25$ Oe). La courbe solide est un fit à la loi de Curie-Weiss :

$$\frac{\Phi_s}{\Phi_0} = \frac{9,4 \times 10^4 H}{(T + 0,86)}$$

En supposant que le sel est à une température de Néel antiferro magnétique $\Theta = 0,2K$, et avec la constante de Curie calculée pour ce sel ($0,26 \text{ emu/cm}^3$), la température de Curie Weiss apparente (ici : $\Theta^* = 0,86 \text{ K}$) nous permet de calculer le facteur démagnétisant à partir de l'équation (19) : $n \approx 0,2$, ce qui est là aussi une valeur raisonnable pour un cylindre de cette géométrie.

On trouve une valeur pour la constante de Curie de $0,054 \text{ emu K/cm}^3$ ce qui correspond à une valeur du flux qui est 5 fois plus faible que la valeur calculée.

6.4. Problème du facteur d'atténuation du signal

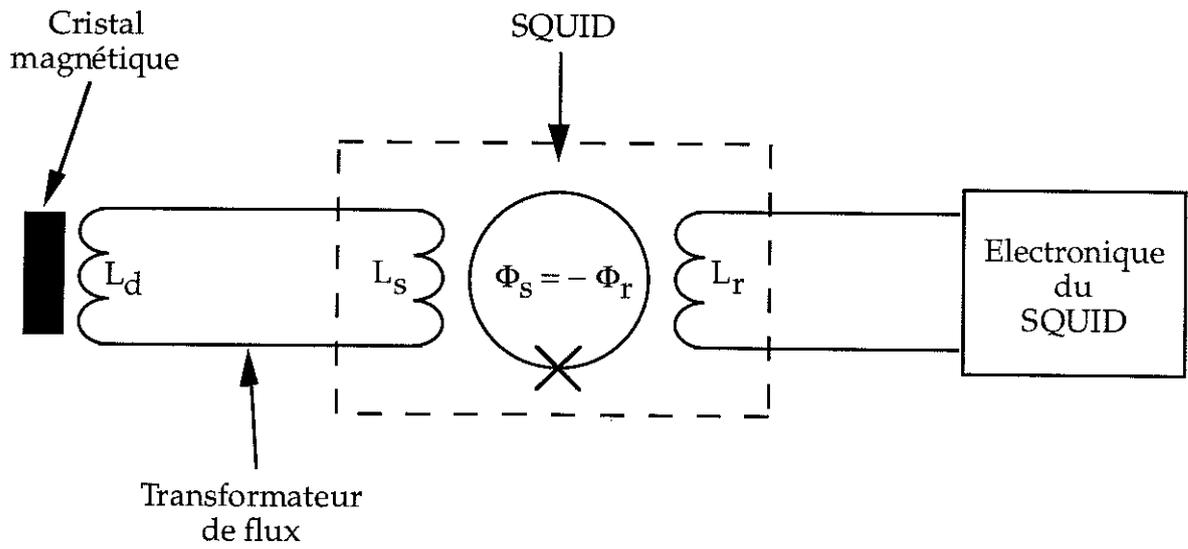
L'origine du désaccord entre les aimantations mesurées et les valeurs théoriques n'est pas bien comprise, surtout pour le CRB et le LDF où le désaccord est très important. L'incertitude dans la valeur exacte du champ piégé dans le tube de flux pourrait contribuer à cet effet. Or la reproductibilité des mesures après des piégeages de flux successifs et le rapport linéaire entre l'aimantation mesurée et le champ appliqué suggèrent que cette incertitude ne soit pas suffisante pour expliquer les résultats. La variation de la grandeur du désaccord entre les échantillons différents suggère plutôt un effet lié à la bobine de détection ou à l'échantillon.

7. Résolution du thermomètre magnétique à base de LiErF_4

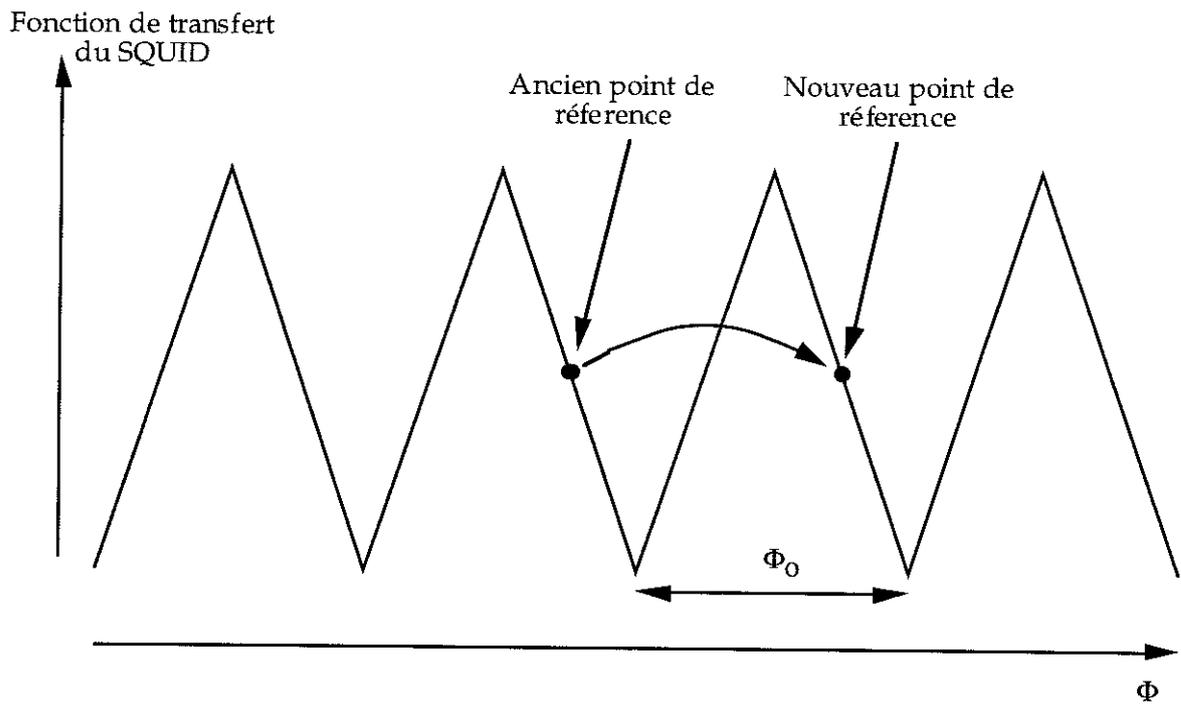
Les résultats présentés ci-dessous concernent le cristal de LEF placé dans le montage décrit dans les paragraphes précédents.

7.1. Optimisation du champ appliqué

Pour obtenir la meilleure résolution en température, il faut appliquer le plus grand champ magnétique possible au sel. Une première limite sur le champ maximal est donnée par le champ critique du tube de flux supraconducteur. Pour le plomb à 2K ce champ $H_c \approx 750$ Oe. La vitesse de relaxation du flux piégé dans la paroi du tube dû à l'effet Meissner incomplet augmentent rapidement lorsqu'on s'approche trop de cette valeur limite. Une limite pratique serait donc bien inférieure au champ critique. Dans notre expérience, le champ maximal utilisable est déterminé par d'autres considérations. La fonction de transfert d'un SQUID est périodique en flux avec une période de Φ_0 [Gif72]. Le signal à l'entrée du SQUID n'est pas uniquement défini par le signal à sa sortie. Pour éviter ce problème, l'anneau du SQUID est utilisé comme détecteur de zéro. Si un flux Φ_s est couplé dans l'anneau par le transformateur de flux, un flux Φ_r y est injecté par une boucle de réaction, dans l'électronique du SQUID, tant que $\Phi_s + \Phi_r = 0$ (voir figure ci-dessous). Le signal à la sortie de l'électronique est proportionnel à Φ_r et donc à Φ_s . Lorsqu'un élément du transformateur de flux se déplace dans un champ magnétique un courant électrique est induit. Une vibration mécanique produit donc un courant périodique dans le transformateur. La valeur maximale de $\frac{d\Phi_r}{dT}$ est limitée par l'électronique. Si $\frac{d\Phi_s}{dT}$ dépasse cette valeur, et $\Phi_s - \Phi_r > \frac{\Phi_0}{2}$, la boucle de réaction peut changer son point de référence et voir la valeur appliquée au SQUID sauter de plusieurs quantum de flux. La présence de vibrations impose donc une autre limite sur le champ maximal.



Opération du SQUID comme détecteur du point nul



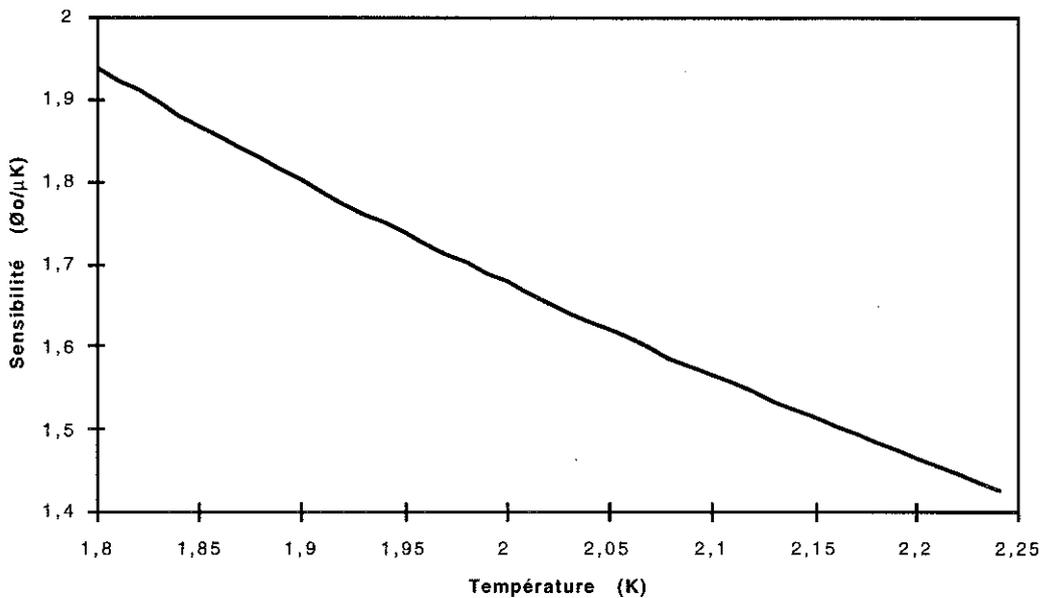
Changement du point de référence de la boucle de réaction

7.1.1. Résultats des essais

Un essai effectué avec un champ appliqué de 250 Oe donne un signal $\frac{d\Phi}{dT} = 2,6\Phi_0/\mu\text{K}$ à 2,17K. Avec une résolution du SQUID de $5 \times 10^{-4}\Phi_0$ nous obtenons une résolution en température d'environ 0,19nK. Or, à cause des vibrations mécaniques du cryostat, la stabilité du système régulé par ce thermomètre ne dure que quelques minutes.

