

THÈSE

présentée à

L'UNIVERSITÉ SCIENTIFIQUE ET MÉDICALE
ET L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE
DE GRENOBLE

pour obtenir le grade

DOCTEUR-INGENIEUR

par

Philippe GANDIT

Ingénieur I.E.G

SUJET

REALISATION D'UN REFRIGERATEUR A DILUTION
ET MISE AU POINT D'UNE METHODE DIFFERENTIELLE
APPLIQUEE A LA MESURE DE CHALEURS SPECIFIQUES

Soutenue le 22 Avril 1983 devant la commission d'Examen

Président

D. BLOCH

Examineurs

A. BOURRET

J. CHAUSSY

C. JANOT

R. MAYNARD

A. RAVEX

A ma Belle-Mère...

R E M E R C I E M E N T S

Ce travail a été effectué au Centre de Recherches sur les Très Basses Températures de Grenoble. Je remercie Monsieur R. TOURNIER de m'avoir accueilli dans ce laboratoire que dirige actuellement Monsieur D. THOULOZE.

J'exprime mes remerciements à Monsieur D. BLOCH, Président de l'Institut National Polytechnique de Grenoble, pour l'honneur qu'il me fait en présidant le jury, ainsi que Messieurs A. BOURRET, C. JANOT et R. MAYNARD qui ont bien voulu faire partie de la commission d'examen.

Durant ces trois années, Monsieur J. CHAUSSY a su me sensibiliser aux différents problèmes relatifs aux mesures fines de chaleurs spécifiques. Monsieur A. RAVEX m'a initié aux joies de la dilution. Je les en remercie vivement.

Ce travail n'aurait pas pu se réaliser sans la continuelle aide que Monsieur J.L. BRET et tout le service électronique m'ont apportée.

Je remercie tout le personnel, chercheurs et techniciens, du laboratoire qui m'a toujours témoigné un grand dévouement et particulièrement Messieurs H. JUREK et L. LEMELAND qui ont réalisé le réfrigérateur à dilution ainsi que Messieurs P. BROSE-MARON et B. PICOT qui m'ont aidé au cours de la mise au point.

Enfin j'ai énormément apprécié la rapidité et l'efficacité dont a fait preuve Françoise MAHIEUX lors de la frappe de ce mémoire.

S O M M A I R E

	<u>Pages</u>
<u>CHAPITRE I</u> - INTRODUCTION	1
 <u>CHAPITRE II</u> - LE CRYOSTAT	 7
II.1. Les basses températures	9
II.2. La dilution	11
II.2.1. Principe d'un réfrigérateur à dilution	11
II.2.2. Puissance frigorifique	15
II.2.3. Les échangeurs de chaleur	17
II.3. Le cryostat	21
II.3.1. L'environnement du cryostat	21
II.3.2. Les tableaux de vannes	21
II.3.3. Le cryostat	26
 <u>CHAPITRE III</u> - ESSAIS ET PERFORMANCES DU CRYOSTAT	 35
III.1. Prérefroidissement à 77 K	37
III.1.1. Les échangeurs	37
III.1.2. Essais	39
III.2. Consommation	41
III.2.1. Le rayonnement	41
III.2.3. La conduction	43
III.2.3. Consommation d'azote	43
III.2.4. Consommation d'hélium	43
III.3. Fonctionnement de la dilution	46
III.3.1. Calculs des lignes de pompage	46
III.3.2. Calcul du volume d' $^3\text{He}/^4\text{He}$	49
III.3.3. Impédance de condensation	49
III.3.4. Réglage du coupe-film	51
III.3.5. Support de la boîte à mélange	53
III.3.6. Puissance frigorifique	53
III.3.7. Thermalisation de l'échantillon	55
III.3.8. Pompage du calorimètre	56
III.3.9. Temps de refroidissement	56

III.4.	Mesure des températures	58
III.4.1.	"Pont 3 fils"	58
III.4.2.	"Pont 4 fils"	59
III.4.3.	Pont d'inductance mutuelle	59
 <u>CHAPITRE IV - LES PICOVOLTMETRES A HACHEUR SUPRACONDUCTEUR</u>		 65
IV.1.	Introduction	67
IV.2.	Description du hacheur	68
IV.3.	Réglage du hacheur	74
IV.3.1.	Mutuelle d'étalonnage	74
IV.3.2.	Adaptation de l'impédance de source	74
IV.3.3.	Réglage des courants diodes	76
IV.3.4.	Réglage de la phase de la détection synchrone	77
IV.3.5.	Réglage du gain	79
IV.3.6.	Essais en court-circuit	80
 <u>CHAPITRE V - ETALONNAGE DES THERMOCOUPLES</u>		 83
V.1.	Introduction	85
V.2.	Dispositif expérimental	87
V.2.1.	Principe de la mesure	87
V.2.2.	Description du porte-échantillon	88
V.3.	Résultats expérimentaux	93
V.3.1.	Conduction thermique du porte-échantillon	93
V.3.2.	Pouvoir thermoélectrique	95
 <u>CHAPITRE VI - MESURES DIFFERENTIELLES DE CHALEURS SPECIFIQUES</u>		 97
VI.1.	Principe	99
VI.2.	Mesure de la chaleur spécifique	102
VI.3.	Le porte-échantillon	103
VI.3.1.	Description	103
VI.3.2.	Les échantillons	103
VI.3.3.	Calcul des fuites thermiques	105
VI.4.	Résultats expérimentaux	107

VI.4.1. De l'hydrogène dans le cuivre	107
VI.4.2. Contrôle de l'adiabaticité	108
VI.4.3. Différence de chaleur spécifique	109

<u>CHAPITRE VII - CONCLUSIONS</u>	115
-----------------------------------	-----

<u>BIBLIOGRAPHIE</u>	119
----------------------	-----

CHAPITRE I

INTRODUCTION

Ces dix dernières années, sous l'impulsion dynamique de FROSSATI, SCHUMACHER, THOULOUE et HEBRAL, la réfrigération à dilution d' ^3He dans l' ^4He (seul procédé permettant d'obtenir de très basses températures de façon continue) a été parfaitement maîtrisée au laboratoire (C.R.T.B.T.), tant sur le plan théorique que technologique.

Cela nous a permis de construire rapidement un appareil à dilution. Nous nous sommes attachés à rendre son utilisation aisée. La mise en oeuvre est très rapide. En effet, moins de 24 heures sont nécessaires à l'obtention de la température minimale qui est de 15 mK.

D'autre part, un nouveau picovoltmètre à hacheur supraconducteur a été développé par le service électronique du laboratoire. Cet appareil d'une grande sensibilité (4×10^{-15} volt) nous permet d'envisager des mesures très fines à basse température.

Notre travail a consisté à mettre au point une technique différentielle de mesure de faibles chaleurs spécifiques utilisant deux thermocouples entre 15 mK et 7 K. Les tensions thermoélectriques très faibles mises en jeu à basse température sont détectées par deux picovoltmètres à hacheur supraconducteur.

Pourquoi une mesure différentielle de chaleurs spécifiques ?

Lorsque l'on veut mesurer de faibles capacités calorifiques, par exemple d'échantillons petits (poudre, couches minces), ou une faible variation de celle-ci sous l'action d'une grandeur extérieure (champ magnétique, champ électrique, pression,...), on procède généralement en deux étapes. Dans un premier temps, on mesure la chaleur spécifique du porte-échantillon ou de l'échantillon sans contrainte. Puis, dans une deuxième manipulation, on mesure la chaleur spécifique de l'ensemble porte-échantillon plus échantillon ou de l'échantillon soumis au champ de forces. La chaleur spécifique sera alors déterminée par différence. Ce type de travail est très fastidieux, et la précision de la mesure est diminuée par le fait que deux expériences sont nécessaires (les conditions expérimentales ne sont pas toujours exactement les mêmes).

La résolution $\frac{\Delta C}{C}$ de telles mesures peut atteindre dans certaines conditions expérimentales 10^{-3} .

Nous voyons alors apparaître l'intérêt d'une mesure donnant directement la différence des chaleurs spécifiques.

Le principe de notre mesure est illustré par la figure 1. Imaginons une enceinte contenant deux échantillons, l'un de chaleur spécifique C et l'autre de chaleur spécifique $C + \Delta C$.

Si nous fournissons une énergie E aux deux échantillons, il s'ensuit une élévation de température ΔT du premier et $\Delta T - dT$ du second (fig. 2). Si nous savons détecter ce dT , nous serons capable de fournir l'énergie ΔE nécessaire pour l'annuler. Nous pouvons alors écrire :

$$\begin{aligned} E &= C \Delta T \\ E + \Delta E &= (C + \Delta C) \Delta T \end{aligned} \quad \Rightarrow \quad \frac{\Delta E}{E} = \frac{\Delta C}{C}$$

Les différents écarts de température sont détectés par l'existence de tensions aux bornes des thermocouples. L'excès d'énergie ΔE est fourni par une régulation associée à la tension thermoélectrique qui apparaît aux bornes du thermocouple placé entre les deux échantillons. Il existe entre l'enceinte et les deux échantillons une deuxième régulation en température qui place l'ensemble dans une situation adiabatique.

Nous voyons l'intérêt de l'emploi de thermocouples : ils travaillent en détecteur de zéro, ce qui ne nécessite aucun étalonnage en température préalable, comme dans le cas d'utilisation de thermomètres classiques.

Le plus petit $\frac{\Delta C}{C}$ que l'on pourra mesurer est donné par la sensibilité des thermocouples

$$\frac{\Delta C}{C} = \frac{dT}{\Delta T}$$

Plaçons-nous à 100 mK avec un pouvoir thermoélectrique de 1 $\mu V/K$. Si on sait mesurer 1 pV on saura détecter 1 μK ; donc pour un ΔT de 10 % notre

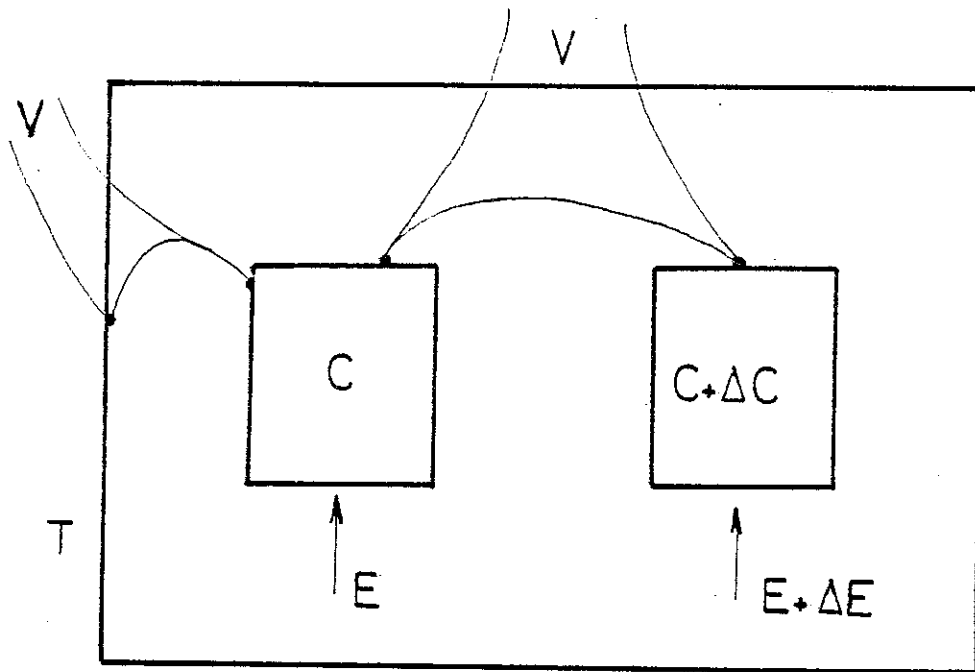


Fig1: mesure différentielle

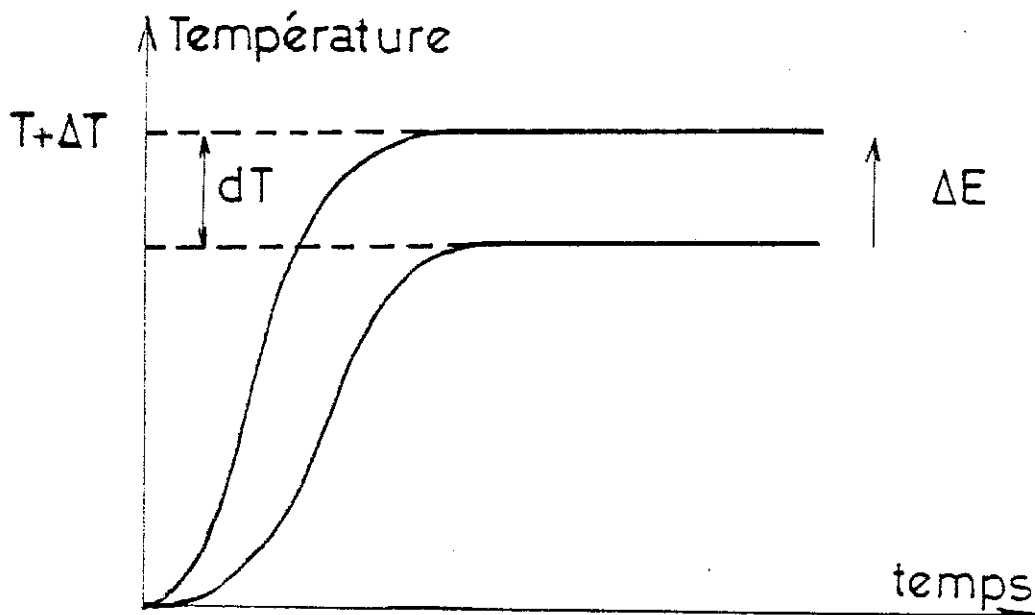


Fig: 2

résolution sera de

$$\frac{\Delta C}{C} = \frac{10^{-6}}{10^{-1} \times 10^{-1}} = 10^{-4}$$

Cela est rendu possible grâce à l'utilisation des picovoltmètres qui malgré le faible pouvoir thermoélectrique des matériaux à basses températures nous permettent de mesurer de très faibles écarts de température.

Avec un tel dispositif, nous pouvons envisager de mesurer

- la chaleur spécifique d'une couche mince (les deux échantillons étant le substrat et le substrat plus la couche) ;
- la chaleur spécifique d'un échantillon sous pression (cellule de pression plus cellule de pression contenant l'échantillon) ;
- la contribution d'un champ magnétique à la chaleur spécifique (un échantillon plus un échantillon sous champ)...

CHAPITRE II

LE CRYOSTAT

II.1 LES BASSES TEMPERATURES (réf.1)

Il y a 300 ans, le scientifique français, Guillaume Amontons, soupçonnait déjà l'existence du zéro absolu. Gay-Lussac, au début du XIXe siècle, fixe l'origine des températures à -270°C . Mais c'est en 1848 que l'échelle des températures fut définie par Lord Kelvin (qui lui laissa son nom). Dans cette échelle le 0°C correspond à 273,15 K et 1 K est égal à 1°C .

L'agitation thermique est une grandeur proportionnelle à la température si celle-ci est exprimée en Kelvin. Si donc on expérimente à basses températures, on s'affranchit de cette énergie, ce qui rend plus aisée l'observation des phénomènes physiques.

Au milieu du siècle dernier, Faraday donne le départ de la course vers le zéro absolu en atteignant 163 K. Au début du XXe siècle, tous les gaz connus, sauf l'hélium sont liquéfiés et même solidifiés. La température alors atteinte est de 12 K (hydrogène solide).