Un champ de 145 Oe donne un signal $\frac{d\Phi}{dT} = 1,5\Phi_0/\mu\text{K}$ à 2,17K, soit une résolution en température de 0,33nK. La sensibilité aux vibrations est beaucoup plus faible et la stabilité du thermomètre n'est limitée que par les plus grosses des perturbations mécaniques (passage des gros vases d'hélium dans le couloir ou les travaux dans le bâtiment en cours à cette époque). La courbe de sensibilité en fonction de la température est représentée sur la figure ci-dessous.

En utilisant le thermomètre magnétique pour piloter une boucle de régulation de température, une stabilité de $10^{-3}\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$ (ce qui correspond à 0,7nK/ $\sqrt{\text{Hz}}$ à 2,17K) a été réalisée avec un champ appliqué de 145 Oe.



Sensibilité du thermomètre pour un champ appliqué de 145 Oe

Références

- [Amstel74] Amstel and de Jongh, *Solid State Comm.*, **14**, 491 (1974)
- [BTi85] Biomagnetic Technologies Inc. San Diego CA, *SQUID System Model 330X* (1985)
- [Carré86] E Carré, J P Renard and J Souletie, *ICM 85, J. Magnetism and Magnetic Materials*, **54-57**, 697 (1976)
- [Chu84] T C P Chui & J A Lipa, *LT-17 (Contributed Papers)*, U Eckerm, A Schmid, W Weber, & H Wühl (eds), 931, (Elsevier, 1984)
- [Gif72] R P Giffard, R A Webb, et J C Wheatley *J. Low Temp. Phys.* **6**, 533 (1972)
- [Gro46] F Grover, *Inductance Calculations*, Van Nostrand (1946)
- [Hud75] R P Hudson et al., *J. Low Temp. Phys.*, **20**, 1, (1975)
- [Hul67] L Vant-Hull, R A Simpkins et J T Harding, *Phys. Lett.*, **24A**, 736 (1967)
- [Jon70] L J de Jongh, A R Miedema, & R F Wielinga, *Physica*, **46**, 44, (1970)
- [Lip94] J A Lipa et al., *Cryogenics*, **34**, 341, (1994)
- [Rab73] M Rabinowitz, E L Garwin, D J Frankel, *Lettere al Nuovo Cimento*, **7**, 1 (1973)
- [Tho76] J W Thomasson and D M Ginsburg, *Rev. Sci. Instr.*, **47**, 387 (1976)
- [Velu76] E Velu, JP Renard and B Lécuyer, *Phys. Rev. B* **14**, 5088 (1976)
- [Vle32] J H Van Vleck, *The Theory of Electric and Magnetic Susceptibilities*, (Oxford, 1932)
- [Won90] G K S Wong et al, *Physica*, **165&166B**, 133, (1990)
- [Zie93] A Zieba, *Rev. Sci. Instr.* **64**, 3357 (1993)
- [Zim70] J E Zimmerman, P Thiene, J T Harding, *J. Appl. Phys.*, **41**, 1572 (1970)

Chapitre IV : CELLULE DE DÉTERMINATION DU POINT LAMBDA

1- Principe de mesure

2- Réalisation de la cellule de détection du point lambda

3- Caractérisation de la cellule

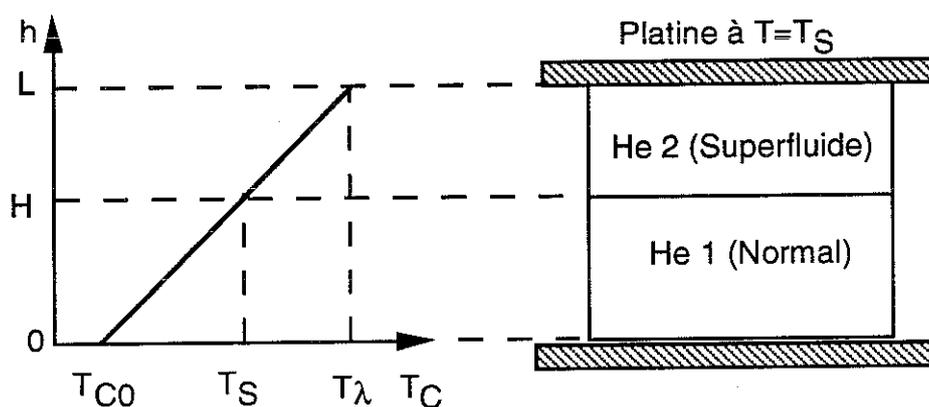
4- Résultats des essais

5- Références

1. Principe de mesure

Il est aussi important d'optimiser la résolution du thermomètre que de trouver un moyen fiable de déterminer sa stabilité.

Ceci peut être fait par comparaison avec la température indiquée par un thermomètre basé sur un point fixe thermodynamique. Le seul point fixe adapté à notre cas est le point λ de la transition superfluide de l'hélium-4. La détermination du point lambda peut se faire en regardant l'apparition d'une résistance thermique lorsqu'une couche mince d'hélium normal se forme dans le champ gravitationnel, au fond d'une sonde de mesure de la conductibilité thermique^[Ste83]. L'utilisation de la thermométrie résistive classique pour mesurer l'écart de température au travers de cette couche d'hélium normal en présence d'un courant de chaleur nous a permis d'observer la transition avec une résolution et une stabilité meilleures que 2nK.



Considérons d'abord une colonne d'Helium liquide de hauteur L . La pression à une hauteur h est plus importante que la pression à la surface ,

$$P(h) - P(L) = \Delta P = \rho g (L-h) \quad (1)$$

où ρ est la densité du liquide et g l'accélération gravitationnelle.

Pour l'hélium liquide, la dérivée $\frac{dT_C}{dP}$ de la température de transition superfluide T_C par rapport à la pression est négative. La température $T_C(h)$ est donc plus basse que la température de transition T_λ à la surface avec la convention : $T_\lambda = T_C(L)$. L'abaissement de T_C est :

$$\Delta T_C = T_\lambda - T_C(h) = -\rho g (L-h) \frac{dT_C}{dP} = \alpha (L-h) \quad (2)$$

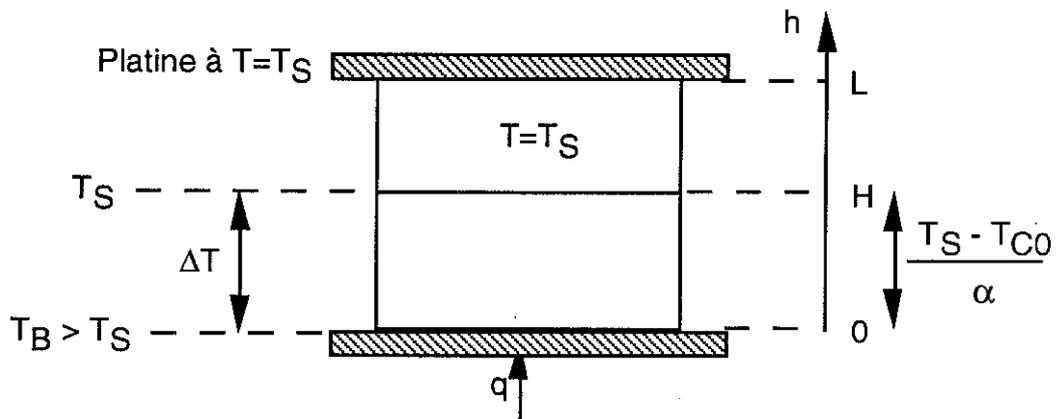
La valeur du coefficient α va de $1,273 \times 10^{-6} \text{ Kcm}^{-1}$ à la tension de vapeur saturante jusqu'à $3,91 \times 10^{-6} \text{ Kcm}^{-1}$ à la pression de fusion (≈ 30 bars). Dans la gamme de température et de pression très étroite qui nous intéressent, ρ et dT_C/dP peuvent être considérées comme des constantes.

Si on impose à l'ensemble de la colonne une température T_λ , toute la colonne sera de l'Helium normal. Si on la refroidit à une température $T_{C0} = T_\lambda - \alpha L$, l'Helium sera entièrement superfluide. Si on impose une valeur T_S de température telle que $T_{C0} < T_S < T_\lambda$, alors une interface se forme à une hauteur H , séparant de l'Helium normal situé en dessous et de l'Helium superfluide situé au dessus. La valeur de H est fixée par celle de T_S :

$$H = L - \frac{T_\lambda - T_S}{\alpha} \quad (3)$$

Maintenant, nous allons évaluer la valeur de la conduction thermique de cette colonne d'Helium dans le sens de la hauteur.

Pour cela, nous considérons le système suivant : nous maintenons la température du haut de la colonne à une température T_S fixe et nous imposons un flux de chaleur q traversant la colonne depuis le bas.



A cause de sa conductibilité élevée, le superfluide ne provoque aucun gradient thermique et sa température est partout égale à T_S depuis le haut de la colonne jusqu'à l'interface HeI/HeII. Ce que nous devons donc calculer est la conductivité thermique de la tranche de liquide normal de hauteur H , et donc la différence de température ΔT entre l'interface et le bas de la colonne.

La conduction de la chaleur par l'hélium normal a été étudiée par Ahlers pour des températures très proches de la température de transition [Ahl68][Ahl76]. La forme de la conductivité thermique k au-dessus de T_C est donnée par :

$$k = k_0 \left(\frac{T}{T_C} - 1 \right)^\gamma = k_0 t^{-\gamma} \quad , \quad k_0 \approx 1,4 \times 10^{-5} \text{ W cm}^{-1} \text{K}^{-1} \text{ et } \gamma \approx 0,42 \quad (4)$$

Le gradient de température dT/dh imposé dans une tranche dh du fluide normal de section S par un flux de chaleur $q = k S (dT/dh)$ est égal à :

$$\frac{dT}{dh} = \frac{q t^\gamma}{k_0 S} \quad (5)$$

La température réduite t dépend de h au travers du paramètre T_C . Comme nous le verrons, la quantité ΔT est très supérieure à la variation de T_C avec h ($0.13 \mu\text{K}$ par mm de hauteur). Aussi, dans l'expression de t , nous prendrons pour T_C sa valeur T_S à l'interface. Avec cette hypothèse, il est facile de calculer la différence de température ΔT entre le bas de la cellule et l'interface :

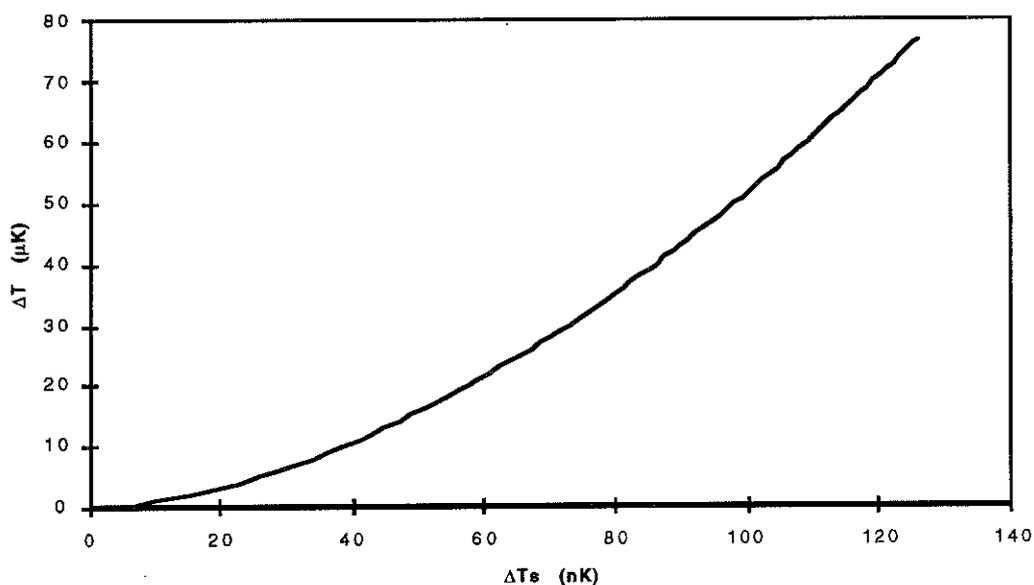
$$\frac{k_0 S}{q} \int_{T_S + \Delta T}^{T_S} \left(\frac{T}{T_S} - 1 \right)^\gamma dT = \int_0^H dh \quad (6)$$

Soit en appelant $a = 1/(1-\gamma)$ et en reprenant l'équation (3) :

$$\frac{\Delta T}{T_S} = \left(\frac{q H}{a k_0 S T_S} \right)^a = \left(\frac{q}{a \alpha k_0 S} \right)^a \left(\frac{\Delta T_S}{T_S} \right)^a \text{ avec } \Delta T_S = T_S - T_{C0} \quad (7)$$

Pour des valeurs typiques $L = 1 \text{ mm}$, $H = 0.5 \text{ mm}$ et $q/S = 1,4 \cdot 10^{-6} \text{ W cm}^{-2}$, nous trouvons $\Delta T \approx 24 \mu\text{K}$ (ce que nous pouvons facilement mesurer par thermométrie résistive), alors que $T_\lambda - T_S = 65 \text{ nK}$ et $\Delta T_S = T_\lambda - T_{C0} = 130 \text{ nK}$.

Dans la figure ci-après, nous avons tracé la variation de ΔT en fonction de ΔT_S pour des valeurs de L et q données ci-dessus.

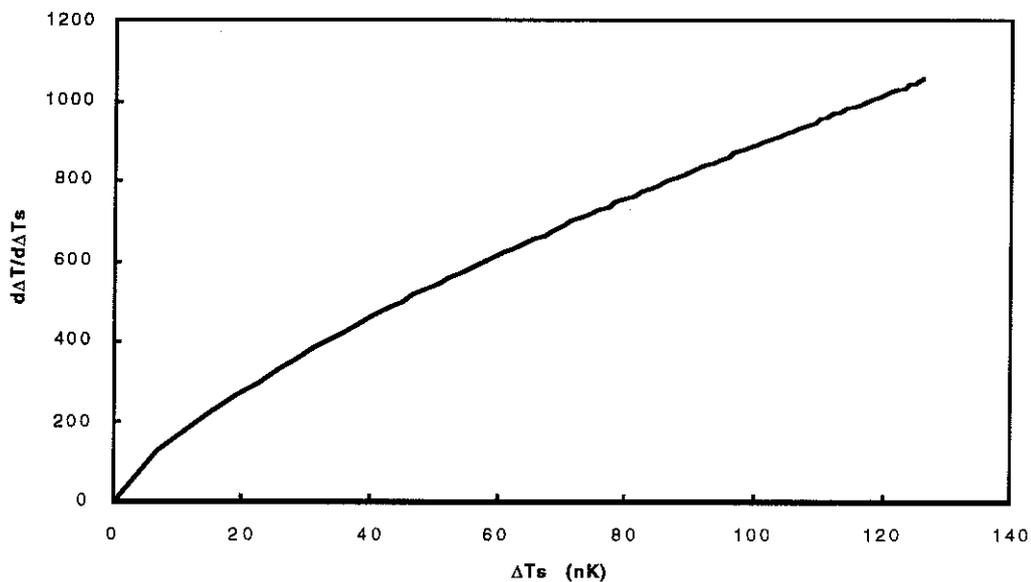


Maintenant, nous allons calculer la variation de $\delta(\Delta T)$ due à une variation δT_s de la température T_s du haut de la cellule. Cette variation entraîne une variation dH de la hauteur (L-H) de superfluide : $dH = \delta T_s / \alpha$.

Il s'en suit une variation $\delta(\Delta T)$ égale à :

$$\delta(\Delta T) = \delta T_s A (\Delta T_s)^{1-a} \quad \text{avec : } A = 0.67 \left(\frac{q}{S |\alpha| k_0} \right)^a \quad (6)$$

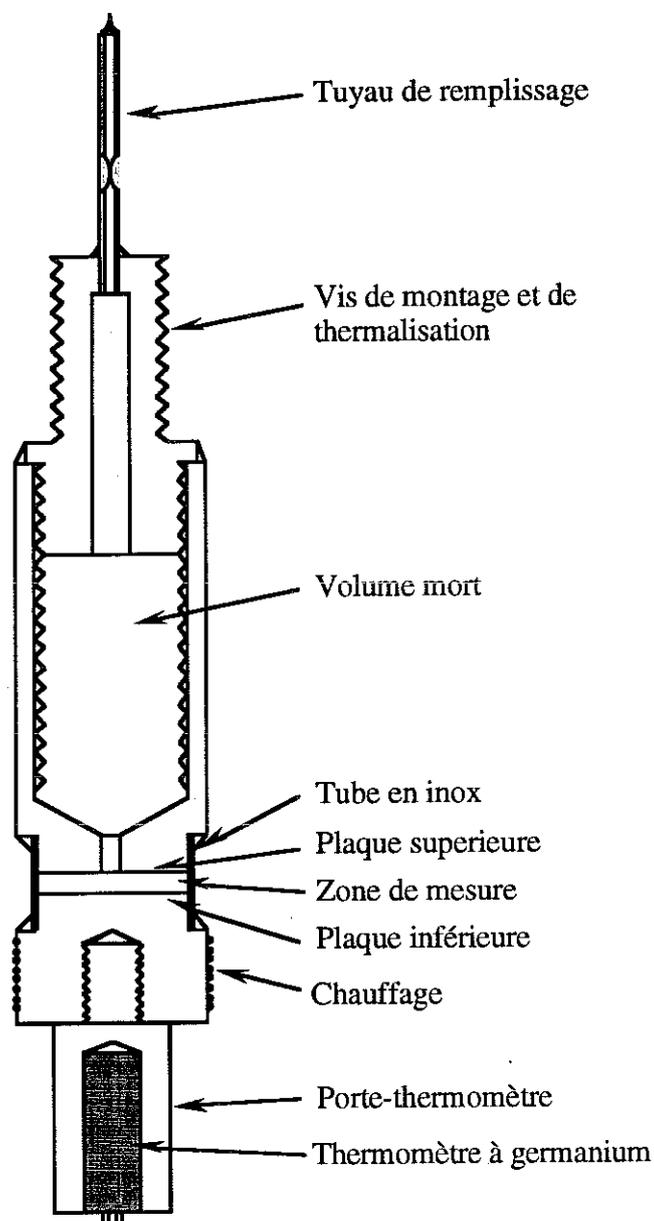
Nous présentons ci-dessous la variation du rapport $\delta(\Delta T) / \delta T_s$ en fonction de $\Delta T_s = T_s - T_C(h=0)$ dans les conditions expérimentales que nous avons indiqué.



La résolution du thermomètre à germanium est d'environ 5×10^{-7} K pour $\delta(\Delta T)$, ce qui donne une résolution en T_s de $\delta T_s \approx 1$ nK dans une cellule de 1 mm de haut avec une interface au milieu. Nous avons donc un excellent amplificateur pour mesurer de très faibles variations de température du haut de la cellule.

En réalité, la température de transition T_λ est abaissée de ΔT_λ quand un flux de chaleur q traverse l'hélium^[Duncan88] : $\Delta T_\lambda / T_\lambda \approx 2.4 (q/q_0)^{0.8}$ avec $q_0 \approx 750 \text{ W/cm}^2$. Ce qui donne dans notre cas : $\Delta T_\lambda \approx 540 \text{ nK}$. Toutes les températures sont décalées de cette valeur (constante pour q constant), mais ceci ne change rien à la possibilité de mesurer des variations de l'ordre du nK.

2. Réalisation de la cellule de détection du point lambda



Cellule de détection du point lambda

La figure ci-dessus montre la construction de la cellule de détection du point lambda. Elle est construite entièrement en cuivre à l'exception d'un tube à paroi mince en inox qui sépare la plaque supérieure de la plaque inférieure. Le diamètre des plaques est 8mm et l'écart entre les deux plaques est 1mm. La plaque inférieure est munie d'un chauffage et sa température est mesurée par un thermomètre à germanium. Avant de la refroidir, la cellule est remplie d'hélium gazeux à une pression de 100 bars. La cellule est fermée en écrasant

le capillaire de remplissage, avant de le couper et le sceller avec de la soudure. Une fois refroidi, le volume mort assure que la région entre les plaques est remplie de liquide.

La partie supérieure est vissée à la platine en cuivre de l'étage final, où sont aussi fixés un thermomètre à germanium et le thermomètre magnétique. Dans les essais suivants, les deux thermomètres (bas de cellule et platine) servent à mesurer ΔT , le thermomètre magnétique servant comme référence pour la régulation de la température T_S .

3. Caractérisation de la cellule

Dans la cellule décrite ci-dessus, il y a plusieurs sources de résistance thermique qui peuvent contribuer à la ΔT mesurée par le thermomètre.

- 1- il y a la résistance de la couche d'hélium.
- 2- il y a les résistances interfaciales entre l'hélium et le cuivre.
- 3- il y a la résistance du cuivre.

Ces deux dernières sont effectivement constantes à travers la gamme réduite de température qui nous intéresse et il n'agit que d'ajouter des termes constants à ΔT et à T_s . La conductance K_{inox} du tube en inox (diamètre 8x8,5 mm, longueur 1 mm : $K_{\text{inox}} \approx 6 \cdot 10^{-4}$ W/K) est bien inférieure à celle ($K_{\text{hélium}}$) de l'hélium, même dans l'état normal. D'après notre calcul précédent, pour une interface située à 0,5 mm du bas, nous trouvons $K_{\text{hélium}} \approx 3,5 \cdot 10^{-2}$ W/K. La contribution du tube en inox peut donc être négligée.

En supposant que toute la résistance du cuivre se trouve entre la plaque supérieure et l'étage de régulation sur lequel la cellule est montée, la température T_s du superfluide est donnée par

$$T_s = T_{\text{régul}} + q (R_{\text{Cu}} + R_{\text{interface}})$$

et la température observée par le thermomètre à germanium de la partie basse est

$$T_{\text{Ge (bas)}} = T_{\text{régul}} + q (R_{\text{He}} + 2R_{\text{interface}} + R_{\text{Cu}})$$

ΔT est facilement calculée puisque pour $T_s \leq T_{C0}$, $R_{\text{He}}=0$, ce qui donne une ligne de base pour $T_{\text{Ge (bas)}}$. Par contre T_s est moins bien définie puisque le rapport entre R_{Cu} et $R_{\text{interface}}$ n'est pas bien connu. Ceci met une limite à la détermination de la température absolue du point lambda avec la cellule actuelle.