En 1868, Lockyer et Frankland découvrent par analyse spectrométrique du rayonnement solaire un nouveau gaz : l'hélium. Mais ce n'est qu'en 1895 qu'ils l'identifient sur la terre. Les premières gouttes d'hélium liquide apparaissent en 1908 à Leiden, et c'est en 1926 que Keesom atteint la température de 0,71 K en pompant sur un bain d'hélium. Il semble alors difficile d'atteindre des températures plus basses. En effet, la tension de vapeur saturante n'est plus que de 0,0035 mm de Mercure, et pour atteindre 0,3 K il faudrait abaisser cette pression à 10^{-10} mm de Hg. Quant à la pression de 10^{-32} mm de Hg, nécessaire à l'obtention d'une température de 0,1 K, c'est du domaine de l'utopie. C'est alors qu'apparaît la nécessité de la mise au point d'une nouvelle technique permettant d'obtenir des températures plus basses.

Cette nouvelle idée naît en 1926 : la désaimantation adiabatique d'un sel paramagnétique. Elle est proposée simultanément, et indépendamment, par Pieter Debije à Leipzig et William Giauque à Berkeley en Californie. Sous l'action d'un champ magnétique, les moments magnétiques

du sel s'orientent parallèlement à la direction de celui-ci. Si l'on arrête l'action de celui-ci, les moments reprennent une position aléatoire, de façon que l'aimantation du sel soit nulle. Il s'ensuit une absorption d'énergie et, donc, en situation adiabatique, un refroidissement du sel. Mais il faut attendre sept ans pour voir la première application de cette méthode : Giauque et Mac Donald obtiennent 0,25 K avec un sulfate de Gadolinium et un champ de 8 000 Gauss. Depuis lors, la température de 3 mK a pu être obtenue par cette technique. Ce procédé présente toutefois un inconvénient majeur : la température minimale n'est pas stable dans le temps. Toute énergie arrivant sur le sel réchauffe celui-ci, car il n'y a plus production de froid.

Comment alors obtenir de très basses températures de façon continue ? Trente ans après sa liquéfaction, la superfluidité de l'hélium est découverte, et un nouveau procédé reposant sur la dilution d' ^3He dans l' ^4He est suggéré pour la première fois en 1951 par London, et en 1952, dans une autre version, par London, Clarke et Mendoza. C'est en 1965 à Leiden qu'est construit le premier appareil à dilution par Das, De Bruyn Ouboter et Taconis. Il permet d'obtenir la température de 0,22 K. Depuis lors, les progrès n'ont pas cessé et la température minimale atteinte par cette méthode est maintenant de 2 mK en continu (Frossati, Schumacher, Thoulouze à Grenoble)

Quant à l'obtention de températures encore plus faibles, elle nécessite de faire appel à d'autres techniques comme :

- la désaimantation adiabatique nucléaire,
- l'effet Pomeranchuk (compression adiabatique d' ^3He).

II.2 LA DILUTION

Il n'est pas question pour nous de reprendre toute la théorie des réfrigérateurs à dilution. Le lecteur intéressé trouvera dans le livre de Lounasmaa (réf. 2) et dans les thèses de Frossati (réf. 3), Schumacher (réf. 4) et Godfrin (réf. 5) toute la thermodynamique des mélanges $^3\text{He}/^4\text{He}$ ainsi que des éléments de technologie.

II.2.1. Principe d'un réfrigérateur à dilution

Au-dessous de 0,87 K, un mélange d' ^3He et d' ^4He se sépare en deux phases (fig. 3) : l'une que nous appellerons concentrée (riche en ^3He) et l'autre que nous appellerons diluée (contenant de l' ^3He et de l' ^4He). La phase concentrée flotte sur la phase diluée, car la densité de l' ^3He est plus faible que celle de l' ^4He .

La concentration d' ^4He dans la phase concentrée est donnée par la relation (Laheurte et Keyston, 1971):

$$x_4 = 0,85 T^{3/2} \exp(-0,56/T) \text{ avec } T \text{ en Kelvin} \\ \text{et } T < 0,1 \text{ K}$$

tandis que celle d' ^3He dans la phase diluée, s'écrit (Ghozlan et Varoquaux, 1975) :

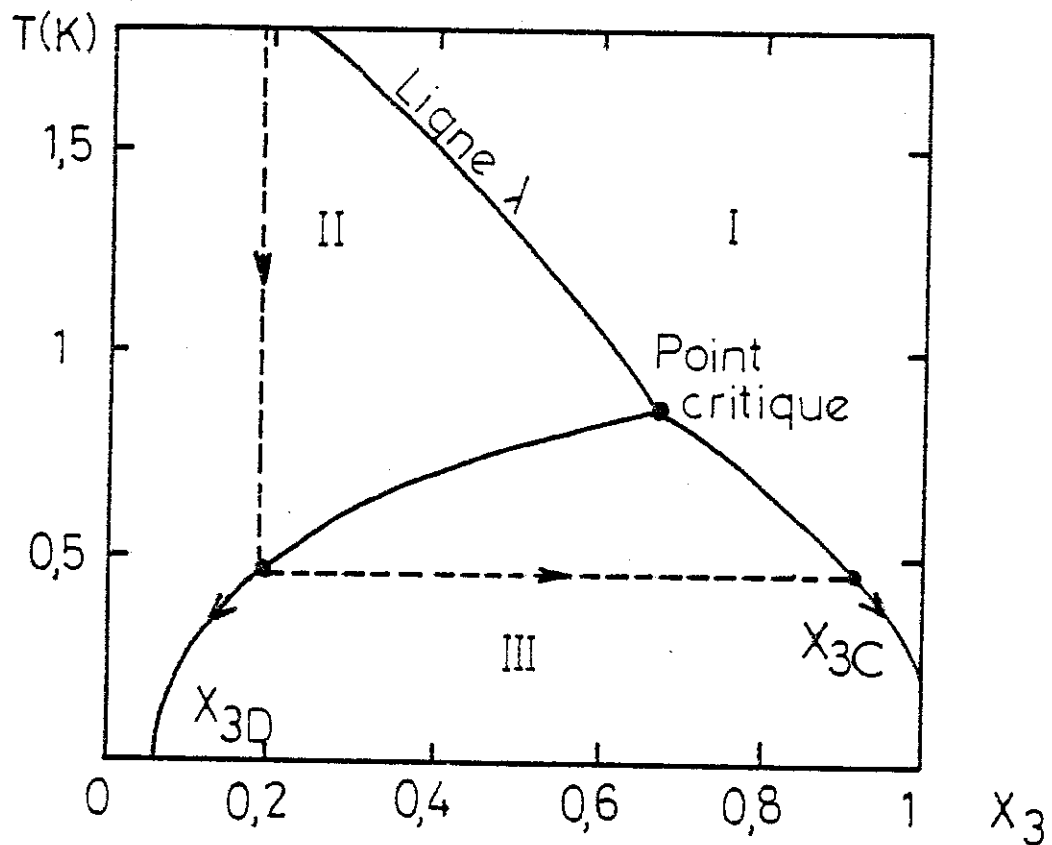
$$x_3 = 0,0648 (1 + 8,4 T^2 + 9,4 T^3) \text{ avec } T \text{ en Kelvin.}$$

Nous pouvons remarquer que cette concentration tend vers une limite finie quand T tend vers 0 :

$$x_{3L} = 0,0648$$

C'est cette propriété qui permet le fonctionnement des réfrigérateurs à dilution.

- I: Fluide normal
- II: Superfluide
- III: Coexistence de deux phases



$$x_{3D} = 0,064$$

Fig 3: Diagramme de phases des mélanges $^3\text{He}/^4\text{He}$

L' ^4He , au-dessous de la température T_λ égale à 2,17 K, est superfluide. L' ^3He dissous dans la phase diluée se comporte comme un gaz parfait. Nous avons donc de l' ^3He liquide (phase concentrée) en équilibre avec sa vapeur (^3He dissous dans la phase diluée). Contrairement à un système classique, la pression de vapeur saturante ne tend pas vers 0 quand la température tend vers 0, mais vers une valeur finie (pression osmotique). Le passage d'une mole d' ^3He de la phase concentrée à la phase diluée peut être comparé à une évaporation. Il s'ensuit donc une absorption de chaleur (l'équivalent d'une chaleur latente de vaporisation).

Si l'on sait extraire de la phase diluée $\dot{n}_3$ moles/sec d' ^3He , $\dot{n}_3$ moles/sec d' ^3He passeront de la phase concentrée à la phase diluée, afin de rétablir l'équilibre thermodynamique, avec une absorption de chaleur. Cela se traduit, dans une situation adiabatique, par un abaissement de la température de l'ensemble des deux phases.

La puissance de réfrigération (puissance absorbée) est égale à la variation d'enthalpie de l' ^3He :

$$\dot{Q}(T) = \dot{n}_3 [H_{3D}(T) - H_{3C}(T)] \quad \text{avec} \quad \begin{cases} \dot{n}_3 \text{ débit molaire d}'^3\text{He} \\ H_{3C}(T), H_{3D}(T) \text{ enthalpie} \\ \text{molaire de l}'^3\text{He dans les} \\ \text{phases concentrées et} \\ \text{diluées.} \end{cases}$$

Pour que le réfrigérateur fonctionne de façon continue, il faut réinjecter l' ^3He , extrait de la phase diluée, dans la phase concentrée. Une partie de la puissance $\dot{Q}(T)$ est donc utilisée pour prérefroidir le flux entrant d' ^3He dans un échangeur de chaleur.

Donnons maintenant le schéma de principe d'un réfrigérateur à dilution (fig. 4). Celui-ci est principalement constitué d'une boîte à mélange, dans laquelle s'effectue la séparation de phase et d'un évaporateur dans lequel on distille le mélange $^3\text{He}/^4\text{He}$, de façon à en extraire $\dot{n}_3$ mole d' ^3He par seconde. Cette opération est facilitée par le fait que la tension de vapeur d' ^3He est supérieure à celle d' ^4He .

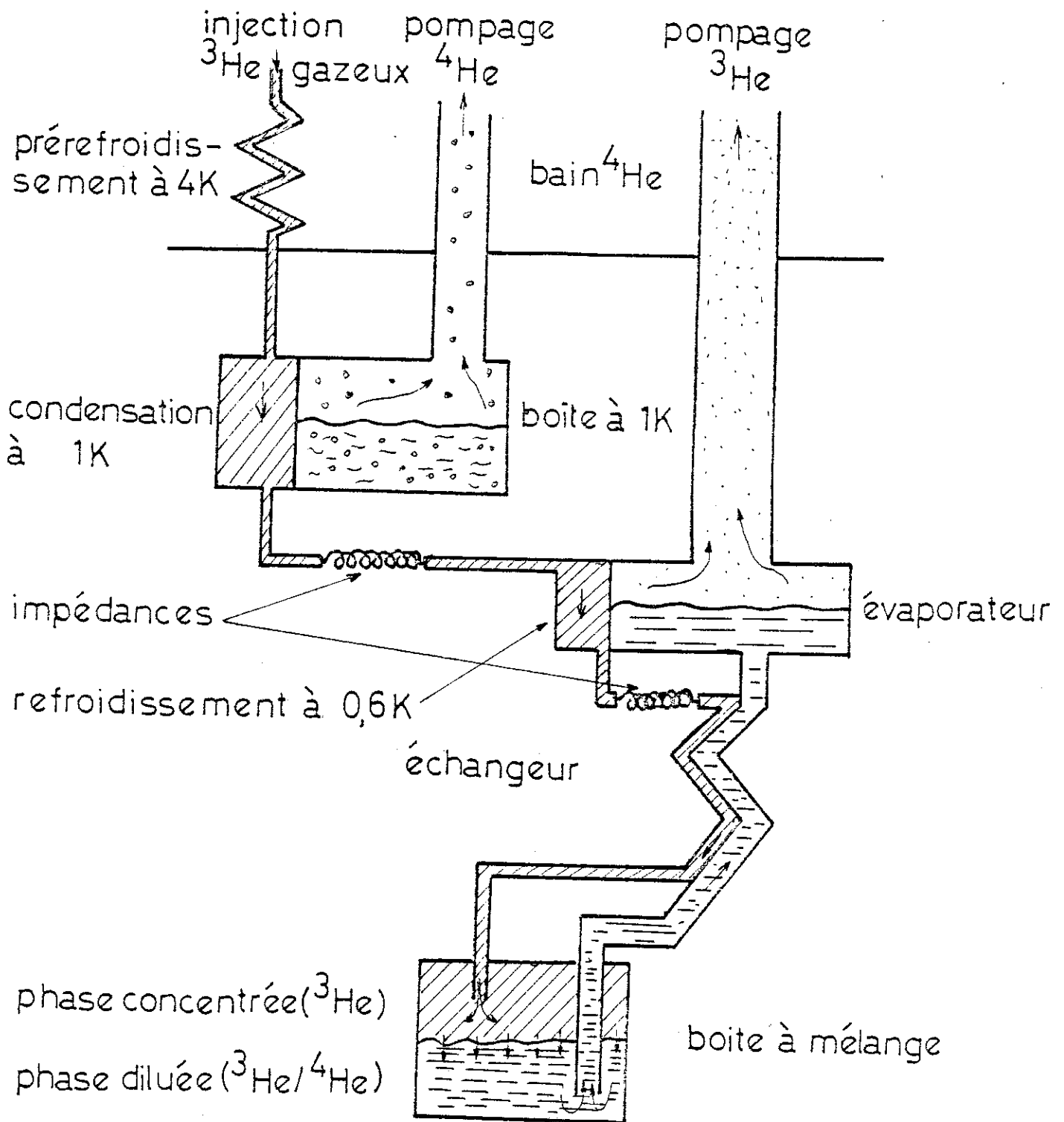


Fig4: Principe d'un réfrigérateur à dilution

Entre la boîte à mélange et l'évaporateur se trouve l'échangeur de chaleur. L' ^3He injecté est préalablement refroidi à 4 K, puis condensé à 1 K. Une impédance de condensation maintient la pression d'injection supérieure à la pression de condensation de l' ^3He à la température de la boîte à 1 degré. Une deuxième impédance détend le liquide d' ^3He et condense les éventuelles bulles.

II.2.2. Puissance frigorifique

L' ^3He entre dans la boîte à mélange à la température T_C ; pour le refroidir, il faut absorber une quantité d'énergie $\dot{Q}(T)$, telle que

$$\dot{Q}_C(T) = \dot{n}_3 (H_{3C}(T_C) - H_{3C}(T_{BM}))$$

avec T_{BM} température de la boîte à mélange.

La puissance frigorifique s'écrit donc :

$$\dot{Q}_f(T) = \dot{n}_3 [H_{3D}(T_{BM}) - H_{3C}(T_{BM}) - H_{3C}(T_C) + H_{3C}(T_{BM})]$$

$$\dot{Q}_f(T) = \dot{n}_3 [H_{3D}(T_{BM}) - H_{3C}(T_C)]$$

Calculons $H_{3D}(T)$ et $H_{3C}(T)$:

. Nous savons que $dH = TdS + VdP$.

. Si T est inférieur à 50 mK, la chaleur spécifique de l' ^3He vaut :

- dans la phase concentrée : $C_{3C} = 24 T \text{ J/mole K}$

- dans la phase diluée : $C_{3D} = 103 T \text{ J/mole K}$.