4. Résultats des essais

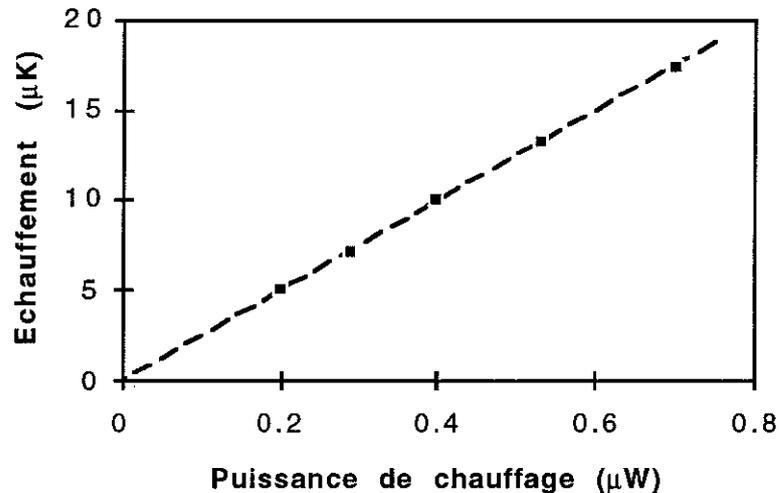
Avec l'étage de régulation à 2.171K ($T_s < T_{C0}$), nous avons mesuré la résistance thermique entre la plaque inférieure et l'étage de régulation

$$2R_{\text{interface}} + R_{\text{Cu}} = (T_{\text{Ge (bas)}} - T_{\text{régul}}) / q \approx 25 \text{ KW}^{-1}$$

pour des puissances de chauffage entre 100nW et 700nW (puissance dissipée par le thermomètre comprise). On peut estimer $R_{\text{interface}} \approx 5 \text{ KW}^{-1}$ par surface, et donc $R_{\text{Cu}} \approx 15 \text{ KW}^{-1}$. L'erreur introduite par des fluctuations de la puissance de chauffage est donnée par

$$\delta(T_s - T_{\text{régul}}) = (R_{\text{interface}} + R_{\text{Cu}}) \delta q \approx 1,4 \text{ nK}$$

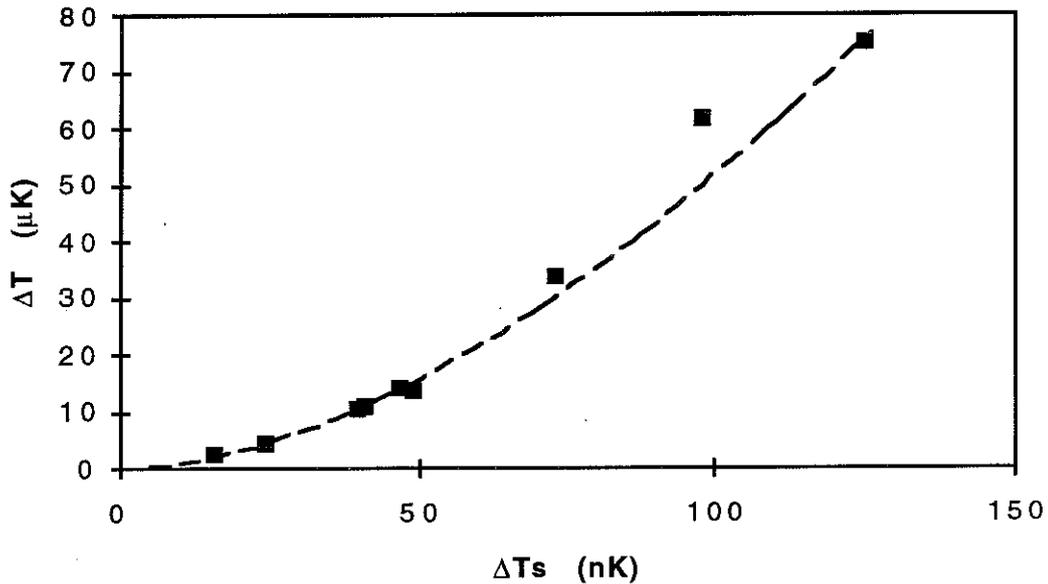
$$\text{pour } \frac{\delta q}{q} = 10^{-4} \text{ et } q = 7 \cdot 10^{-7} \text{ W.}$$



**Échauffement de la plaque inférieure
en fonction de la puissance de chauffage pour $T < T_{C0}$**

Maintenant, nous présentons le résultat de nos mesures de variation de ΔT avec la température $T_{\text{régul}}$ de l'étage de régulation. Pour le faire, nous fixons $T_{\text{régul}}$ à une valeur inférieure à T_{C0} , puis nous chauffons lentement la platine. La valeur de ΔT reste constante ($= \Delta T_0$) jusqu'à une certaine valeur seuil T_{S0} de T_s . Cette valeur (ΔT_0), due aux résistances thermiques précédemment

discutées, est soustraite des données dans la suite. La valeur ΔT_s est la différence entre T_{regul} et T_{S0} .



Variation de l'écart de température mesuré avec la température de l'étage de régulation (avec la courbe calculée en pointillé)

Les valeurs mesurées de l'écart de température à travers l'hélium de notre cellule sont représentées sur la figure ci-dessus. Elles sont en bon accord avec la courbe calculée. Comme l'indique clairement la figure ci-dessus, le gain de la cellule monte avec ΔT . En revanche, pour des valeurs de ΔT élevées, la résistance thermique de la couche d'hélium normal couplée avec sa chaleur massique élevée conduisent à une constante de temps très importante. Un compromis raisonnable est de faire fonctionner la cellule avec $\Delta T \approx 15 \mu\text{K}$ et $\Delta T_s \approx 45 \text{ nK}$. Dans ce cas la constante de temps est d'environ 100s et le gain en température est d'environ 500. La résolution en température est meilleure que 1nK sur les courtes durées. La stabilité à long terme est limitée par la stabilité de la puissance de chauffage, mais s'approche du 1nK pour les appareils de mesure utilisés.

Une vérification de la résolution et de la stabilité de la cellule ne peut donc être effectuée que par comparaison avec le thermomètre magnétique à haute résolution, ce que nous avons réalisé.

Références

- [Ahl68] G Ahlers, *Phys. Rev.*, **171**, 275, (1968)
- [Ahl76] G. Ahlers, *The Physics of Liquid and Solid Helium*, J. Bennemann & J. B. Ketterson, eds., p85, (Wiley, NY, 1976)
- [Dun88] R. Duncan, G. Ahlers, V. Steinberg, *Phys. Rev. Lett.* **60**,1522, (1988)
- [Ste83] V Steinberg & G Ahlers, *J. Low Temp. Phys.*, **53**, 255, (1983)

Chapitre V: ÉTUDE DE LA STABILITÉ DU THERMOMÈTRE MAGNÉTIQUE

- 1. Comparaison avec la cellule de détermination du point lambda**
 - 1.1. Conditions des essais
 - 1.2. Résultats préliminaires
- 2. Sources potentielles d'instabilité**
- 3. D'autres sources d'erreur potentielle**

1. Comparaison avec la cellule de détermination du point lambda

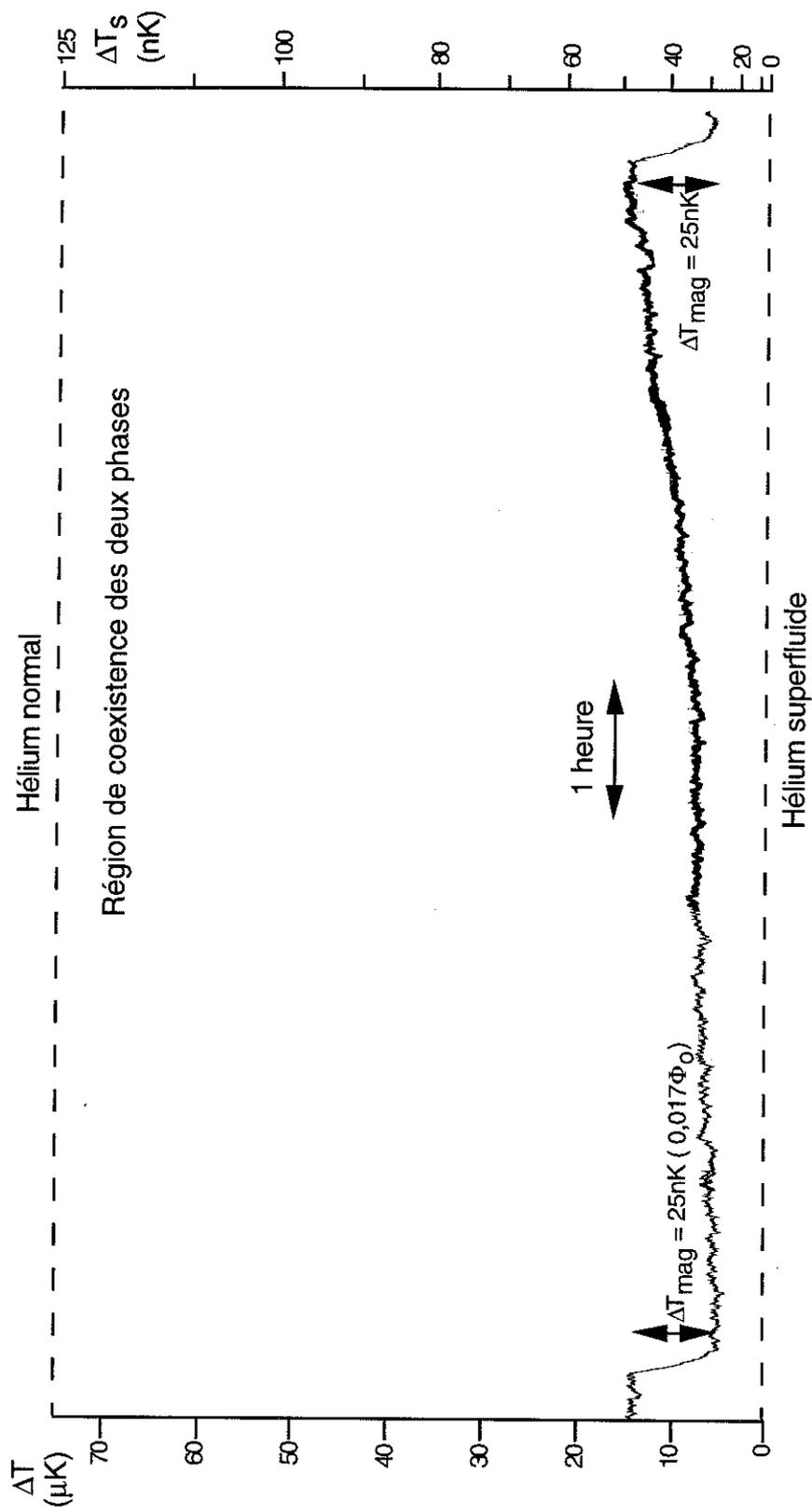
Dans les chapitres précédents nous avons montré la sensibilité très élevée du thermomètre magnétique. Dans ce chapitre nous allons voir que la stabilité du thermomètre sur des durées de plusieurs heures est comparable à sa résolution.

1.1. Conditions des essais

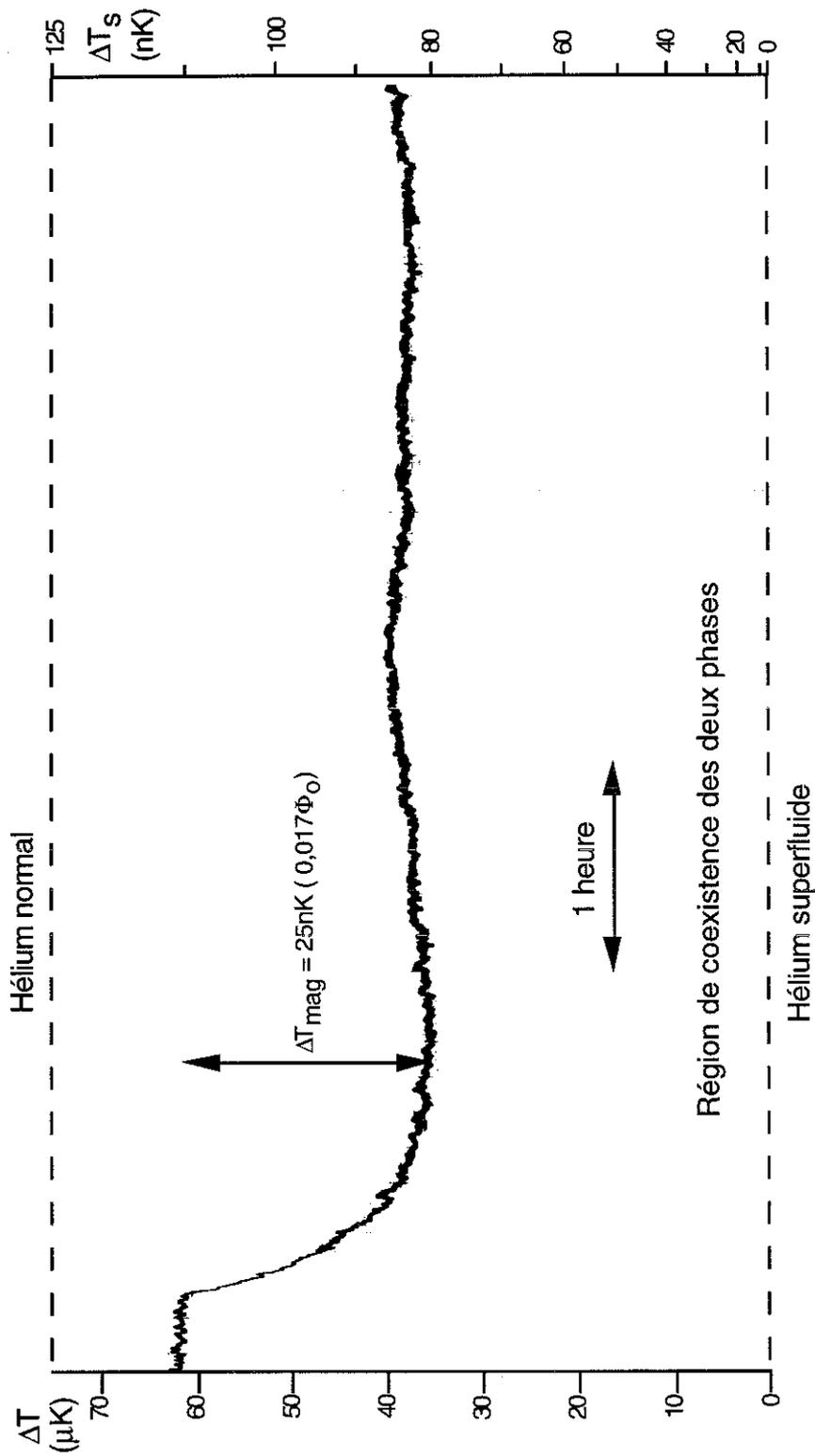
Le tube de flux supraconducteur est refroidi dans un champ de 145 Oe. La température de l'étage final est réglée au voisinage de T_λ par une boucle de réaction pilotée par le thermomètre magnétique. On ajuste la température de telle sorte que la cellule de détermination du point lambda, montée sur l'étage final, soit dans la région de coexistence des deux phases. En observant la différence de température à travers la couche d'hélium normal de la cellule il est possible de mesurer les fluctuations lentes de température de l'étage final avec une précision de 1nK.

1.2. Résultats préliminaires

Pendant la période de quelques heures qui suit le piégeage du flux dans le tube en plomb, de grandes fluctuations du signal du SQUID sont observées. Au-delà du temps nécessaire pour retourner à l'équilibre thermique, il est probable que le signal change à cause de la relaxation du flux piégé dans les parois du tube supraconducteur. Un enregistrement du signal de la cellule de détermination du point lambda après 30 heures est porté sur la figure ci-après. ΔT représente la différence de température mesurée à travers la couche d'hélium normale par le thermomètre germanium. ΔT_s est le changement de la température de l'étage final calculée à partir de ΔT . L'effet d'un changement de la consigne du thermomètre magnétique de 25nK ($0,017\Phi_0$) est montré au début et à la fin de l'enregistrement. Pendant la durée de l'essai (environ dix heures) les fluctuations du signal du SQUID restent inférieures à $1,5 \times 10^{-3} \Phi_0 / \sqrt{\text{Hz}}$ r.m.s (ce qui correspond à 1nK/ $\sqrt{\text{Hz}}$). On voit que le signal de la cellule lambda indique un réchauffement de l'étage final d'environ 10nK par heure. Cette dérive décroît sur une période de quelques jours. Cinq jours après le piégeage du flux, un réchauffement d'environ 5nK par heure est observé.



Signal de la cellule de détermination du point lambda à partir de 30 heures après le piégeage du champ



Signal de la cellule de détermination du point lambda
10 jours après le piégeage du champ

Evolution de la température pendant 6 heures après un changement du point de consigne de 25 nK imposé par la régulation de température utilisant le thermomètre magnétique. La température est mesurée grâce à la cellule de détermination du point lambda.

La courbe présentée sur la figure ci-avant montre qu'au bout de 10 jours, cette tendance n'est plus observée mais que des fluctuations d'amplitude de 2 à 3 nK sur des périodes de quelques heures sont encore présentes. L'effet d'un changement de la consigne du thermomètre magnétique de 25 nK est présenté au début de la courbe.

2. Sources potentielles d'instabilité

L'observation de ces dérives lentes est en relation avec la migration du flux piégé dans la paroi du tube supraconducteur vers l'intérieur. De telles relaxations ont été observées par Marek^[Mar87] dans un tube en niobium jusqu'à 30 jours après le piégeage d'un champ à l'intérieur. Il trouve que la grandeur de la dérive est proportionnelle à $1/t$ avec t le temps écoulé depuis le chargement du tube.

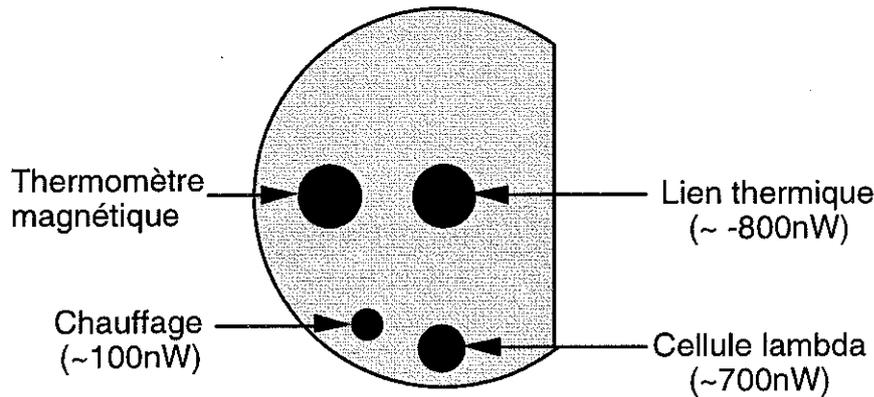
Or la stabilité de la cellule lambda ne peut pas être déterminée indépendamment de celle du thermomètre magnétique. L'hélium de composition isotopique naturelle ($\sim 1\text{ppm } ^3\text{He}$) et non l'hélium-4 pur est utilisé dans la cellule. La diffusion des atomes d'hélium-3 de la couche normale dans le superfluide où ils sont emportés vers la plaque froide par l'effet "heat flush" pourrait créer un gradient de concentration variable et donc une résistance thermique qui évolue avec le temps. En outre, la stabilité de la puissance de chauffage de la plaque inférieure de la cellule lambda (et aussi la puissance injectée dans le thermomètre à germanium) peut provoquer des fluctuations du signal du même ordre de grandeur que celles qui sont observées après 10 jours.

A l'heure actuelle il est impossible d'attribuer les fluctuations observées à l'un ou l'autre des dispositifs de mesure de température. Néanmoins, on peut constater qu'après un délai de l'ordre d'une semaine la stabilité du thermomètre magnétique est au pire de 2nK/heure.

3 D'autres sources d'erreur potentielle

La position relative du chauffage et des thermomètres sur l'étage final est représentée sur la figure ci-dessous. La géométrie décentrée et la conductibilité finie du cuivre créent des gradients thermiques à travers cet étage. Le calcul de ces gradients pour la géométrie utilisée est compliqué et l'incertitude sur la conductibilité du cuivre rend difficile un calcul exact. Le calcul devient trivial si on considère la situation où les points sont situés sur

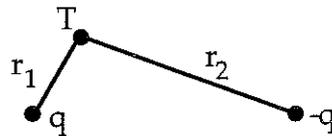
une surface infinie. Le facteur de correction entre ce cas et la géométrie utilisée est d'ordre unité.



Les positions relatives des chauffages et des thermomètres sur l'étage final

Pour deux sources de flux thermique q et $-q$ situées sur une surface infinie de conductivité k par carré ($k \sim 1 \text{ W/K}$ pour le cuivre), la température T à un point situé à une distance r_1 et r_2 des deux sources est donnée par

$$T = \frac{q}{2\pi k} \ln\left(\frac{r_2}{r_1}\right) + T_{\text{moyen}}$$



La puissance injectée par le chauffage utilisé par la boucle de régulation de température est d'environ $q_{\text{rég}} \sim 100 \text{ nW}$. La différence de température induite entre le thermomètre magnétique et la cellule lambda par ce chauffage est $\Delta T_{\text{rég}} \sim 0,15 q_{\text{rég}}$. Le lien thermique entre l'étage final et l'étage intermédiaire a une résistance de 10^3 KW^{-1} . Un changement de la température de l'étage intermédiaire de $1 \mu\text{K}$ entraînerait un changement de $q_{\text{rég}}$ de $\sim 1 \text{ nW}$ et un changement de $\Delta T_{\text{rég}}$ de $\sim 0,15 \text{ nK}$. Puisque la température de l'étage intermédiaire est régulée au μK près cet effet n'est pas suffisant pour expliquer les fluctuations observées dans la cellule lambda. Toutefois, il est possible, bien que peu probable, que d'autres apports de chaleur variables de 10 à 20 nW puissent être responsables de ces fluctuations. Cette hypothèse serait facilement testée en observant si la puissance de régulation change avec le temps.