. A pression nulle :

$$dH = TdS = dQ = CdT$$

$$H_{3C}(T) = H_{3C}(0) + \int_0^T TdS$$

$$H_{3C}(T) = H_{3C}(0) + \int_0^T 24 TdT = H_{3C}(0) + 12 T^2 \text{ J/mole}$$

En prenant $H_{3C}(0)$ nul (enthalpie de ^3He à $T = 0$), il vient :

$$H_{3C}(T) = 12 T^2 \text{ J/mole}$$

A la séparation de phase, nous pouvons écrire l'égalité des potentiels chimiques :

$$\mu_{3D} = \mu_{3C}$$

Or $\mu \equiv G = H - TS$,
nous avons donc

$$H_{3D}(T) - TS_D = H_{3C}(T) - TS_C$$

$$H_{3D}(T) = H_{3C}(T) + T(S_D - S_C)$$

$$S_D = \int_0^T \frac{C_{3D}}{T} dT = 24 T \text{ J/mole K}$$

$$S_C = \int_0^T \frac{C_{3C}}{T} dT = 108 T \text{ J/mole K}$$

et par la suite

$$H_{3D}(T) = 12 T^2 + 108 T^2 - 24 T^2 = 96 T^2 \text{ J/mole}$$

L'expression de la puissance frigorifique s'écrit donc :

$$\dot{Q}_f = \dot{n}_3 (96 T_{BM}^2 - 12 T_C^2) \text{ Watts}$$

Nous pouvons faire deux remarques :

1) Pour une puissance frigorifique $\dot{Q}_f$ donnée, la température de la boîte à mélange sera minimale lorsque $T_{BM} = T_C$. L'expression ci-dessus devient alors :

$$\dot{Q}_f = 84 \dot{n}_3 T_{BM}^2 \text{ mini}$$

$\dot{Q}_f$ en Watts

T en K

$\dot{n}_3$ en mole/s

2) Si la puissance frigorifique est nulle, nous obtenons une relation simple entre T_{BM} et T_C :

$$\begin{array}{l} T_C = 2,80 T_{BM} \\ \text{ou} \\ T_{BM} = 0,36 T_C \end{array}$$

Nous voyons donc que, plus T_C sera faible, plus la boîte à mélange sera froide. Cela montre le rôle essentiel que jouent les échangeurs de chaleur dans un réfrigérateur à dilution.

II.2.3. Les échangeurs de chaleur

Ils sont du type continu à contre-courant, c'est-à-dire que les fluides circulent en sens inverse.

Dans le processus d'échange de chaleur, trois phénomènes entrent en compétition :

- 1) échange de chaleur entre les deux phases au travers de la paroi via la conduction thermique de Kapitza : $\dot{Q}_{\text{éch}}$;
- 2) échauffement visqueux dû aux frottements des atomes d' ^3He dans l'échangeur : $\dot{Q}_{\text{visc}}$;
- 3) conduction thermique des fluides qui tend à court-circuiter l'échangeur : $\dot{Q}_{\text{cond}}$.

Le but fixé étant d'atteindre la température minimale de 50 mK, nous pouvons procéder à quelques simplifications.

En effet, au-dessus de 10-20 mK les termes $\dot{Q}_{\text{visc}}$ et $\dot{Q}_{\text{cond}}$ sont négligeables devant $\dot{Q}_{\text{éch}}$. Nous allons donc nous placer dans l'hypothèse d'un échangeur parfait, en considérant que toute l'énergie cédée par le concentré est absorbée par le dilué.

Appelons T_C , T_D , T_P , les températures du concentré, du dilué et de la paroi. Les surfaces d'échanges et résistivité de Kapitza mises en jeu entre le concentré et la paroi sont notées σ_C , ρ_{KC} , et entre la paroi et le dilué σ_D , ρ_{KD} .

Nous pouvons écrire en tout point de l'échangeur :

$$\frac{\dot{\Delta Q}_{éch}}{\Delta \sigma_C} = \int_{T_P}^{T_C} \rho_{KC}^{-1} dT \quad \text{et} \quad \frac{\dot{\Delta Q}_{éch}}{\Delta \sigma_D} = \int_{T_D}^{T_P} \rho_{KD}^{-1} dT$$

La géométrie du système est telle que σ_C peut être assimilée à σ_D (σ) et ρ_{KC} à ρ_{KD} (ρ_K) - car toutes les parois sont tapissées d' ^4He .

Les égalités précédentes deviennent donc :

$$\dot{\Delta Q} = \Delta \sigma \int_{T_P}^{T_C} \rho_K^{-1} dT = \Delta \sigma \int_{T_D}^{T_P} \rho_K^{-1} dT$$

ou encore

$$\dot{\Delta Q} = \frac{\Delta \sigma}{2} \int_{T_D}^{T_C} \rho_K^{-1} dT$$

En chaque point, la chaleur cédée par le concentré se traduit par une diminution d'enthalpie du concentré et une augmentation de celle du dilué.

$$\begin{cases} dH_{3C} = - \dot{\Delta Q}_{éch} \\ dH_{3D} = \dot{\Delta Q}_{éch} \end{cases}$$

Nous avons vu au paragraphe précédent que :

$$dH_{3C} = \dot{n}_3 C_{3C} dT_C \quad \text{avec } C_{3C} = aT = 24 \text{ TJ/mole.K}$$

$$dH_{3D} = \dot{n}_3 C_{3D} dT_D \quad \text{avec } C_{3D} = bT = 108 \text{ TJ/mole.K}$$

La résistance de Kapitza s'écrit :

$$\rho_K = \frac{1}{\alpha T^3} \quad \text{si } T \text{ est supérieur à } 10 \text{ mK}$$

$$\rho_K = \frac{1}{\alpha' T^2} \quad \text{si } T \text{ est inférieur à } 10 \text{ mK}$$

Nous pouvons maintenant résoudre l'équation :

$$dH_{3C} = - \dot{Q}_{\text{éch}} = \dot{n}_3 c_{3C} dT_C = - \frac{\Delta\sigma}{2} \int_{T_D}^{T_C} \alpha T^3 dT$$

$\Delta\sigma$ s'écrit $s dx$, avec dx , élément de longueur de l'échangeur et s , le périmètre mouillé.

Il vient alors :

$$\dot{n}_3 c_{3C} dT_C = - \frac{\alpha s dx}{8} [T_C^4 - T_D^4]$$

ou

$$\dot{n}_3 a \frac{T_C dT_C}{T_C^4 - T_D^4} = - \frac{\alpha s}{8} dx$$

Dans la pratique $T_D^4 \ll T_C^4$ et l'équation précédente s'intègre facilement :

$$\frac{\dot{n}_3 a}{2} \left[\frac{1}{T_C^2} \right]_{T_{CE}}^{T_{CS}} = \frac{\alpha s}{8} [x]_0^L \quad \text{avec} \begin{cases} L & \text{longueur de l'échangeur} \\ T_{CS} & \text{température de sortie} \\ T_{CE} & \text{température de l'entrée} \end{cases}$$

$$\frac{\dot{n}_3 a}{2} \left[\frac{1}{T_{CS}^2} - \frac{1}{T_{CE}^2} \right] = \frac{\alpha s}{8} L$$

Si nous remarquons que sL représente la surface totale d'échange σ et que $T_{CE}^2 (\sim 0,7 \text{ K})$ est très grand devant T_{CS}^2 (quelques dizaines de mK), l'expression précédente nous conduit à :

$$T_{CS}^2 = \frac{4 \dot{n}_3 a}{\alpha \sigma} = \frac{96}{\alpha} \frac{\dot{n}_3}{\sigma}$$

En reprenant la formule du paragraphe précédent, nous pouvons écrire maintenant l'expression suivante de la puissance frigorifique :

$$\dot{Q}_f = \dot{n}_3 (96 T_{BM}^2 - 12 \times \frac{96}{\alpha} \frac{\dot{n}_3}{\sigma}) \text{ Watts}$$

avec α en $\frac{W}{K^4 m^2}$, T_{BM} en K

σ en m^2 , $\dot{n}_3$ en mole/s

La température de la boîte à mélange est donc donnée par la relation :

$$T_{BM}^2 = \frac{1}{96} \frac{\dot{Q}_f}{\dot{n}_3} + \frac{12}{\alpha} \frac{\dot{n}_3}{\sigma}$$

Nous voyons donc apparaître un débit optimal pour lequel la température de la boîte à mélange est minimale..

$$\frac{d(T_{BM}^2)}{d\dot{n}_3} = -\frac{1}{96} \frac{\dot{Q}_f}{\dot{n}_3^2} + \frac{12}{\alpha\sigma} = 0 \Rightarrow \dot{n}_3 \text{ opt} = \sqrt{\frac{\alpha\sigma\dot{Q}_f}{12 \times 96}}$$

$$T_{BM \text{ mini}} = \left(\frac{\dot{Q}_f}{8\alpha\sigma} \right)^{1/4}$$

Au-dessous de 10 mK, il faut tenir compte du réchauffement visqueux et de la conduction thermique de l'hélium. Le calcul des échangeurs est alors plus compliqué. Les thèses de Laumond (réf. 6), Frossati (réf. 3) et Godfrin (réf. 5) donnent des exemples de calcul d'échangeurs discrets ou continus utilisant de la poudre d'argent frittée.

II.3 LE CRYOSTAT

La réfrigération à dilution est maintenant très bien maîtrisée dans le laboratoire. Nous avons décidé la construction d'un appareil utilisant cette technologie, notre but n'était pas l'amélioration des techniques de dilution, mais la mise au point rapide d'un réfrigérateur nous permettant de travailler à partir de 50 mK. Nous nous sommes attachés à rendre cet outil pratique et facile à mettre en oeuvre.

II.3.1. L'environnement du cryostat

La figure 5 nous montre l'environnement du cryostat. Celui-ci est soutenu par un support métallique qui repose sur un socle en béton pesant environ 300 kg. Ce dernier est découplé mécaniquement du sol à l'aide de quatre amortisseurs pneumatiques ISOLAIR SLM3 gonflés sous une pression de $4,5 \text{ kg f/cm}^2$. Toutes les liaisons du cryostat avec les éléments qui l'entourent, sont réalisées avec des tuyaux souples, soit métalliques, soit plastiques, afin de minimiser au maximum l'apport d'énergie parasite par vibrations. Nous trouvons dans la salle un réservoir d'azote liquide (100 l), un groupe de pompage, un système de circulation pour le fonctionnement de la dilution, un compresseur pour le refroidissement à la température de l'azote liquide, un rack supportant les appareils de mesures.

II.3.2. Les tableaux de vannes

Ceux-ci sont schématisés sur la figure 6. Ils se décomposent essentiellement en trois parties :

- un groupe de pompage,
- un tableau ^4He ,
- un tableau ^3He .

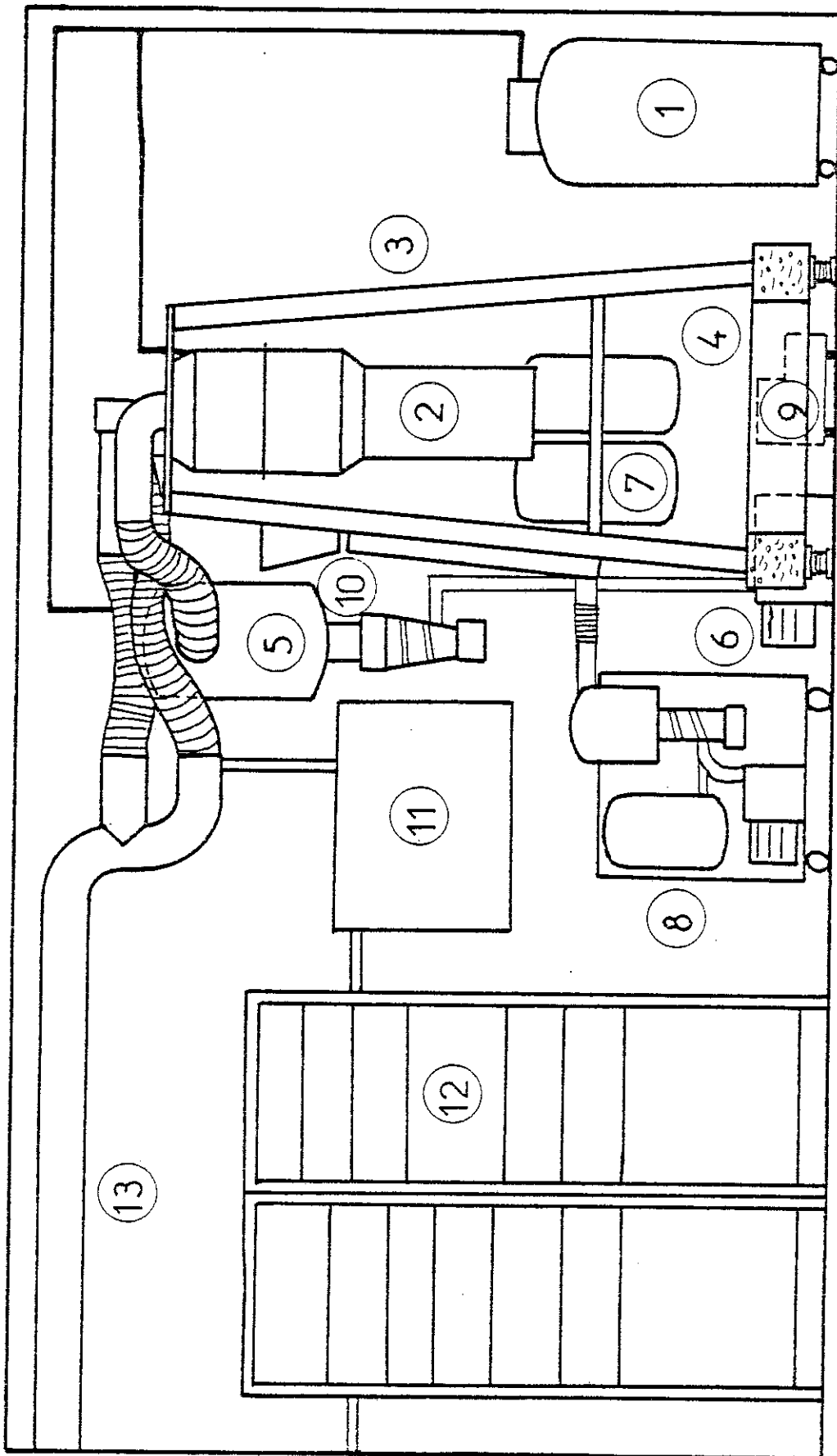


Fig5

a) Le groupe de pompage :

Il est constitué d'une pompe primaire Alcatel 2012 A ($12 \text{ m}^3/\text{h}$) et d'une pompe à diffusion Alcatel 6080 refroidie par eau et munie d'un piège à azote liquide pour limiter la rétrodiffusion d'huile. Nous avons équipé ce groupe d'une réserve de vide, ce qui nous permet de pomper provisoirement sur un circuit à l'aide de la pompe primaire tout en laissant fonctionner la pompe secondaire sur un autre circuit.

b) Le tableau ^4He :

Il assure la récupération des vapeurs d'hélium, qui sont renvoyées sur le gazomètre. Grâce à une pompe Alcatel, située à la cave, d'un débit de $200 \text{ m}^3/\text{h}$, nous pouvons pomper soit sur la boîte à 1 K, soit sur le bain d'hélium (pour les étalonnages). Nous disposons d'un compresseur qui nous sert à faire circuler de l' ^4He gazeux pour le refroidissement du cryostat à la température de l'azote liquide. Pour cela, nous injectons de l'hélium dans un échangeur qui plonge dans le réservoir d'azote liquide. Le gaz se réchauffe ensuite sur la bride du calorimètre. Nous verrons plus loin les performances de cette circulation. Ce compresseur permet également de mettre les bouteilles d'hélium liquide sous pression pour faciliter le transfert au cryostat.

c) Le tableau ^3He :

La circulation de l' ^3He est assurée par une pompe à diffusion Edwards MK2 63/150 P et d'une pompe primaire étanche Alcatel 2012 H. La pompe Edwards est équipée d'une vanne papillon et d'un by-pass à commandes pneumatiques. Un piège à azote liquide muni d'un vide d'isolement permanent évite la rétrodiffusion d'huile dans le circuit d' ^3He . Après avoir été refoulé par la pompe primaire, l' ^3He passe dans un filtre à huile en papier puis dans un piège à zéolithe refroidi par de l'azote liquide. Le débit est mesuré par un petit appareil électronique fabriqué au laboratoire.

L' ^3He est un gaz très cher (environ 1 000 F le litre gazeux STP), aussi est-il nécessaire de prévoir des sécurités qui évitent la perte du gaz en cas d'incident.

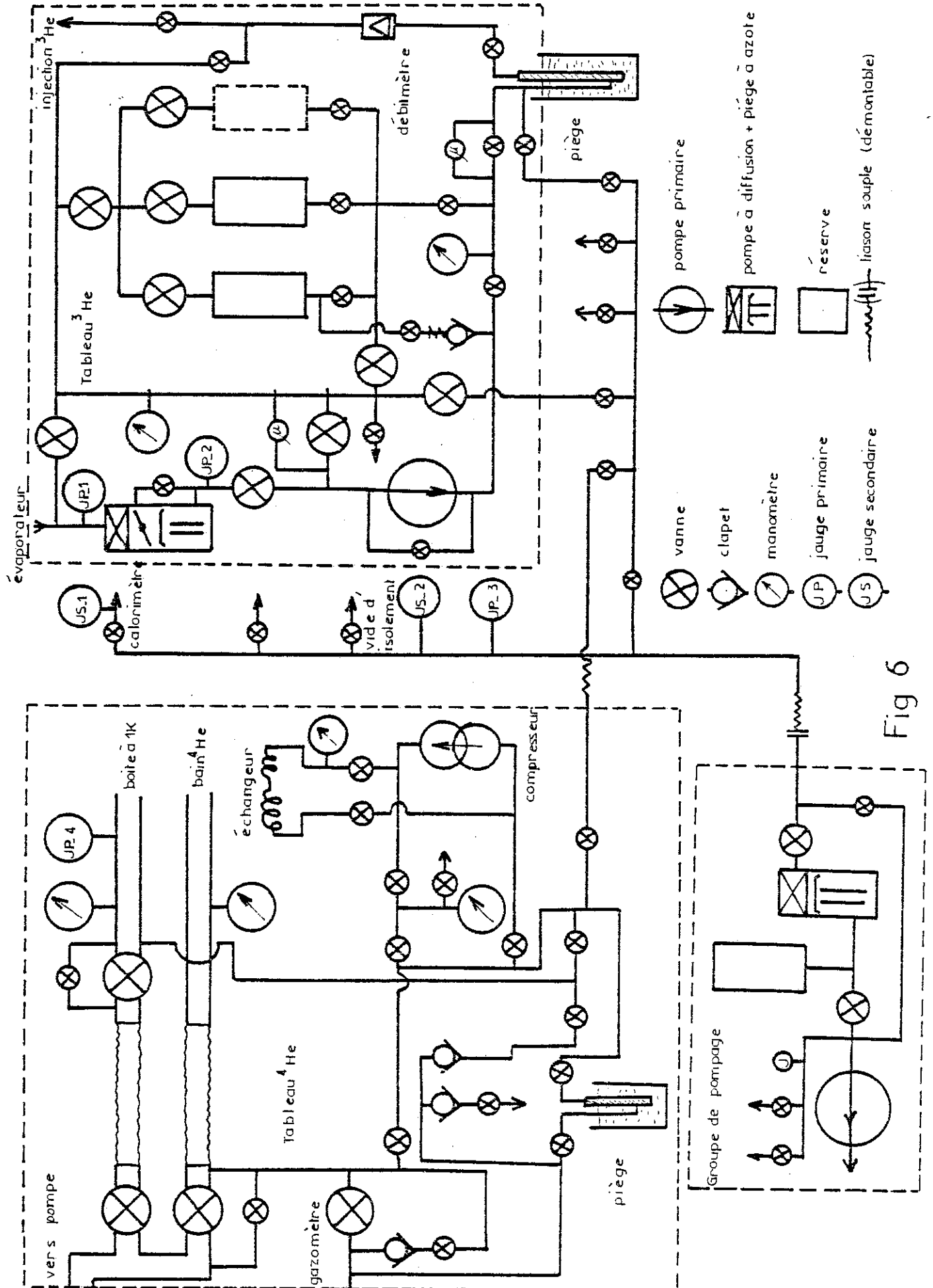


Fig 6

Nous stockons le mélange dans deux réserves de 38 l. Une troisième pourra être rajoutée ultérieurement.

En fonctionnement normal, nous laissons en permanence une réserve en parallèle sur l'évaporateur ; ainsi, en cas de réchauffement ou d'arrêt des pompes, elle pourra recueillir le gaz.

Si le circuit d'injection se bouche, la pression de refoulement de la pompe primaire augmente. Lorsqu'elle atteint une atmosphère (absolue), une soupape de sécurité s'ouvre et l' ^3He est dirigé vers une réserve.

Le calorimètre est fermé sur lui-même. Il peut donc récupérer le mélange provenant du circuit de dilution dans le cas où il y aurait une fuite. La pression augmentant dans le calorimètre, la température de l'évaporateur et par suite la pression dans celui-ci augmente. Lorsqu'elle atteint 10^{-1} mbar, la vanne papillon se ferme, le by-pass s'ouvre et les chauffages sont coupés.

Enfin, si la pompe secondaire n'est plus refroidie (coupure d'eau), un thermostat coupe le chauffage de l'huile afin d'éviter toute dégradation de celle-ci.

La mesure des pressions est effectuée à l'aide de deux types de jauges :

- jauge primaire ($P > 10^{-3}$ mbar), coffret Mediovac, 4 voies, SOGEV, associé à 4 capteurs TPF 4 SOGEV ;
- jauge secondaire ($10^{-7} < P < 10^{-3}$ mbar), coffret ACF 101 Alcatel, associé à deux capteurs CF2P Alcatel.

II.3.3. Le cryostat

Contrairement à beaucoup de cryostats construits au laboratoire, le nôtre possède un vide d'isolement commun à l'azote et à l'hélium. Cette solution a été adoptée dans le but d'alléger au maximum les différentes enceintes qui doivent être démontables. Ainsi l'emploi de treuils ou de tables élévatrices a pu être évité.

Sur la figure 7, nous pouvons voir une coupe du cryostat. Le vase d'azote est fixe. En démontant le cryostat, nous allons trouver une enceinte extérieure (alliage d'aluminium) puis un double écran à la température de l'azote liquide (aluminium) qui protège le vase d'hélium (acier inoxydable) du rayonnement thermique. A l'intérieur de ce vase, nous découvrons enfin le calorimètre (acier inoxydable). Nous donnons à titre indicatif quelques cotes.

Cette conception de vase est donc pratique (facile à démonter) mais elle demande que le vide d'isolement soit refait à chaque ouverture du montage. Toute fuite sur le vide d'isolement entraîne une consommation de fluides cryogéniques importante, voire une impossibilité de remplir le vase d'hélium. Cela implique donc une parfaite étanchéité des joints. L'étanchéité au niveau de la bride d'hélium est assurée par un joint d'Indium (étanche, quelle que soit la température). Quant à celle de l'enceinte extérieure, elle est réalisée à l'aide d'un joint torique en caoutchouc (étanche à la température ambiante).

Regardons le calorimètre de plus près (fig. 8). Nous y retrouvons tous les éléments nécessaires à la dilution : boîte à 1 K, évaporateur, échangeur, boîte à mélange. Les échantillons sont disposés dans le bas du calorimètre. Un écran à 1 K protège l'ensemble basses températures du rayonnement. Le vide du calorimètre doit être excellent (de l'ordre de 10^{-6} mm Hg) afin de limiter au maximum la conduction thermique entre les parties froides et l'hélium à 4,2 K. C'est également un joint d'Indium qui assure l'étanchéité.

Nous pouvons remarquer sur la bride supérieure l'échangeur qui sert au refroidissement à 77 K.

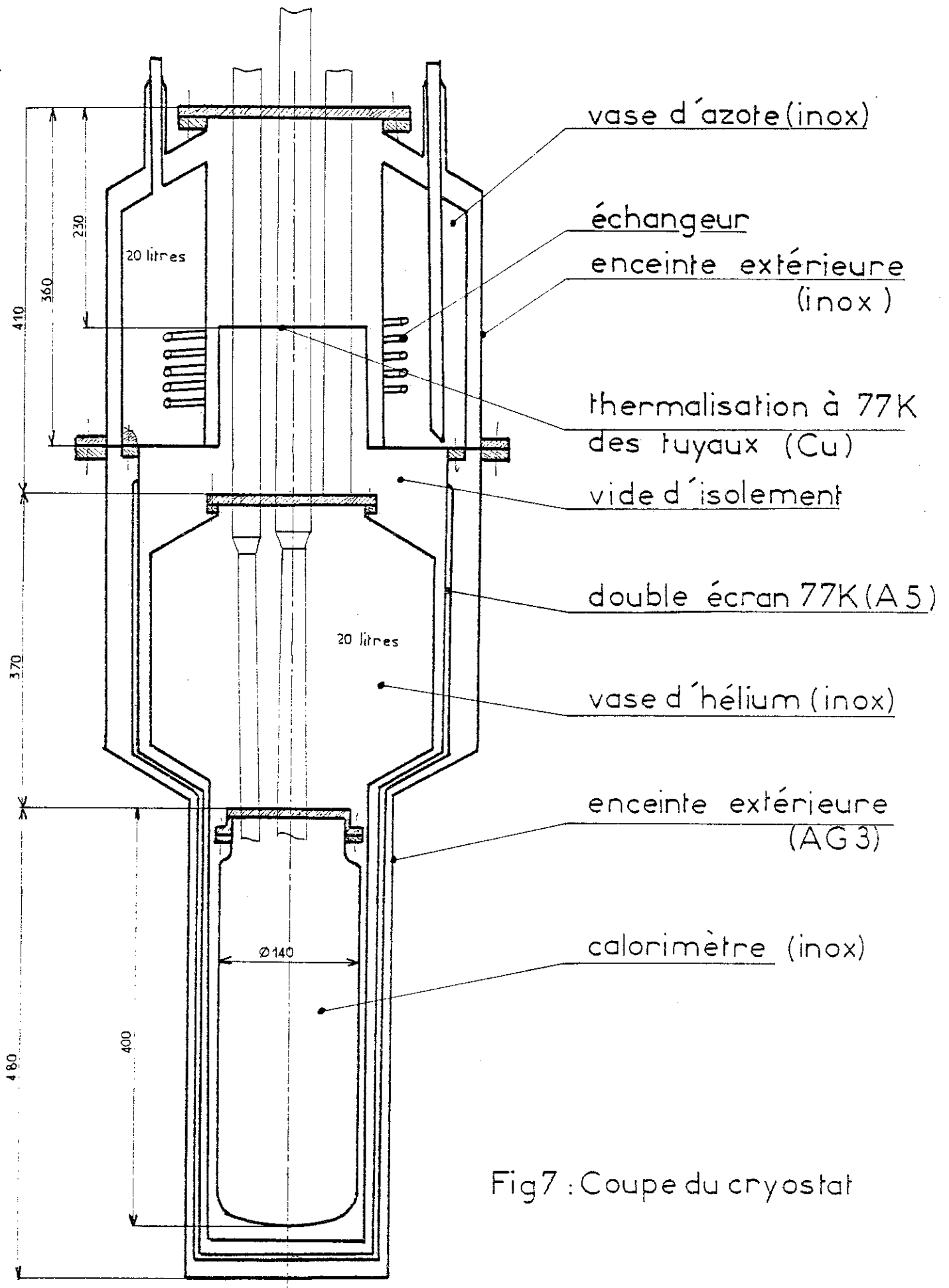


Fig7 : Coupe du cryostat

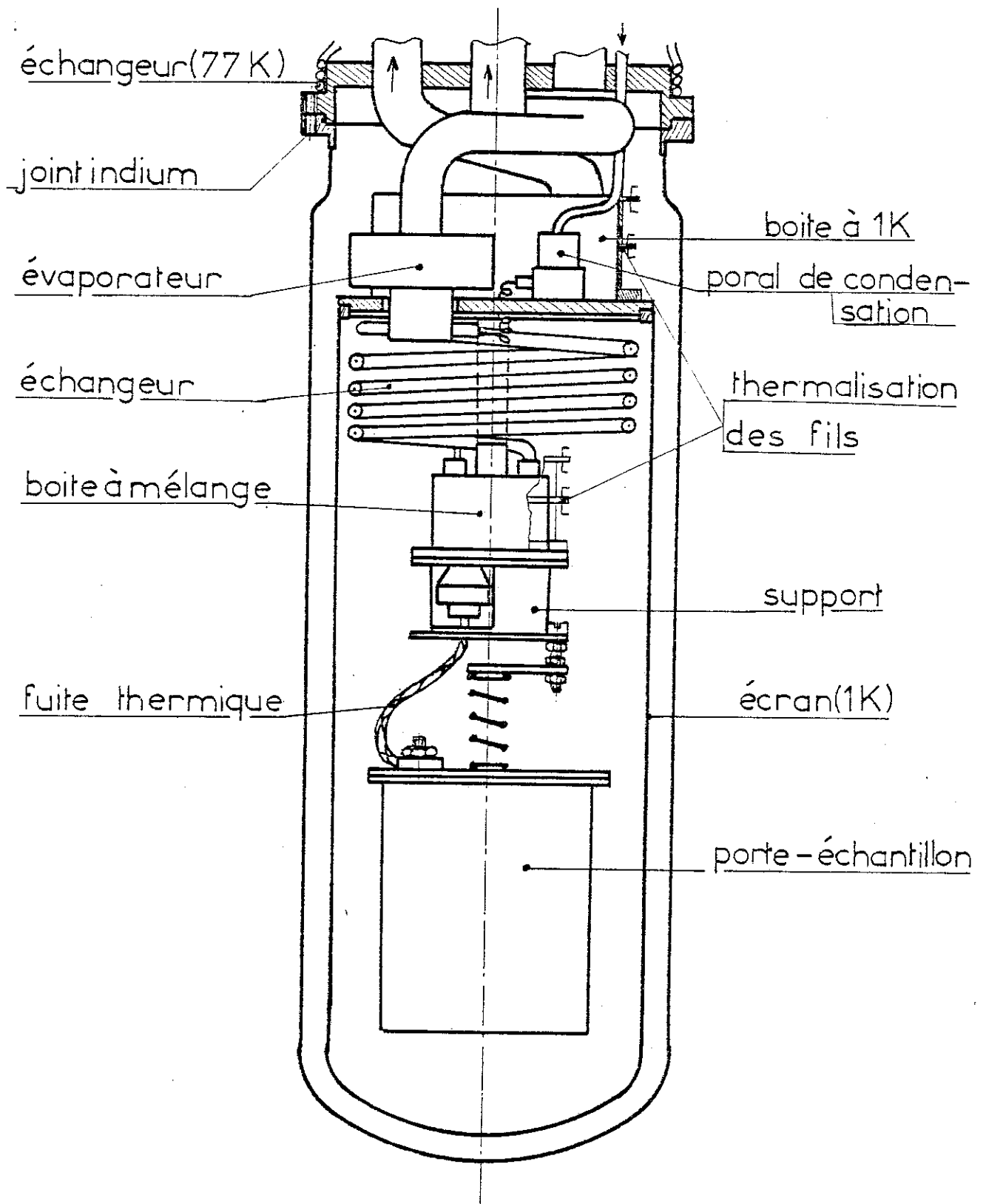


Fig8 : Calorimètre

Afin de pouvoir disposer d'un maximum de place pour les échantillons, nous avons compacté au maximum la partie dilution. C'est pourquoi nous avons mis côte à côte la boîte à 1 K et l'évaporateur. Nous nous sommes largement inspiré de ce qui a déjà été réalisé dans le laboratoire.