Références

- [Mar87] D Marek, *Proc. 18th Int. Conf. on Low Temp. Phys.*, 1683, (Kyoto, 1987)

Chapitre VI :

THERMOMÉTRIE DIFFÉRENTIELLE

A TENSION DE VAPEUR D'HELIUM-3.

1- Motivations

2- Principe du thermomètre différentiel

3- Pont de mesure capacitif

4- Construction et essais d'un thermomètre différentiel

4-1. Construction d'un thermomètre

4-2. Effet de la tension de surface

4-3. Capacité calorifique et constante de temps thermique

4-4. Essais du thermomètre

1- Motivations

Au voisinage de la transition superfluide de l'hélium 4, la conductibilité thermique effective de l'hélium-4 superfluide est infinie. Si l'on introduit une quantité faible d'hélium-3 dans le système ces atomes agissent comme les défauts dans un cristal et diffusent les excitations (phonons et rotons) porteurs d'entropie. Or, contrairement à un cristal, ces atomes sont libres à se déplacer dans le liquide et l'échange d'inertie entre les excitations et les atomes les repousse vers la partie froide du système. Autrement dit, l'hélium-3 est emporté par le fluide normal avec une vitesse v_n .

$$v_n = \frac{\dot{q}}{\rho T S_4}$$

où \dot{q} est la densité du courant de chaleur, ρ est la densité de l'hélium et S_4 est l'entropie de l'hélium-4 par unité de masse à température T . A l'équilibre dans un système fermé la conservation d'hélium-3 donne la relation

$$v_n X = D \nabla X$$

où D est le coefficient de diffusion des atomes d'hélium-3 dans la solution et un gradient de concentration s'installe tant que la pression osmotique est égale à la pression fontaine

$$dP = S_4 \nabla T + \frac{k_B T}{m_4} \nabla X = 0$$

La combinaison de ces trois équations nous donne une expression pour la conductibilité effective

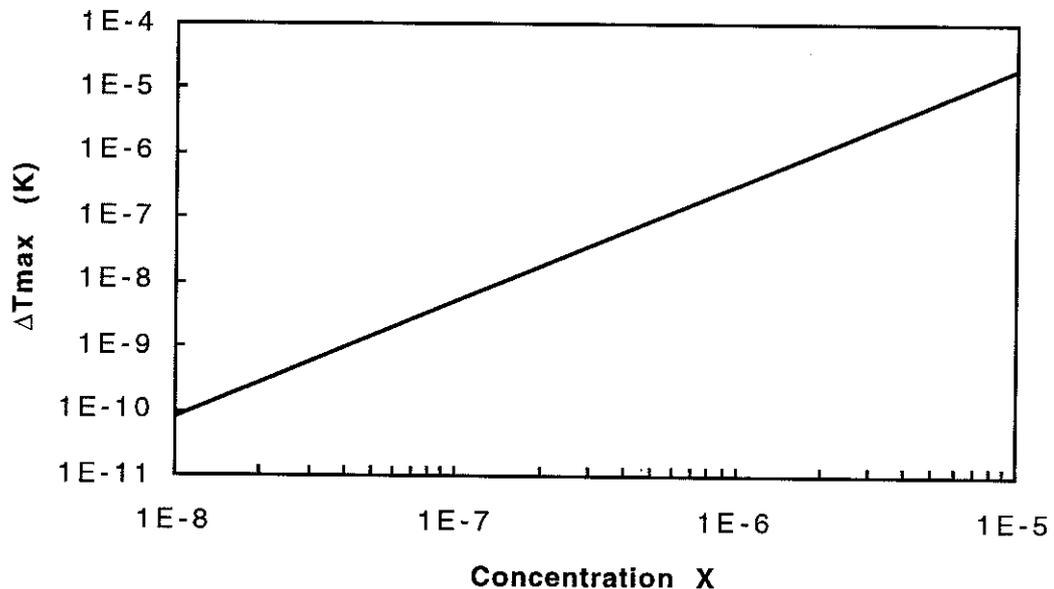
$$\kappa_{\text{eff}} = \frac{-\dot{q}}{\nabla T} = \frac{\rho m_4 S_4^2 D}{k_B X}$$

qui est la forme donnée par Khalatnikov^[Kha65] dans la limite de faible X proche de T_λ . Pour \dot{q} suffisamment faible, les gradients de température et de concentration sont linéaires. Si \dot{q} devient trop important, X dans la région à côté de la source de chaleur tombe vers zéro, et ∇T et ∇X deviennent non-linéaires. Un courant de chaleur seuil q_c peut être défini. Au-delà de ce seuil, une non-linéarité s'installe. Meyer^[Zho90] a trouvé expérimentalement que q_c

est approximativement proportionnel à $X^{0,8}$. Pour rester dans le régime linéaire, il faut que la différence de température à travers un échantillon de longueur l (typiquement $l \leq 1\text{cm}$) soit inférieur à

$$\Delta T_{\text{max}} = \frac{l \dot{q}}{\kappa_{\text{eff}}} \propto X^{1,8}$$

La courbe de ΔT_{max} calculée en supposant que $\kappa_{\text{eff}} \propto \frac{1}{X}$ et à partir des résultats de Meyer est portée sur la figure ci-dessous. On y voit que pour les solutions de très faible concentration une résolution en température très élevée est nécessaire.



L'écart de température maximal à travers un échantillon de 1cm en fonction de la concentration de ^3He

Une connaissance du comportement des solutions aussi diluées est nécessaire pour la réalisation d'une nouvelle expérience proposée par Golub et Lamoreaux^[Gol94] pour mesurer le moment électrique dipolaire du neutron. L'hélium-3 polarisé est utilisé en concentration aussi faibles que 10^{-9} pour déterminer l'effet d'un champ électrique sur la fréquence de précession des neutrons ultra-froids générés par l'interaction avec l'hélium-4 superfluide.

2- Principe du thermomètre différentiel

Dans presque toutes les études du transport^{[Ptu61][Mur95]} dans les solutions $^3\text{He}-^4\text{He}$, la différence de température à travers l'échantillon a été mesurée avec des thermomètres résistifs. La résolution de ces thermomètres a limité la gamme de concentrations mesurable à $X > 10^{-6}$. Chui et Lipa^[Chu89] ont utilisé deux thermomètres magnétiques à haute résolution pour faire des mesures avec des concentrations aussi faible que $X = 10^{-7}$.

Nous proposons une façon originale d'aborder ce problème. La température de la plaque froide de la cellule de mesure est d'abord stabilisée par le thermomètre magnétique, au nanokelvin près. L'écart de température entre la plaque froide et la plaque chaude est mesuré par un vrai thermomètre différentiel dont le principe opératoire repose sur la différence de tension de vapeur de l'hélium-3. Le schéma du thermomètre est représenté sur la figure *f*. Deux cellules remplies partiellement d'hélium-3 liquide sont liées par un capillaire fin. Chaque cellule comporte deux plaques métalliques séparées par des espaceurs électriquement isolants. L'hélium-3 est confiné entre les deux plaques.

Une différence de température entre les deux cellules entraîne une différence entre les tensions de vapeur de chaque coté. Si les cellules A et B sont à des températures T et $T + \Delta T$, l'excès de tension de vapeur du coté B est compensé par la pression hydrostatique due à une différence de niveau Δh entre l'hélium-3 dans les deux cellules tant que

$$P(T + \Delta T) - P(T) = \rho g \Delta h$$

ou pour $\Delta T \ll T$

$$\Delta T \frac{dP}{dT} = \rho g \Delta h$$

où $P(T)$ est la tension de vapeur à température T et ρ est la densité de l'hélium-3.

$$\text{A 2K : } \frac{dP}{dT} \approx 366 \text{ mbar K}^{-1} \rightarrow \frac{\Delta h}{\Delta T} \approx 4835 \text{ cm K}^{-1}.$$

La différence de niveau Δh est déterminée en mesurant le rapport des capacitances C_A et C_B entre les deux plaques de chaque cellule. Si les cellules sont identiques et moitié pleines pour $\Delta T=0$,

$$\frac{\Delta h}{H} = \frac{\left(\frac{C_A}{C_B} - 1\right) \left(\frac{\epsilon_l}{\epsilon_g} + 1\right)}{\left(\frac{C_A}{C_B} + 1\right) \left(\frac{\epsilon_l}{\epsilon_g} - 1\right)}$$

avec ϵ_l et ϵ_g les constantes diélectriques du liquide et du gaz respectivement. Pour des cellules de hauteur 1cm, $\frac{\epsilon_l}{\epsilon_g} = 1,04$ et une résolution en $\frac{C_A}{C_B}$ de $2,5 \times 10^{-8}$ (voir paragraphe suivant), on a une résolution en Δh de $6,4 \times 10^{-7}$ cm et une première limite sur la résolution en température de 0,2nK due au bruit de l'électronique est ainsi obtenue.

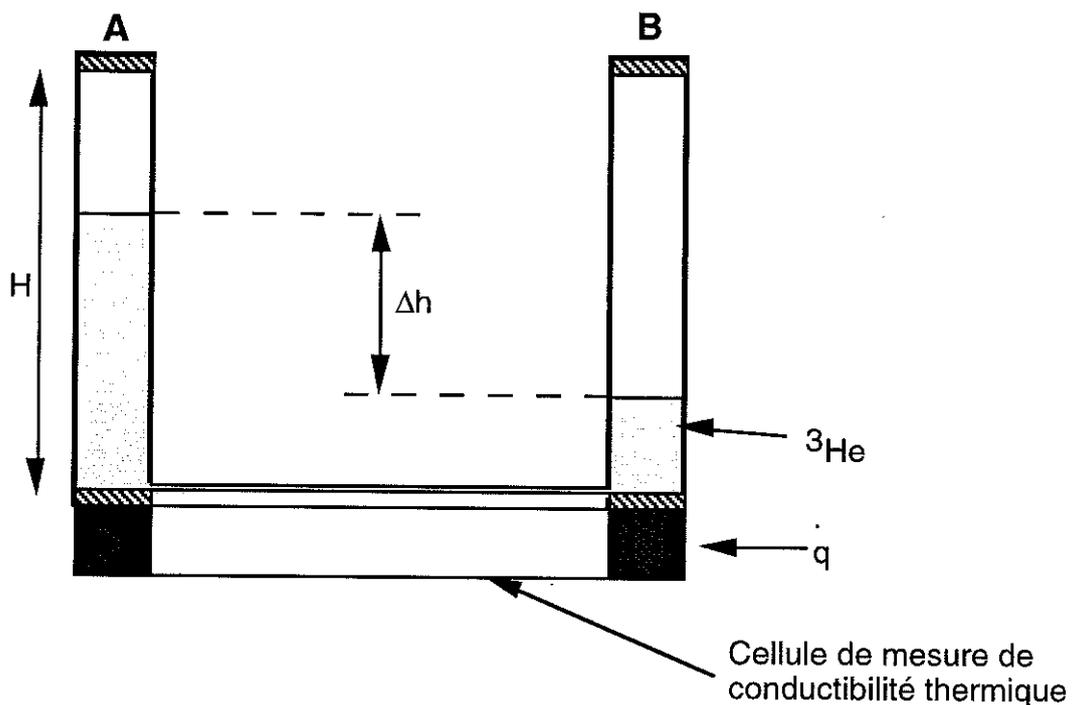


Schéma de principe du thermomètre différentiel

3- Pont de mesure capacitif

Le pont de mesure capacitif utilisé, commercialisé par la société Barras-Provence, a été développé par le service électronique du laboratoire. Son schéma de principe est représenté sur la figure *f*. Il utilise un diviseur inductif de bonne qualité ($\Delta L/L \approx$ quelques 10^{-7}) en opposition avec les capacités à mesurer. Un générateur impose une tension alternative de 1kHz à travers le diviseur qu'on ajuste de telle sorte que le potentiel du point commun entre les capacités à mesurer soit celle de la masse. Ainsi, le pont étant équilibré

$$\frac{C_A}{C_B} = \frac{X}{1-X}$$

avec X la valeur du diviseur inductif.