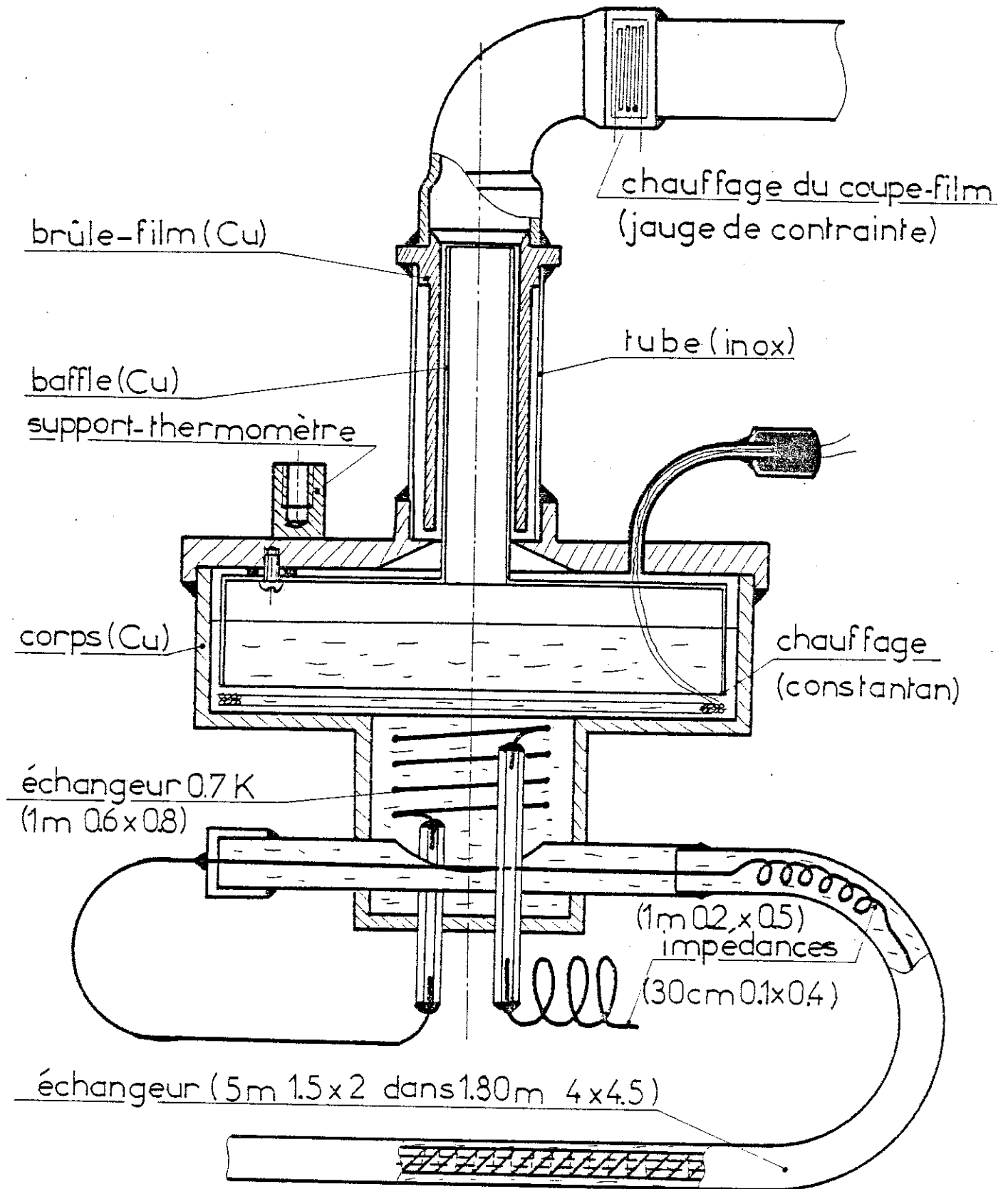
Décrivons maintenant le circuit dilution.

a) Boîte à 1 K :

C'est un demi-cylindre de cuivre reposant sur une plaque de laiton. Elle a un volume de 120 cm^3 et possède deux alimentations en hélium 4 et un orifice de pompage. La première alimentation qui est équipée d'une vanne commandée depuis l'extérieur permet le remplissage de la boîte. La seconde est une alimentation continue. Elle est constituée d'une impédance qui détend l'hélium afin de ne pas trop pénaliser les performances en température de la boîte. Nous avons déterminé ce capillaire empiriquement (1 m de $0,1 \times 0,4$ Cupro-Nickel). En fonctionnement normal (débit d' ^3He $50 \mu\text{mole/s}$), la boîte ne se vide jamais.

b) L'évaporateur (fig. 9) :

Il a été construit sur le modèle qui a été mis au point par Frossati. Nous avons vu précédemment qu'il est important de faire circuler uniquement de l' ^3He . A $0,6 \text{ K}$ la pression de vapeur de l' ^4He est très faible, ce n'est donc pas cela qui va nous gêner. Par contre, le film superfluide d' ^4He qui remonte le long du tuyau de pompage et se vaporise plus haut augmente fortement le pourcentage d' ^4He dans le mélange pompé. Pour éliminer cet inconvénient, le film est vaporisé (ou brûlé) sur une pièce en cuivre, isolée thermiquement du corps de l'évaporateur par un tube d'inox. Les vapeurs d' ^4He se condensent alors sur le baffle qui trempe dans le liquide. Cette configuration présente l'avantage de ne pas introduire de pertes de charges supplémentaires, contrairement à d'autres dispositifs de suppression de film. Le corps de l'évaporateur est réalisé en cuivre. Une jauge de contrainte (600Ω) sert de résistance de chauffage pour le coupe-film. Nous pouvons faire varier la température de l'évaporateur et par suite le débit d' ^3He à



Echelle: 2

Fig 9: Evaporateur

L'aide d'une résistance de chauffage. Elle est constituée de 7,5 m de fil de constantan de diamètre 45/100 ($\sim 35 \Omega$) et plonge dans le liquide.

Dans la partie inférieure, un échangeur de chaleur fabriqué à l'aide de 1 m de capillaire de cuivre 0,6 x 0,8 thermalise l' ^3He qui a été auparavant liquéfié dans un poral fixé au niveau de la boîte à 1 K, à la température de l'évaporateur.

c) L'échangeur continu :

Il est constitué pour le côté concentré de 5 m de capillaire de laiton 1,5 x 2 enroulé sur une tige de 2 mm de diamètre. La spirale ainsi formée est soudée à un capillaire 0,2 x 0,5 de 1 m de longueur qui sert d'impédance pour détendre le liquide et condenser les éventuelles vapeurs d' ^3He . Le tout est placé dans 1,80 m de tube Cupro-Nickel 4 x 4,5 servant de canal pour la phase diluée.

La surface d'échange est de 235 cm^2 environ pour un volume de quelques cm^3 d' ^3He .

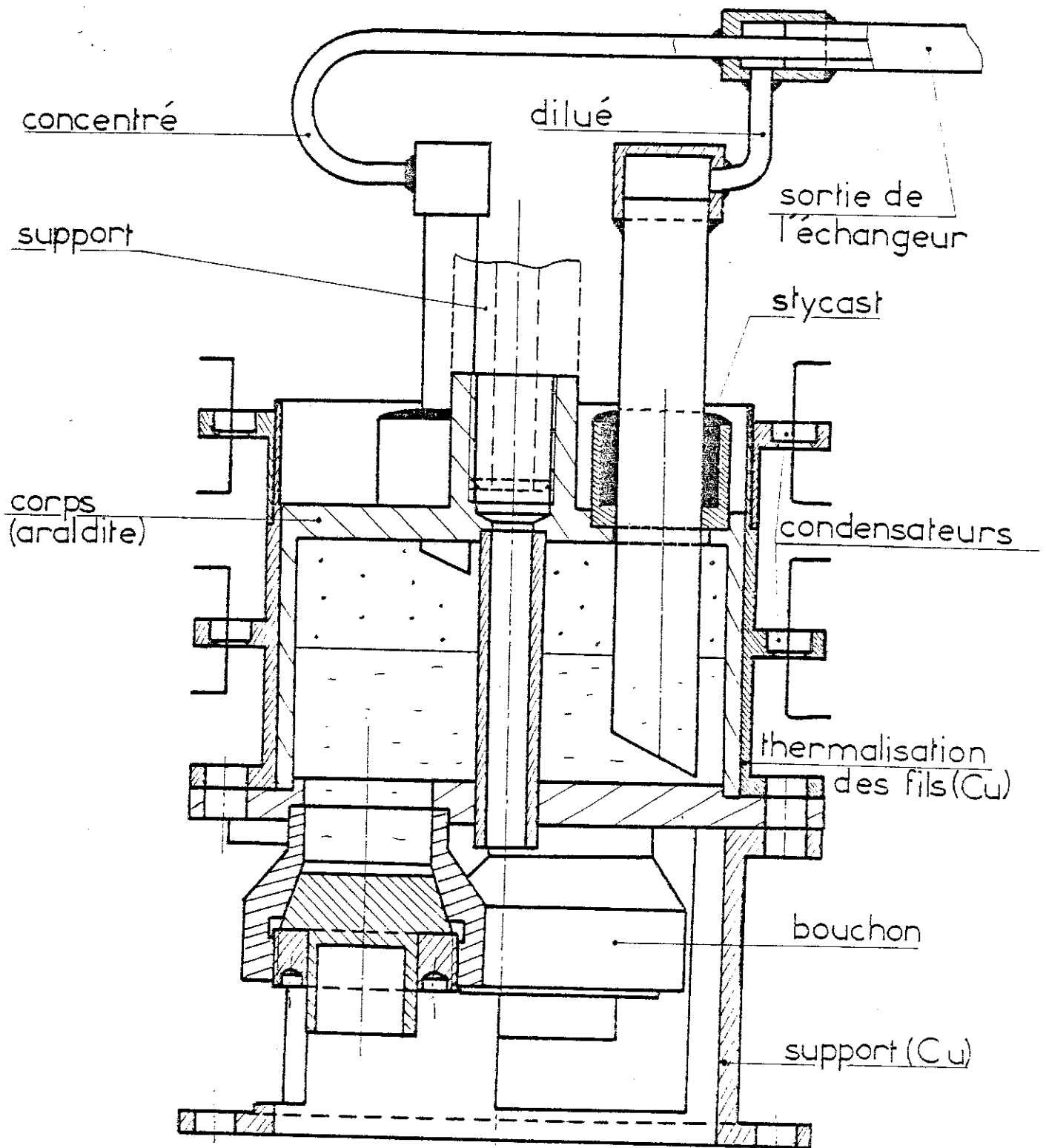
L'échangeur ainsi constitué est facilement façonnable aux dimensions du calorimètre.

d) La boîte à mélange (fig. 10) :

D'un volume de 30 cm^3 , elle est réalisée en araldite. Les différentes pièces qui la composent sont tournées et assemblées par collage (Stycast 1266).

Nous nous sommes réservés un passage direct de l'ambiante au centre du calorimètre, ce qui explique le tube central.

L' ^3He entre et sort de la boîte à mélange par l'intermédiaire de tubes en Cupro-Nickel. L'étanchéité est assurée par du Stycast 2850 FT (réf. 7).



Echelle: 2

Fig 10: Boîte à mélange

Trois bouchons coniques permettent l'accès à la boîte à mélange. Sous celle-ci, un support en cuivre permet la fixation des porte-échantillons.

Autour de la boîte à 1 K et de la boîte à mélange, des petits condensateurs (270 pF, réf. CFC 904) thermalisent les fils électriques.

e) Type de bouchons employés (fig.11) :

Ils sont au nombre de trois. L'un relie l'échantillon à la source froide par l'intermédiaire d'une fuite thermique. Il est constitué d'un empilement de rondelles d'argent fritté (sur une feuille d'argent) et d'espaceurs en cuivre. Le tout est serré par un écrou. Les variations de dilatations thermiques des différents matériaux sont compensées par deux rondelles "Belleville" en bronze beryllium.

Sur un autre, sont fixés un thermomètre (résistance Speer de 220 Ω coupée) et une résistance de chauffage constituée par du fil de constantan 7/100 bobiné sur un mandrin en araldite (220 Ω).

L'étalonnage en température du thermomètre se fait à partir de la variation, suivant une loi de Curie, de la susceptibilité d'un sel paramagnétique. Cette susceptibilité est mesurée au moyen d'une petite bobine fixée sur le dernier bouchon. Elle est constituée pour le primaire de 500 spires de Niomax 55/100 (fil supraconducteur) et pour le secondaire, qui est compensé, de 2 000 spires de Cuivre 7/100. Le sel utilisé est du CMN. Il est réduit en poudre puis passé dans un tamis de 63 μ m. Il est ensuite tassé dans le mandrin à environ 70 % (réf. 8).

Toutes les étanchéités sont réalisées avec du stycast 2850 FT.

Nous venons de découvrir le cryostat. Dans le chapitre suivant, nous allons nous intéresser au fonctionnement de l'appareil et nous donnerons quelques exemples de calcul.

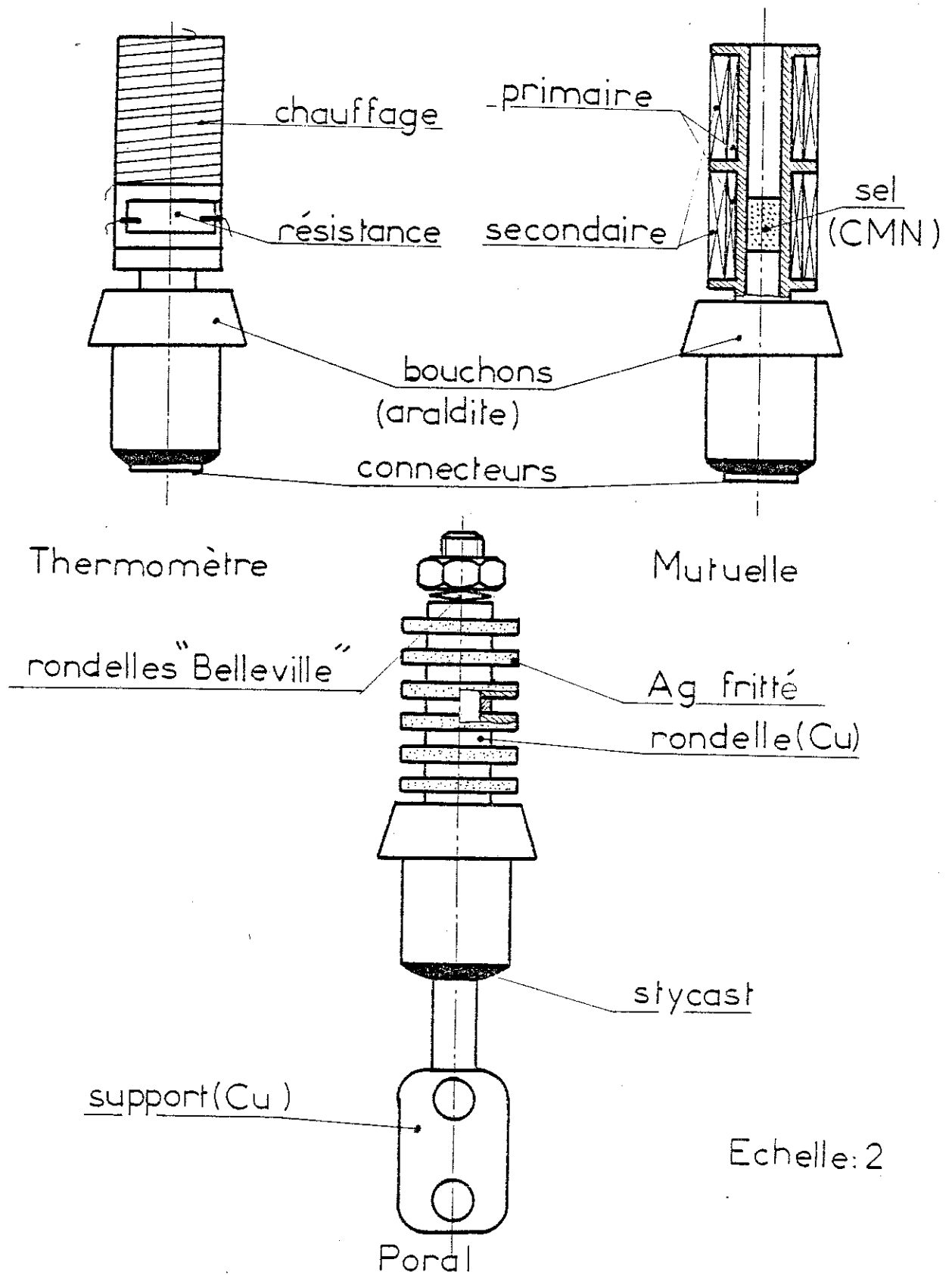


Fig 11: Bouchons

CHAPITRE III

ESSAIS ET PERFORMANCES DU CRYOSTAT

III.1. PREREFROIDISSEMENT A 77 K

La conception du cryostat avec un vide d'isolement commun sépare thermiquement le vase d'hélium et le calorimètre du container d'azote liquide.

Dans un vase classique, le refroidissement à 77 K se fait par conduction gazeuse, en mettant dans le vide d'isolement du vase d'hélium un peu d'air. Ce gaz se condensera ensuite sur les parois, lorsqu'il y aura de l'hélium liquide.

Dans notre cas, il n'est pas possible de mettre de l'air dans le vide d'isolement car cela vaporiserait tout l'azote, par conduction gazeuse, avec le milieu extérieur.

Pour pallier cet inconvénient, nous avons installé une circulation gazeuse composée de deux échangeurs : l'un dans le vase d'azote et l'autre sur la bride du calorimètre. Nous faisons circuler de l'hélium gazeux à l'aide d'un compresseur. Nous maintenons l'aspiration de celui-ci à la pression de 1 atm en la reliant au gazomètre afin de compenser la variation de volume du gaz avec la température.

III.1.1. Les échangeurs

L'hélium gazeux est refroidi à l'aide d'un serpentín de 3 mètres environ de longueur (cuivre 6 x 8). L'autre échangeur est constitué de 1,50 m de tube de laiton (3 x 4) enroulé sur la bride du calorimètre.

Par un calcul rapide, nous pouvons évaluer le temps de refroidissement. Considérons que l'échange de chaleur est parfait. L'hélium entre dans l'échangeur placé sur la bride du calorimètre à la température T (80 K) et en sort à la température $T + \Delta T$ du

calorimètre. L'énergie qu'il a reçue pendant un temps dt se traduit par une diminution de la température du calorimètre :

$$\dot{n} C_p \Delta T dt = - M C_{cal} d\Delta T$$

avec $\dot{n}$ = débit molaire d' ^4He ;
 C_p = chaleur spécifique de l'hélium ;
 M = masse du calorimètre ;
 C_{cal} = chaleur spécifique du calorimètre.

En prenant comme chaleur spécifique du calorimètre une valeur moyenne indépendante de la température, il vient

$$\Delta T = \Delta T_0 e^{-\frac{t}{\tau}} \quad \text{avec} \quad \tau = \frac{M C_{cal}}{\dot{n} C_p}$$

Faisons une application numérique :

$$\begin{aligned} C_p &= 21 \text{ J/mole} \cdot \text{K} & M &= 5\,000 \text{ g} \\ C_{cal} &= 0,5 \text{ J/g} \cdot \text{K} & \Delta T_0 &= 220 \text{ K} \end{aligned}$$

ΔT	10 K	1 K
$\dot{n}$		
20 l/min ~ 1 mole/min	6 heures	10 heures
100 l/min ~ 5 moles/min	1 heure	2 heures

Cela nous donne un ordre de grandeur du temps nécessaire au refroidissement à 77 K. Il faudrait bien sûr tenir compte de la nature des échanges entre le gaz et le calorimètre, de la diffusivité du calorimètre pour obtenir un résultat plus proche de la réalité.

Nous pouvons également évaluer la surface d'échange nécessaire en écrivant la loi de Fourier :

$$\dot{Q} = \dot{n} C_p \Delta T_{\max} = K \times S \times \Delta T_{\text{Brasure}} \quad \text{Prenons } \Delta T_{\text{Brasure}} = 1 \text{ K}$$

La conduction d'une brasure à l'argent est de l'ordre de $10 \text{ W/K} \cdot \text{cm}^2$, il nous faut donc une surface de environ 35 cm^2 pour un débit de 5 moles/min, et de 7 cm^2 pour un débit de 1 mole/min. La géométrie de notre système nous donne une surface de 40 cm^2 .

III.1.2. Essais

Il faut impérativement utiliser des compresseurs étanches car toute entrée d'air sur le circuit aurait pour conséquence de le boucher (principalement à cause de la vapeur d'eau). Il est également préférable d'utiliser des circulateurs fonctionnant à sec afin d'éviter d'envoyer de l'huile dans le circuit.

Les compresseurs à piston n'offrant pas une étanchéité satisfaisante, nous nous sommes tournés vers des compresseurs à membranes.

Nous en avons essayé deux :

- un circulateur Reciprotor 406 G d'un débit de 20 l/min,
- un compresseur KNF NK 0135E d'un débit de 100 l/min.

Nous avons obtenu un temps de refroidissement de 9 heures avec le premier et de 3 heures avec le second (que nous avons retenu).

Nous nous sommes aperçus que si cette méthode est efficace pour refroidir le calorimètre, il n'en est pas de même pour le vase d'hélium. Nous éprouvions de grandes difficultés pour remplir le vase d'hélium lors du premier transfert. Aussi avons-nous modifié le circuit de refroidissement. Nous avons coupé le tube à la sortie de l'échangeur,

placé sur la bride du calorimètre et mis en place une déviation. Les vapeurs froides sortent maintenant sous le calorimètre, et le retour s'effectue par l'intermédiaire du gazomètre.

Nous avons ainsi divisé par deux le temps du premier siphonnement d'hélium.

III.2 CONSOMMATION

La convection dans le gaz résiduel du vide d'isolement, le rayonnement thermique des parois et la conduction thermique des tuyaux font qu'il arrive en permanence de l'énergie sur le cryostat. Cette puissance vaporise les fluides cryogéniques ce qui se traduit par une consommation que nous allons essayer d'établir.

Nous avons vu que notre cryostat possède un vide d'isolement commun. Nous pouvons dire que la puissance parasite due à la convection est négligeable devant les deux autres ; en effet, si le gaz résiduel est de l'air, il se condensera sur les parois du vase d'hélium et la pression de l'enceinte sera très faible, par contre si c'est de l'hélium la convection sera importante et l'hélium ne pourra être conservé dans le vase. Nous partirons du principe que le cryostat fonctionne et par conséquent que le vide d'isolement est excellent.

Il nous reste donc le rayonnement et la conduction.

III.2.1. Le rayonnement

La puissance rayonnée par une surface S à la température T et de coefficient d'émissivité ϵ est donnée par la loi de Stéphan :

$$Q_R = \epsilon \sigma S T^4$$

avec σ = cste de Stéphan

$$\sigma = 5,7 \times 10^{-12} \text{ W/cm}^2\text{K}^4$$

La puissance reçue par une surface S_i à la température T_i ayant une émissivité ϵ_i entourée par une surface S_e à la température T_e ayant une émissivité ϵ_e est égale à :

$$Q_R = \frac{S_i \sigma (T_e^4 - T_i^4)}{\frac{1}{\epsilon_i} + \frac{S_i}{S_e} \left(\frac{1}{\epsilon_e} - 1 \right)}$$

III.2.2. La conduction

Un tuyau de conduction K soumis à un gradient de température ΔT transmet une puissance Q_c donnée par la loi de Fourier :

$$Q_c = \frac{S}{\ell} K \Delta T$$

avec S = section métallique du tuyau

ℓ = la longueur sur laquelle est appliquée le gradient.

Si K varie avec la température, il faut intégrer cette relation

$$Q_c = \frac{S}{\ell} \int_{T_1}^{T_2} K(T) dT$$

avec T_1, T_2 = les températures extrêmes du tuyau.

III.2.3. Consommation d'azote

Evaluons Q_R et Q_c en appliquant les formules précédemment établies.

	Partie fixe	Partie mobile
$S_e(\text{cm}^2)$	4 500	9 400
$S_i(\text{cm}^2)$	5 200	7 400
ε_e	0,15	0,08
ε_i	0,06	0,03
$T_e(\text{K})$	300	300
$T_i(\text{K})$	80	80

Puissance rayonnée : $Q_R = 25 \text{ W}$.

La section totale des tubes qui arrivent sur le vase d'azote est d'environ $3,5 \text{ cm}^2$ sur une longueur de 20 cm. Ces tuyaux sont en inox.

$$Q_c = \frac{S}{\ell} \int_{80}^{300} K(T) dT = \frac{3,5}{20} \times 27 \sim 5 \text{ W}$$

La puissance totale est donc égale à 30 W. Sachant que 1 W.h vaporise 23 cm^3 d'azote, la consommation du vase s'élève à 0,63 l/h. Nous avons relevé une consommation de 0,7 l/h, ce qui nous donne une autonomie d'un peu plus de 24 heures puisque notre vase d'azote a une contenance de 20 l.

III.2.4. Consommation d'hélium

Menons le même calcul que précédemment.

$S_e(\text{cm}^2)$	7 400
$S_i(\text{cm}^2)$	5 700
ϵ_e	0,03
ϵ_i	0,033
$T_e(\text{K})$	80
$T_i(\text{K})$	4

Puissance rayonnée : $Q_R = 25 \text{ mW}$.

Les tubes ont une section de $2,5 \text{ cm}^2$ et une longueur de 20 cm. La puissance due à la conduction s'élève donc à :

$$Q_c = \frac{S}{\ell} \int_4^{80} K(T) dT = \frac{2,5}{20} \times 3 = 0,375 \text{ W}$$

La puissance totale est donc de 0,4 W. La consommation de notre vase devrait donc être, sachant qu'un 1 W.h vaporise 1,4 litre d'hélium, de 0,56 l/heure.

Nos premières mesures nous donnaient une consommation de 1 l/heure. Ce chiffre nous paraissant trop élevé, nous avons cherché à l'améliorer.

Tout d'abord, nous avons relié tous les tubes qui débouchent sur la bride du vase d'hélium au gazomètre, car ils pouvaient être le siège d'oscillations de Taconis.

Par exemple, le fait de relier la partie fixe du siphon au gazomètre (en dehors des transferts d'hélium liquide) nous a fait gagner 0,2 l/heure.

Nous avons mesuré la température de l'écran qui n'était constitué que d'une paroi en alliage d'aluminium. Nous nous sommes rendu compte qu'il existait d'une part un mauvais contact thermique entre le vase d'azote et la bride de l'écran ($\Delta T = 20$ K) et d'autre part que la température de l'écran n'était pas homogène (écart de 30 K entre le haut et le bas). Cela signifie donc que l'écran ne joue pas son rôle au maximum. Pour remédier à ces défauts, nous avons réusiné la bride de l'écran et nous l'avons doublé d'un deuxième en aluminium pur (conduction thermique meilleure).

Maintenant la température de l'écran est pratiquement uniforme et il n'existe plus qu'une différence de quelques degrés entre l'écran et le vase d'azote.

Enfin, nous avons dû remplacer notre vase d'hélium qui était en aluminium par un en acier inoxydable car il était devenu poreux, ce qui pollueait le vide d'isolement. Par précaution, nous avons installé en plus sur la bride du vase d'hélium un chapelet de grains de charbon actif qui absorbent tout le gaz résiduel.

Après toutes ces modifications, la consommation du vase s'établit maintenant à 0,35 l/heure, ce qui devrait nous donner une autonomie de 57 heures, compte tenu du fait que le volume utile du vase est de 20 l. En fait, elle est un peu plus faible car une partie de l'hélium sert à alimenter la boîte à 1 K.

Nous pouvons remarquer que la consommation pratique est inférieure à la consommation théorique. Ceci s'explique par le fait que les vapeurs froides d'hélium refroidissent les tubes en passant dedans (puisqu'ils sont reliés au gazomètre). Cela diminue donc la puissance due à la conduction thermique et par conséquent la consommation d'hélium.

III.3 FONCTIONNEMENT DE LA DILUTION

III.3.1. Calcul des lignes de pompages

Disposant d'un système de pompage (pompe secondaire + pompe primaire) déterminé, nous voulons connaître le débit qu'il sera possible d'obtenir et la température de l'évaporateur correspondante.

La grandeur qui se conserve dans un système de pompage est le flux gazeux Q ; il est relié à la chute de pression dans un élément du système par la relation

$$Q = \Delta P \times C(T)$$

avec $C(T)$ = conductance de la canalisation considérée.

D'autre part, si $\dot{n}$ (mole/s) est le débit molaire, on a :

$$Q = \dot{n} R T_i$$

Pour faciliter les calculs, nous allons décomposer notre montage en éléments isothermes. On pourra alors écrire la chute totale de pression comme étant la somme des chutes de pression sous la forme:

$$\Delta P = \dot{n} R \sum \frac{T}{C}$$

La conductance d'une ligne de pompage s'écrit (réf. 5) :

$$C = \alpha \frac{D^3}{L} \sqrt{T} J$$

avec $\alpha = 2,2$ pour $l'^3\text{He}$
 $\alpha = 1,9$ pour $l'^4\text{He}$.