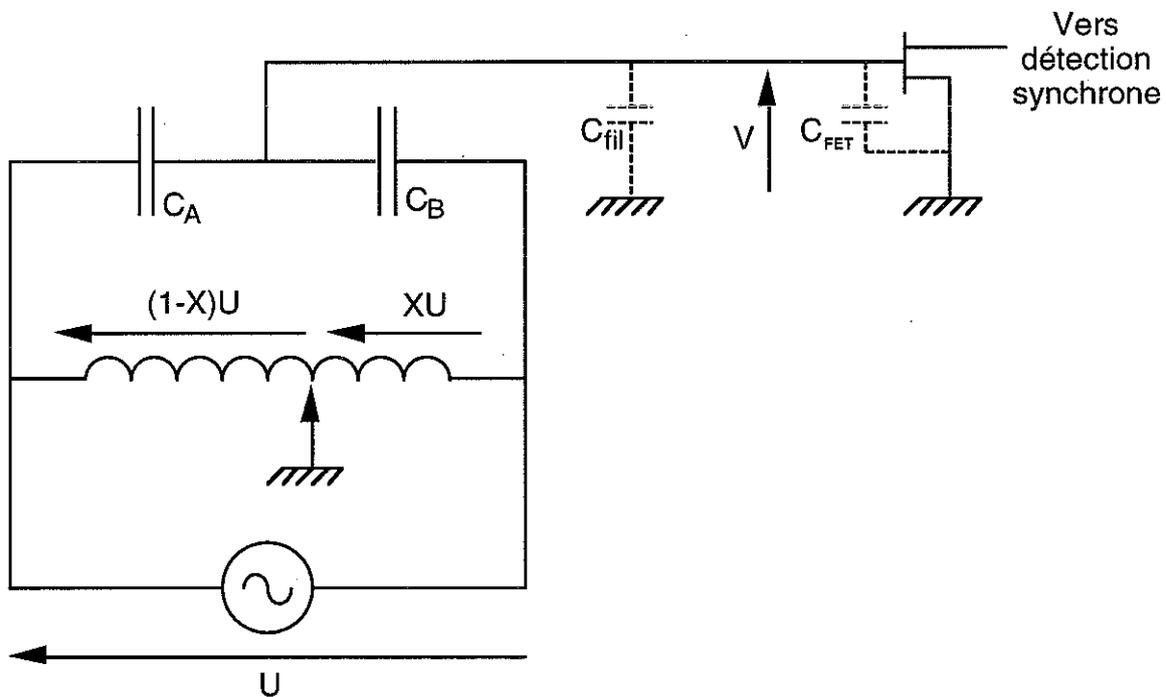


Schéma de principe du pont capacitif

Le signal de déséquilibre est ramené par un câble coaxial de capacitance C_{fil} à l'entrée d'un FET qui fait un premier étage d'amplification avant de passer le signal à une détection synchrone. Pour un faible changement de C_A/C_B le signal de déséquilibre est donné par

$$V = U \left(\frac{C_A}{C_A + C_B} - X \right) \left(\frac{C_A + C_B}{C_A + C_B + C_{fil} + C_{FET}} \right)$$

La source majeure de bruit dans le système est le FET même et cela impose une limite intrinsèque du pont. La tension de bruit à l'entrée du FET $e_b \approx 1,5 \text{ nV}/\sqrt{\text{Hz}}$ à laquelle s'ajoute le courant de bruit du FET $i_b \approx 10^{-14} \text{ A}/\sqrt{\text{Hz}}$ à une température de 300K. Pour les capacités à mesurer de quelques 10pF en parallèle avec celle du FET ($C_{\text{FET}} \approx 30 \text{ pF}$) et celle du câble ($C_{\text{fil}} \approx 200 \text{ pF}$ pour une longueur de 2m) on obtient une capacité totale de 250pF et un bruit de tension de $6,4 \text{ nV}/\sqrt{\text{Hz}}$. Le bruit de tension total s'élève à $7,9 \text{ nV}/\sqrt{\text{Hz}}$. Pour une tension d'injection de $U=8 \text{ V}$, une première limite sur la résolution du pont $\Delta C_A/C_A = 2,5 \times 10^{-8}$ due à l'électronique est ainsi obtenue. La maximisation du rapport signal sur bruit suggère la minimisation de C_{fil} , mais l'augmentation du signal ainsi obtenue est compensée par une majoration de l'effet du courant de bruit. Une façon de réduire simultanément C_{fil} et le courant de bruit est de mettre le FET dans le calorimètre proche des capacités à mesurer et à une température d'environ 100K^[Aye⁹¹]. Cette température est optimale pour l'opération du FET parce qu'aux plus basses températures son coefficient de transconductance diminue très rapidement. A cette température le courant de bruit est réduit par un facteur d'au moins dix et C_{fil} est presque entièrement éliminée. Une amélioration de la résolution du pont par plus d'un facteur dix est donc possible.

4- Construction et essais

d'un thermomètre différentiel

4-1. Construction du thermomètre

Le schéma de la première version du thermomètre différentiel est représenté sur la figure de la page suivante.

Chacune des deux cellules du thermomètre comporte trois cylindres coaxiaux en cuivre.

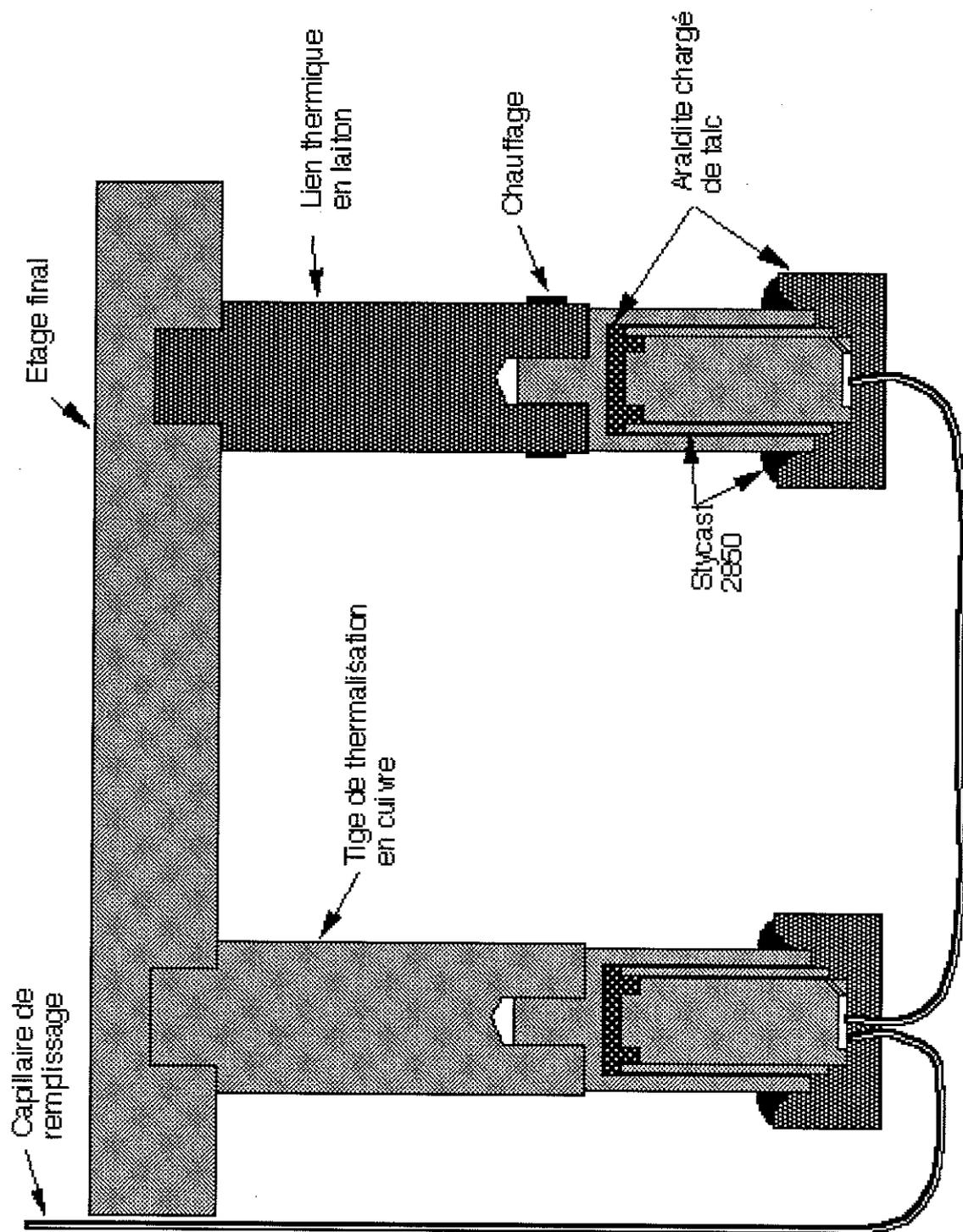
i) Le cylindre externe est muni d'une vis de montage pour être monté à l'étage final. Ce cylindre sert à la fois pour thermaliser l'ensemble et comme blindage électrique.

ii) Le deuxième cylindre rentre dans ce premier et l'espace entre les deux est rempli de Stycast 2850. Le Stycast 2850 a été choisi grâce à sa conductibilité thermique élevée et car son coefficient d'expansion thermique est proche de celui du cuivre. Le deuxième cylindre a un diamètre extérieur de 6mm et une longueur de 10mm. En estimant la conductibilité du Stycast 2850 à $10^{-4} \text{Wcm}^{-1}\text{K}^{-1}$ à 2K, et pour un écart entre les cylindres de 0,1mm, la résistance thermique est de l'ordre de 50KW^{-1} .

iii) Le troisième cylindre est un cylindre plein situé au centre de la cellule. Il forme avec le deuxième cylindre les deux électrodes de la capacité. Le diamètre du cylindre central est 4,7mm, et pour des électrodes de longueur 10mm écartées de 0,15 mm on obtient une capacitance de 11 pF.

Pour minimiser les capacitances parasites entre le point commun et la masse, c'est le cylindre central qui est branché au point commun. Les cylindres sont centrés l'un par rapport aux autres par des espaceurs en Araldite chargé talc, et l'étanchéité est fait par des joints en Stycast 2850.

Les deux cellules sont liées par 4cm de capillaire en cupronickel de diamètre 0,2mm x 0,4mm. La conductance de ce capillaire rempli d'hélium-3 à 2K est environ $7 \times 10^{-7} \text{WK}^{-1}$ qui est très inférieure à celles des échantillons proposés (typiquement $\kappa_{\text{eff}} > 1 \text{Wcm}^{-1}\text{K}^{-1}$). Les liaisons électriques sont faites avec du fil supraconducteur de faible conductibilité thermique, blindés par des gaines en tresse d'innox.



Thermomètre différentiel à ^3He

4-2. Effet de la tension surface

La tension de surface de l'hélium-3 liquide à pour effet de réduire la pression dans liquide à cause de l'ascension capillaire. Pour deux cylindres coaxiaux avec diamètres d_1 et d_2 , l'ascension capillaire h_c est donnée par

$$h_c = \frac{4(d_1 + d_2) \sigma}{\rho g (d_2^2 - d_1^2)}$$

où σ est la tension de surface du liquide ($\sigma=7,8 \times 10^{-5} \text{Nm}^{-1}$ pour ^3He à 2K [Iku87]). Dans la géométrie décrit ci-dessus, la réduction de pression est équivalente à une hauteur d'environ 1mm de liquide. Pour le cas de deux cellules identiques, la réduction de la pression est la même dans chaque cellule et l'effet s'annule. Cependant, l'uniformité de l'écart entre les électrodes est un facteur déterminant dans la performance du thermomètre. Les surfaces des électrodes sont polis pour éviter l'accrochage du ménisque aux rugosités ce qui peut entraîner un comportement hystérétique.

4-3. Capacité calorifique et constante de temps thermique

L'énergie interne du thermomètre est dominée par la chaleur latente de l'hélium-3. Pour déplacer le niveau du liquide par une distance δh , il faut créer un volume de gaz $V_g = \frac{\pi}{4} (d_2^2 - d_1^2) \delta h$. L'énergie nécessaire pour évaporer ce gaz est

$$Q = V_g \rho_g L$$

où ρ_g est la densité du gaz et L est la chaleur latente d'évaporation. Pour un changement du niveau δh dans une cellule il y a un changement de $-\delta h$ dans l'autre qui correspond à la condensation d'un volume de gaz V_g et la libération d'une quantité d'énergie Q . La capacité calorifique de chaque cellule est donc

$$\frac{dQ}{dT} = \frac{\pi}{4} (d_2^2 - d_1^2) \rho_g L \frac{dh}{dT}$$

qui donne une valeur de 8 JK^{-1} . Pour une résistance de thermalisation de 50 KW^{-1} , on obtient un constant de temps $\tau \approx 400 \text{ s}$.

4-4. Essais du thermomètre

Dès le commencement des essais nous avons observé une source d'échauffement des cellules du thermomètre liée à la tension d'injection du pont capacitif. Il s'est avéré que les pertes diélectriques dans le Stycast entre l'électrode et la masse sont suffisantes non seulement pour chauffer le thermomètre mais aussi pour perturber la régulation de l'étage final. Pour un diélectrique, le facteur de perte (souvent écrit comme $\tan \delta$) est défini comme le rapport entre la puissance réelle dissipée et la puissance apparente réactive $V^2 \omega C$.

$$\tan \delta = \frac{\sigma}{\omega C}$$

où σ est la conductance du diélectrique à la fréquence angulaire ω . La puissance dissipée est donnée par

$$P = V^2 \omega C \tan \delta$$

Des mesures du facteur de perte du Stycast 2850 donnent les résultats suivants

| Température | Facteur de perte |
|-------------|------------------|
| 300K | 0,017 |
| 77K | 0,0035 |
| 4,2K | 0,0033 |

La valeur mesurée à 4,2K est en accord avec les mesures d'échauffement du thermomètre. La capacitance calculée vers la masse $C_m \approx 100 \text{ pF}$ par cellule. Pour une tension de $10 \text{ V}_{\text{rms}}$ imposée à travers cette capacitance, on observe une puissance dissipée d'environ 200 nW .

La résistance thermique de la couche de Stycast a été estimée à 50 KW^{-1} . Une puissance de 200 nW entraîne un surchauffement du thermomètre de l'ordre de $10 \mu\text{K}$. Pour la cellule montée sur la tige en laiton, cette valeur monte à environ $60 \mu\text{K}$!

Un autre problème a été observé lorsque la valeur de ΔT conduit au remplissage complet de l'une des cellule. Il faut pouvoir imposer une différence de température suffisante dans l'autre sens pour créer de nouveau une surface liquide/gaz. Dans le montage utilisé il n'est pas possible d'imposer une telle différence de température lorsque la cellule pleine est celle montée sur la tige en cuivre.

Une variation du rapport $\frac{C_A}{C_B}$ avec ΔT a été observée à condition de limiter la tension d'injection à des valeurs faibles, mais une étude complète du comportement n'a pas pu être réalisée.

Plusieurs façons de résoudre ces problèmes ont été considérées. Une deuxième version du thermomètre a été construite où le Stycast est remplacé par une couche d'hélium-4. En dessous de T_λ la conductibilité élevée du superfluide assure une bonne thermalisation de la cellule. Cette couche d'hélium est alimentée d'un petit réservoir rempli de gaz sous pression et fermé à la température ambiante, de la même façon que la cellule de détermination du point lambda. Le problème de la création d'une surface dans une cellule pleine est résolu en faisant rentrer le capillaire de remplissage par le haut de la cellule. Même si la surface du liquide monte dans le capillaire, elle ne disparaît jamais complètement et peut redescendre dans la cellule lorsque ΔT est suffisamment réduite. Le comportement de cette cellule n'a pas pu être caractérisé à cause des problèmes d'étanchéité du réservoir.

Une solution plus simple au problème des pertes diélectriques serait de faire la thermalisation entre la masse et l'électrode du point commun. Lorsque le pont est équilibré, le point commun est au potentiel de la masse et il n'y a pas de dissipation dans le diélectrique. La capacitance parasite introduite entre le point commun et la masse atténuerait le signal mais tant que sa valeur ne dépasse pas quelques centaines de picofarads, la résolution du thermomètre ne devrait pas trop souffrir.

Références

- [Aye91] F Ayela, J L Bret, & J Chaussy, *Rev.Sci. Instrum.*, **62**, 2816, (1991)
- [Chu89] T C P Chui & J A Lipa, *Phys. Rev.*, **40B**, 4306, (1989)
- [Gol94] R Golub & S Lamoreaux, *Phys. Rep.*, **237**, 1, (1994)
- [Iku87] A J Ikushima, M Iino, & M Suzuki, *Can. J. Phys.*, **65**, 1505, (1987)
- [Kha65] I M Khalatnikov, *An Introduction to the Theory of Superfluidity, Part IV*, (Benjamin, 1965)
- [Mur95] D Murphy & H Meyer, *J. Low Temp. Phys.* , **99**, 745, (1995)
- [Ptu61] T P Ptukha, *Sov. Phys. JETP*, **13**, 1112, (1961)
- [Zho90] F Zhong, J Tuttle & H Meyer, *J. Low Temp. Phys.* , **79**, 9, (1990)

CONCLUSION

L'aboutissement de ce travail représente un acquis important pour la recherche aux basses températures.

Pour la première fois en Europe, un système de thermométrie avec une résolution aussi élevée que 10^{-9} à une température de 2 Kelvin et avec une stabilité en température de l'ordre de 2 nK/heure a été réalisé. Contrairement aux thermomètres à haute résolution déjà développés aux États Unis (Lipa et al, Ahlers et al), qui utilisent des sels ferromagnétiques présentant une transition ferromagnétique vers 1.8K pour obtenir une bonne résolution sur une plage de températures très restreinte, notre système a une sensibilité élevée sur une large gamme de température. Ceci est dû au fait que nous utilisons des composés paramagnétiques ayant une forte densité de moments magnétiques de grande valeur. Le système actuel est capable d'opération entre 1,4 et 6-7K mais le remplacement des composants supraconducteurs en plomb par des pièces en niobium pourrait étendre cette limite jusqu'à 8-9K. La résolution $\delta T/T$ du thermomètre est approximativement proportionnelle à T et une résolution de $<10^{-8}$ est donc possible sur toute l'étendue de cette gamme. Une amélioration du dispositif antivibratoire et une rigidification du montage pourrait probablement augmenter la précision jusqu'à 10^{-10} à 2K.

Les premiers pas ont été fait vers un nouveau type de thermomètre différentiel à tension de vapeur de ^3He . La réalisation d'un thermomètre opérationnel n'a pas encore pu être effectuée mais une meilleure compréhension des problèmes posés par ce système est acquise.

Références :

- H Baddar, H. Fu, M. Larson, N Mulders, G. Ahlers, *Proceed. LT 21, Czech. J. Phys.* **46**, 2859 (1996) et références citées
M.J. Adriaans, T.C.P. Chui, M. Ndesandjo, D.R. Swanson, J.A. Lipa, *Proceed. LT 19, Physica B* **169**, 455 (1991)



Résumé

Nous avons mis au point un réfrigérateur original à ^4He et une électronique associée pour atteindre une stabilité en température de $1\text{nK}/\sqrt{\text{Hz}}$. Nous avons développé une thermométrie à base d'un sel paramagnétique de LiErF_4 couplé à un SQUID avec une résolution 3×10^{-10} dans la gamme de température 1,8 à 2,2 K. Une méthode basée sur un point fixe de l'échelle de température nous a permis d'étudier la stabilité et la résolution de ce thermomètre magnétique. Celles-ci sont de l'ordre du nanoKelvin pendant de longues périodes (des heures ...). C'est donc une amélioration d'environ trois ordres de grandeur qui est obtenue par rapport aux thermomètres à résistance de germanium classiques. Nous avons aussi effectué une étude de la faisabilité d'un thermomètre différentiel à tension de vapeur d' ^3He avec une résolution potentielle de 10^{-9} à 2K et les premiers résultats sont présentés.

Abstract

We have developed a novel ^4He refrigerator and the electronics to regulate the temperature to within $1\text{nK}/\sqrt{\text{Hz}}$. We have built a system of thermometry based on a paramagnetic salt (LiErF_4) coupled to a SQUID with a resolution of 3×10^{-10} over the temperature range 1.8 to 2.2 K. A method based on a fixed point of the temperature scale allowed us to study the stability and the resolution of our magnetic thermometry. They are of the order of a nanoKelvin for long periods (hours ...). Thus, an improvement of around three orders of magnitude is obtained over conventional germanium resistance thermometry. We have also investigated a possible differential ^3He vapour pressure thermometer with a potential resolution of 10^{-9} at 2K and the initial results are presented.

Mots clés :

Transition de phase

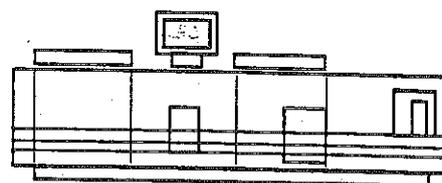
Cryogénie

Thermométrie

Magnétométrie



Grenoble, avril 1997



Imprimé sur "Xerox 5090",
au Service Reprographie du CNRS de Grenoble.