C s'exprime en ℓ/s si D et L , respectivement diamètre et longueur de la ligne, sont en cm, et T température de la ligne en K. Le facteur J

est donnée par l'abaque de la figure 12 en fonction de $\frac{D\bar{P}}{T^{1,147}}$ qui tient compte de la viscosité de ^3He et de la pression moyenne.

Si nous prenons une pression moyenne de 10^{-2} torr, nos résultats sont rassemblés dans le tableau suivant :

D (cm)	L (cm)	T (K)	$\frac{D\bar{P}}{T^{1,147}}$	J	C (l/s)	$\frac{T}{C} \left(\frac{\text{Ks}}{\text{l}}\right)$
8	150	300	$1,15 \times 10^{-4}$	1,3	169	1,78
6	60	300	$8,65 \times 10^{-5}$	1,1	151	1,99
5	50	300	$7,21 \times 10^{-5}$	1,0	95,3	3,15
3	20	80	$1,97 \times 10^{-4}$	1,5	39,8	2,01
1,6	40	4	$3,26 \times 10^{-3}$	13	5,86	$6,83 \times 10^{-1}$
1	10	1	1×10^{-2}	25	5,5	$1,82 \times 10^{-1}$

$$\Sigma \frac{C}{T} = 9,8 \left(\frac{\text{Ks}}{\text{l}}\right)$$

La vitesse de pompage S fixe le débit :

$$Q = S \times P \Rightarrow \dot{n} = \frac{PS}{RT}$$

Le constructeur nous donne pour une pression de 10^{-2} torr une vitesse de pompage de 100 l/s, cela nous donne un débit de 53 $\mu\text{moles/s}$.

Nous pouvons maintenant calculer la pression au niveau de l'évaporateur :

$$P = \bar{P} + \Delta P = \bar{P} + \dot{n} R \Sigma \frac{T}{C} = 10^{-2} + 6,24 \times 10^{-5} \times 53 \times 9,8 \approx 4 \times 10^{-2} \text{ torr}$$

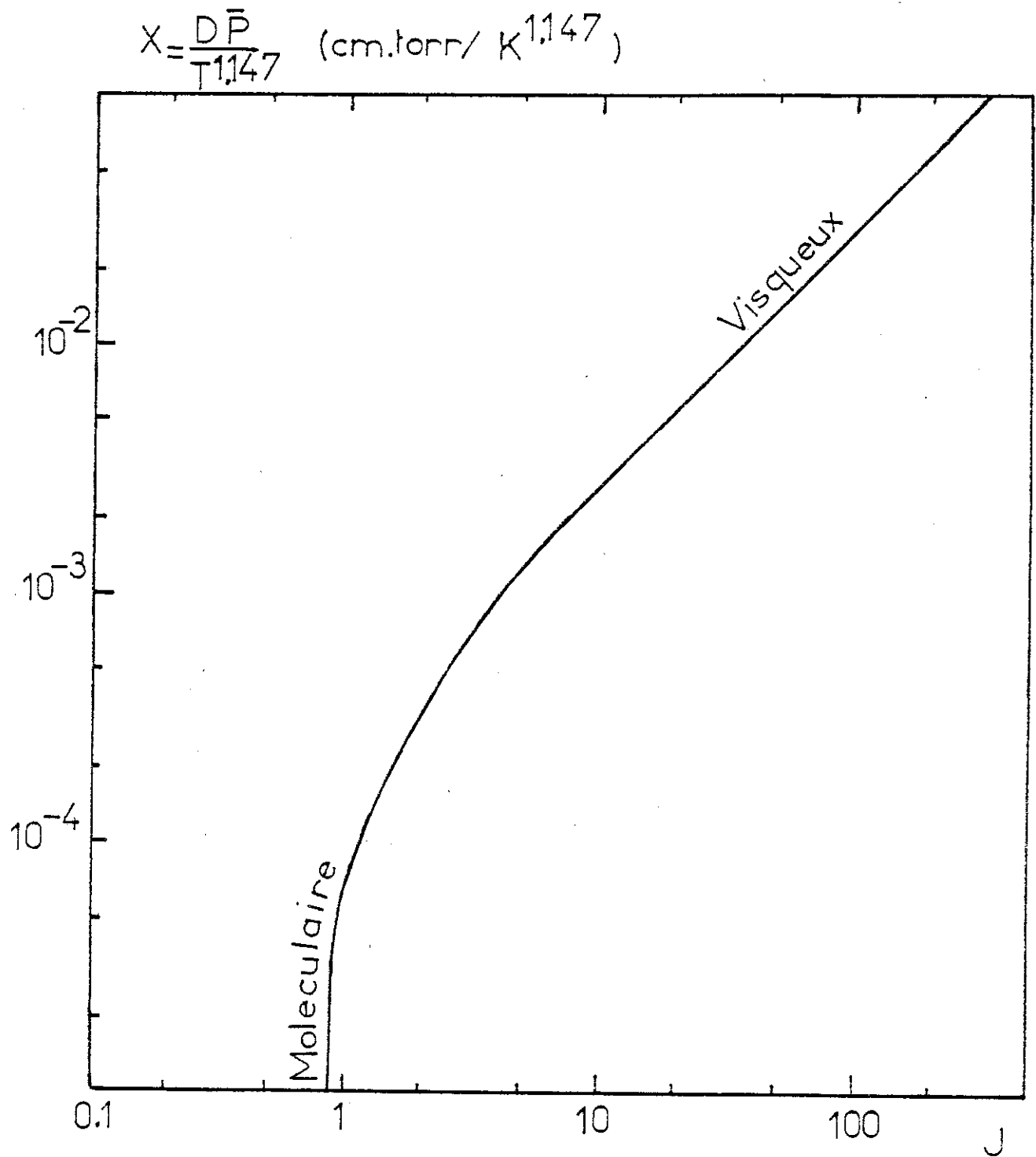


Fig12: Abaque pour calculs de conductances

La température de l'évaporateur qui correspond à une telle pression est de 0,6 K. Cela montre que notre système de pompage est suffisant pour un débit d'une cinquantaine de $\mu\text{moles/s}$.

III.3.2. Calcul du volume d' $^3\text{He}/^4\text{He}$

Après nous être assuré qu'il n'y avait aucune fuite sur les circuits tant à l'intérieur qu'à l'extérieur du cryostat, nous avons rempli les réserves d'un certain volume d' ^3He et d' ^4He .

Pour calculer ce volume, nous avons estimé tous les volumes susceptibles d'être rempli, soit d' ^3He (côté concentré), soit d' ^4He avec 6 % d' ^3He (côté dilué). Nous avons placé la séparation de phase au milieu de la boîte à mélange et rempli l'évaporateur à moitié. Nous obtenons ainsi :

- côté concentré = 15 cm^3
- côté dilué = 56 cm^3 .

Il nous faut donc :

$$\begin{cases} 15 + 0,06 \times 56 = 18 \text{ cm}^3 \text{ d}'^3\text{He liquide} \\ 0,94 \times 56 = 52 \text{ cm}^3 \text{ d}'^4\text{He liquide} \end{cases}$$

ce qui correspond à 11 litres d' ^3He gazeux (STP) et 40 litres d' ^4He gazeux (STP).

Nous n'avons jamais retouché ces quantités.

III.3.3. Impédance de condensation

L' ^3He injecté est d'abord refroidi à la température de 4 K. Cette opération se fait en deux temps : premièrement il circule dans un échangeur placé dans les vapeurs du bain d'hélium et deuxièmement il passe dans un poral (cuivre fritté) de quelques cm^3 qui baigne dans le bain d'hélium.

Il faut ensuite condenser l' ^3He . Pour cela nous le faisons passer dans un second poral de $1,5 \text{ cm}^3$ environ thermalisé à la boîte à 1 K. Pour qu'il y ait condensation, il faut que la pression soit supérieure à la pression de vapeur saturante qui correspond à la température du poral.

A 1,2 K, cette pression vaut 25 mbar. La pression d'injection est réglée à l'aide de l'impédance placée derrière le poral de condensation. La relation de Poiseuille permet de relier la chute de pression aux bornes d'un conduit au débit du fluide considéré (réf. 9).

$$\Delta P = \dot{V} \eta Z$$

$$\Delta P = \text{en dynes/cm}^2$$

$$\dot{V} = \text{en cm}^3/\text{s}$$

$$\eta = \text{viscosité en poises}$$

et

$$Z = \frac{128 L}{\pi D^4} \text{ cm}^{-3}$$

$$L = \text{longueur du tube en cm}$$

$$D = \text{diamètre du tube en cm}$$

Nous pouvons ainsi calculer l'impédance Z pour une pression d'injection de 30 mbar, soit $30 \cdot 10^3 \text{ dynes/cm}^2$ et un débit de $50 \mu\text{moles/s}$. La viscosité de l' ^3He vaut $30 \mu \text{ poise}$ à 1,2 K et sa masse molaire $37 \text{ cm}^3/\text{mole}$.

$$Z = \frac{\Delta P}{\dot{V} \eta} = 5,4 \times 10^{11} \text{ cm}^{-3}$$

Nous disposons de capillaire de 0,1 mm de diamètre intérieur. Il nous en faut donc une longueur L :

$$L = \frac{\pi D^4 Z}{128} \approx 130 \text{ cm}$$

L'impédance des différents porals est négligeable devant l'impédance de condensation. En effet, si nous calculons cette impédance à l'aide des abaques déterminées par Laumond (réf.6), nous trouvons une impédance de l'ordre de 10^8 cm^{-3} .

Nos essais avec 1,30 mètres de capillaire $0,1 \times 0,4$ nous donnaient pour un débit de $50 \mu\text{moles/s}$ une pression d'injection de

300 mbar. Ceci nous handicapait énormément pour condenser en début de manipulation tout le mélange $^3\text{He}/^4\text{He}$. Il faut injecter environ deux moles de gaz, si on condense avec 1 000 mbar de pression d'injection, on obtient un débit de 150 $\mu\text{moles/s}$, soit un temps de condensation de quatre heures.

Nous avons donc coupé l'impédance de condensation de façon à obtenir en fonctionnement normal une pression d'injection de 30 mbar. Cela nous donne une longueur de 35 cm et un temps de condensation de une heure avec un débit de 700 $\mu\text{moles/s}$.

Les calculs d'impédances sont assez imprécis car le diamètre des capillaires est mal défini. Comme il intervient à la puissance quatre, cela modifie énormément la valeur de l'impédance.

III.3.4. Réglage du coupe-film

Pour déterminer la valeur optimale du courant du coupe-film, nous avons analysé le mélange pompé à l'aide d'un spectromètre de masse. Nous avons porté sur la figure 13 le pourcentage d' ^4He en fonction de la puissance dissipée dans le coupe-film. Une partie de cette puissance sert à chauffer l'évaporateur et à créer un débit. Si nous voulons augmenter ce débit, nous pouvons chauffer dans le liquide.

Nous obtenons pour un débit de 50 $\mu\text{moles/s}$, un chauffage de 1,9 mW, environ 2 % d' ^4He . Si nous chauffons le liquide, le pourcentage d' ^4He augmente, et la température de l'évaporateur (fig. 14) croît rapidement. Cela est dû à la justesse de notre système de pompage.

Si nous restons autour de 50 $\mu\text{moles/s}$, nos résultats sont très satisfaisants, et correspondent aux calculs précédents (II.3.1.). Habituellement, nous travaillons avec une température d'évaporateur de 0,6 K, pour un débit de 45 $\mu\text{moles/s}$ contenant 98 % d' ^3He (chauffage du coupe-film 1,9 mW).

La pression d'injection est d'environ 35 mbar.

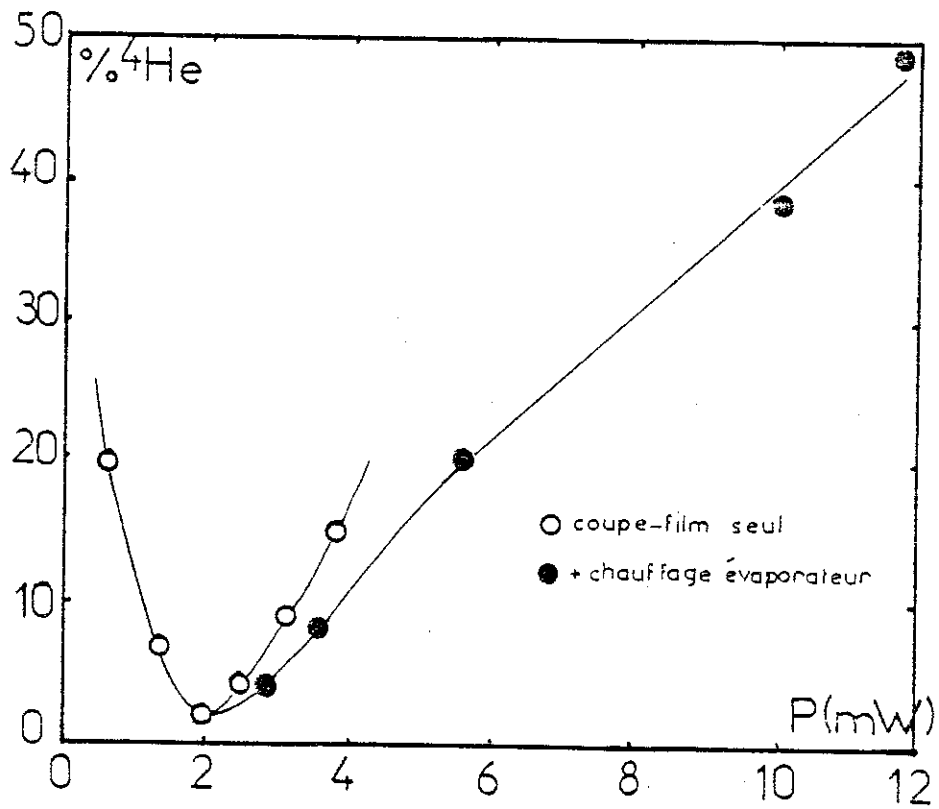


Fig 13: Réglage du coupe-film

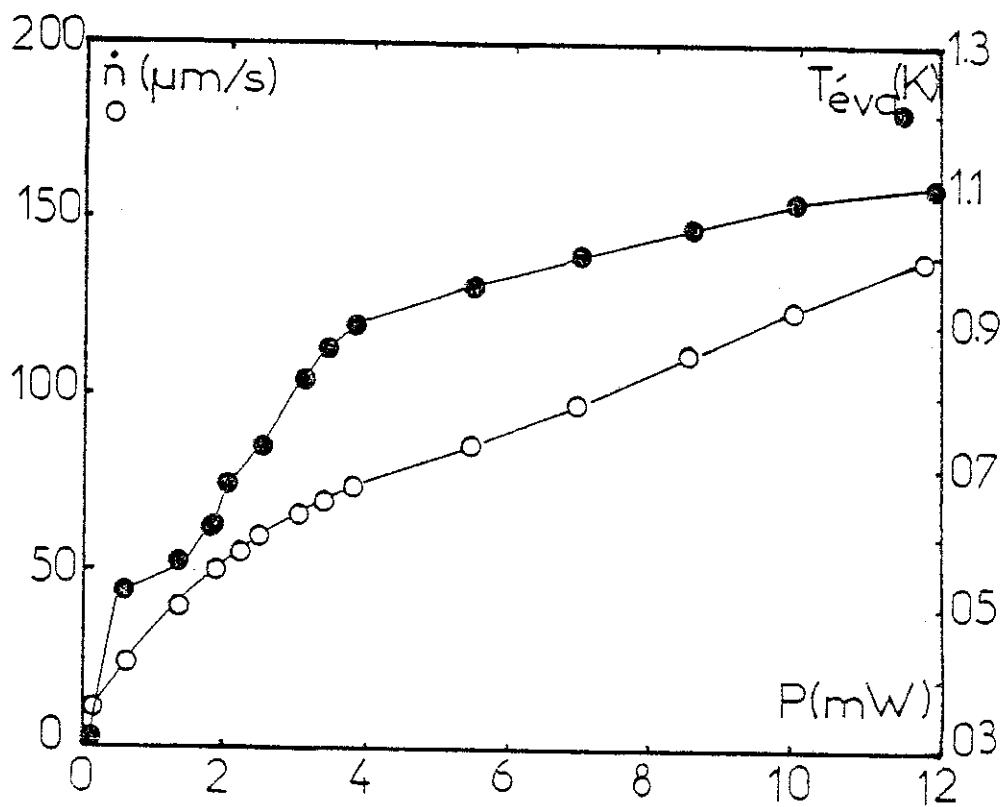


Fig 14: Température de l'évaporateur

III.3.5. Support de la boîte à mélange

Dans le chapitre précédent, nous avons vu que l'évaporateur est situé à côté de la boîte à 1 K. Cela nous oblige à fixer la boîte à mélange à la plaque froide qui est à la température de 1,2 K. Vu la longueur du support (5 cm), cela nous amène une puissance non négligeable.

Notre premier support en nylon nous amenait une puissance de 0,53 μW . Nous en avons réalisé un second en Vespel 22; la puissance n'est plus que de 0,33 μW . Ce second support est très fragile. Nous avons supprimé celui-ci et simplement tenu la boîte à mélange par trois fils de nylon (20/100). La puissance est alors pratiquement nulle.

Bien que la boîte à mélange ne soit pas fixée rigidement, il ne semble pas qu'il y ait un apport d'énergie par vibration, car les performances du réfrigérateur ne sont pas altérées.

III.3.6. Puissance frigorifique

Pour déterminer la puissance frigorifique, nous dissipons dans la boîte à mélange, à l'aide de la résistance de chauffage une certaine puissance. Nous mesurons ensuite la température d'équilibre de la boîte à mélange. Nos résultats sont portés sur la figure 15. La température minimale est obtenue pour une puissance frigorifique nulle. Elle est de 14 mK pour un débit de 45 $\mu\text{moles/s}$. Compte tenu de notre surface d'échange (235 cm^2) et de la résistance de Kapitza ($\alpha = 170 \text{ W/K}^4 \cdot \text{m}^2$), c'est la température prévisible par la formule du chapitre précédent (II.2.3.) :

$$T_{\text{BM}}^2 = \frac{12}{\alpha} \frac{\dot{n}_3}{\sigma} \quad (\dot{Q}_f = 0) \quad \text{unités SI}$$

Nous obtenons bien une loi variant comme le carré de la température. L'écart à cette loi aux basses températures est dû aux puissances parasites. A haute température (800 mK), le réfrigérateur fonctionne comme un appareil à ^3He .

Si nous fermons l'injection (fonctionnement en "un coup"), nous pouvons atteindre environ 8 mK, pendant un temps assez court.

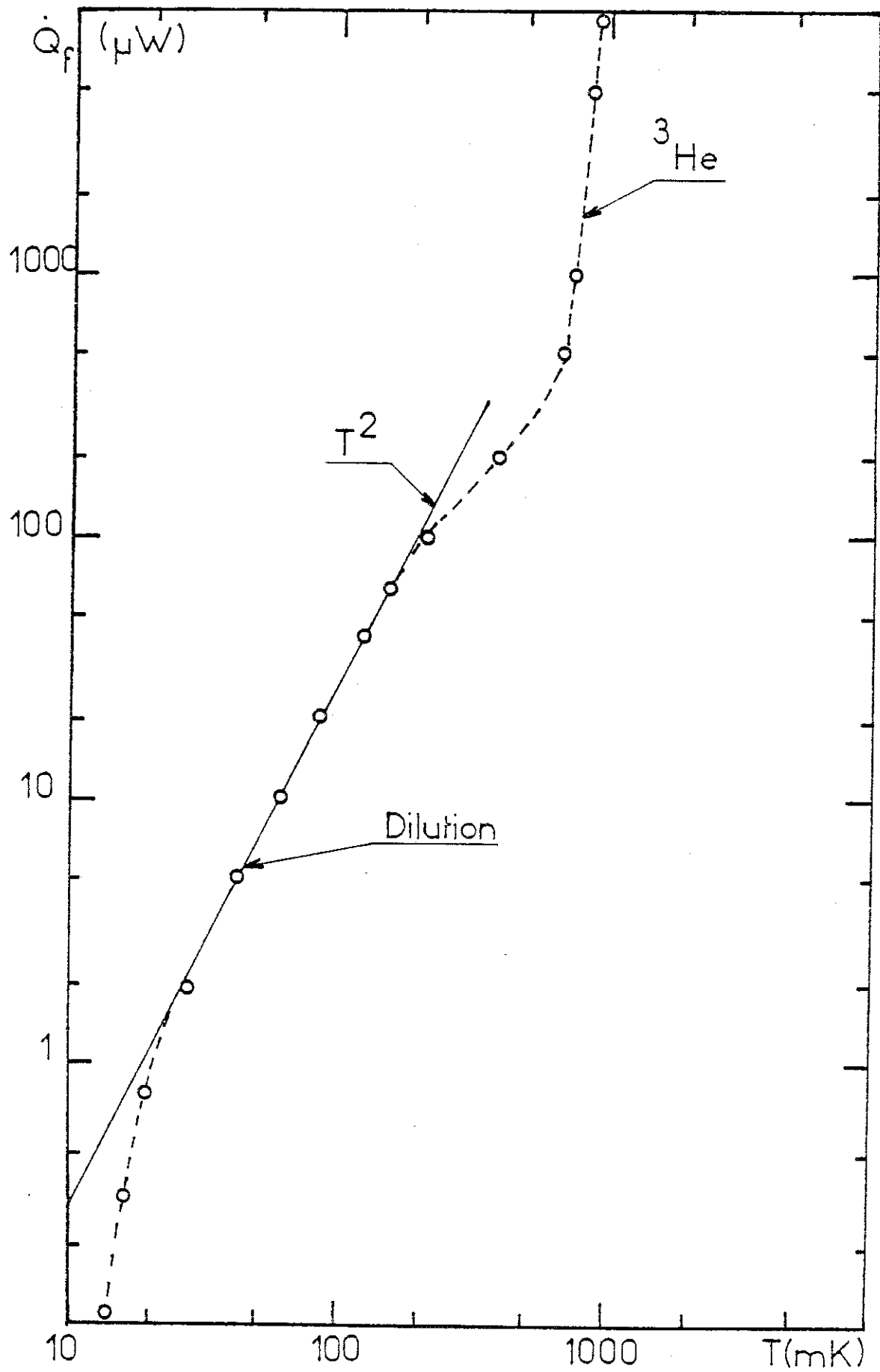


Fig 15: Puissance frigorifique

(un quart d'heure). Une fois l' ^3He pompé, tout se réchauffe car il n'y a plus de production de froid.

III.3.7. Thermalisation de l'échantillon

Nous relient thermiquement l'échantillon à la boîte à mélange à l'aide d'une fuite thermique. Dans la boîte à mélange, un échangeur évacue l'énergie vers la phase diluée.

Nous avons réalisé un premier échangeur avec du cuivre fritté ("poral"). La température minimale atteinte par le porte-échantillon était d'environ 25 mK alors que la boîte à mélange était à 15 mK.

Nous pensons que le poral étant "massique", les échanges de chaleur entre, d'une part les grains eux-mêmes et d'autre part les grains et la tige de cuivre (brasée au poral), chargée de sortir les frigories de la boîte, étaient très mauvais.

Nous avons fabriqué un deuxième échangeur. Celui-ci est décrit au chapitre précédent. Nous l'avons calculé pour qu'à 10 mK, nous puissions évacuer une puissance de 10 nW avec un écart de température de 1 mK.

Pour cela, nous connaissons la résistance de Kapitza de l'argent fritté

$$\rho_K = 4 \cdot 10^{-2} T^{-3} \frac{\text{K}^4 \text{m}^2}{\text{W}}$$

Nos rondelles ont une densité de 5 g/cm^3 et une surface spécifique de $0,1 \text{ m}^2/\text{g}$ (réf. 3). Nous avons un volume de 1 cm^3 ce qui nous donne une surface de $0,5 \text{ m}^2$.

En appliquant la loi de Fourier :

$$Q = K(T) \Delta T \times S$$

nous obtenons bien ce qui était prévu.

Expérimentalement, cet échangeur fonctionne parfaitement bien: échantillon et boîte à mélange sont pratiquement à la même température.

De plus, si nous calculons correctement la fuite thermique entre l'échantillon et la boîte à mélange, nous pouvons travailler entre 15 mK et 7 K.

III.3.8. Pompage du calorimètre

Lorsque nous commençons une manipulation, nous devons thermaliser la boîte à mélange et l'évaporateur à la température de 4 K. Pour ce faire nous mettons du gaz d'échange dans le calorimètre. Le problème qui apparaît alors est qu'il faut ensuite pomper tout ce gaz jusqu'à une pression meilleure que 10^{-5} torr. Or cette opération demande plusieurs heures. Pour diminuer ce temps, nous avons installé une petite pompe à charbon dans le calorimètre. En début de manipulation, nous mettons 3 cm^3 (STP) d'Hélium dans le calorimètre, ce qui correspond à une pression de 10^{-2} torr à 4 K. Nous chauffons alors la pompe afin de laisser cette pression pendant le refroidissement. Puis nous coupons le chauffage et en une demi-heure environ le vide atteint est de 10^{-5} torr.

III.3.9. Temps de refroidissement

Après avoir pompé toute une nuit sur le vide d'isolement, nous pouvons commencer à refroidir vers 8 heures du matin :

- . 8 h : remplissage avec l'azote liquide et mise en route de la circulation gazeuse (prérefroidissement à 77 K).
- . 11 h : transfert de l'hélium liquide.
- . 12 h 30 : pompage du calorimètre ;
- . 13 h : pompage boîte à 1 K et début condensation du mélange $^3\text{He}/^4\text{He}$.
- . 14 h 30 : fin de condensation et début de la circulation de l' ^3He .
- . 22 h : température minimale, environ 15 mK.

Moins de 24 heures sont donc nécessaires au refroidissement. Cela est dû au gain de temps que nous avons obtenu en améliorant le refroidissement à 77 K, et en installant une pompe à charbon dans le calorimètre.

III.4 MESURE DES TEMPERATURES

Nous utilisons en thermométrie soit des résistances (platine, carbone ou semi-conducteurs), soit un sel paramagnétique. Les résistances sont mesurées à l'aide d'un "pont 3 fils" et de deux "ponts 4 fils" (détecteur multifonction).

La susceptibilité du sel est mesurée à l'aide d'un pont de mesure d'inductances mutuelles.

III.4.1. "Pont 3 fils"

Ce type d'appareil fonctionne sur le principe du pont de Wheatstone. La mesure est effectuée en alternatif afin de s'affranchir des parasites et des composantes continues dues aux forces électromotrices thermoélectriques. Le signal est analysé à l'aide d'une détection synchrone calée à la même fréquence que celle du signal d'excitation. Ce pont est également muni d'une régulation en température du type PID (proportionnel, intégrale, dérivée).

Ce pont nous sert à contrôler le bon fonctionnement du réfrigérateur. Un commutateur nous donne accès aux températures suivantes :

- Calorimètre	$T > 77 \text{ K}$	résistance de platine de 100Ω
- Calorimètre	$T < 77 \text{ K}$	carbone 47Ω
- Boîte à 1 K		carbone 47 ou 68Ω
- Evaporateur		carbone 10Ω
- Boîte à mélange		carbone 220Ω coupée (Speer)

Nous pouvons réguler en température le bain d'hélium et la boîte à mélange.

III.4.2. "Pont 4 fils" (réf. 10)

Ce détecteur multifonction mis au point au laboratoire fonctionne sur le principe suivant. Un courant alternatif i est injecté dans un circuit comprenant la résistance à mesurer X et une résistance étalon R . La tension qui apparaît aux bornes de la résistance R est prélevée par un amplificateur différentiel, à haute impédance d'entrée, de gain 1. Le signal entre ensuite dans un amplificateur de gain variable N . La tension de sortie NRi est appliquée après avoir été atténuée d'un facteur A sur une des sorties de la résistance X . Sur l'autre sortie, il apparaît une tension

$$V_s = NARi - Xi$$

qui s'annule pour $N = \frac{X}{AR}$. Cette tension est amplifiée et mesurée à l'aide d'une détection synchrone fonctionnant à la même fréquence que celle du courant i .

Un dispositif permet d'annuler la composante en quadrature due aux capacités parasites des câbles de liaisons.

Ce pont est également équipé d'un étage de régulation du type PID.

Le modèle haute impédance que nous utilisons nous permet de mesurer des résistances de moins d'un ohm jusqu'au Megaohm avec une précision de 2×10^{-4} .

Nous nous servons de ces ponts pour mesurer la température des échantillons à l'aide de résistances de silicium dopé au bore et de germanium.

III.4.3. Pont d'inductance mutuelle (réf. 11)

La susceptibilité magnétique du CMN (Cérium Magnésium Nitrate) suit une loi de Curie jusqu'aux très basses températures. Si nous mesurons la susceptibilité du sel, nous avons donc accès à l'inverse de la température.

Cette mesure se ramène à une détermination d'inductance mutuelle. Pour ce faire, le CMN réduit en poudre (cf. chapitre précédent) est placé dans une bobine, composée d'un primaire et d'un secondaire ; celui-ci est compensé afin de diminuer la composante continue due à l'inductance mutuelle entre le primaire et le secondaire en l'absence de sel. La susceptibilité du CMN est mesurée par une méthode alternative, à l'aide d'un pont également mis au point par le service électronique du laboratoire. Il permet la mesure d'inductance mutuelle allant du nanoHenry à l'Henry avec une précision de 10^{-5} .

Une source de courant, pilotée par un générateur basse fréquence, injecte un courant alternatif dans le primaire de l'inductance. La tension induite au secondaire est directement proportionnelle à la valeur de l'inductance mutuelle. La mesure se résume donc à la détermination précise de cette tension. Elle s'effectue selon une méthode d'opposition. Une tension réglable, au moyen de décades, est appliquée à l'une des bornes du secondaire. Il apparaît sur l'autre la différence des tensions, qui est amplifiée et mesurée à l'aide d'une détection synchrone. Lorsque la tension d'opposition est égale à la tension induite par le primaire, le pont est équilibré. La lecture de l'inductance mutuelle se fait directement sur la boîte de decade. La composante en quadrature peut être annulée soit manuellement, soit automatiquement.

La susceptibilité paramagnétique χ du CMN est reliée à l'inductance M par la formule suivante (réf. 12) :

$$M = 16 \pi^2 n_s n_p V \chi f_s f_p \quad \text{en unités uem cgs}$$

f_s et f_p sont des facteurs géométriques :

$$f_s = \frac{\ell}{(b_s^2 + \ell^2)^{1/2}} + \frac{1}{2} \frac{d_1 + \ell}{[b_x^2 + (d_1 + \ell)^2]^{1/2}} - \frac{1}{2} \frac{d_1 + 3\ell}{[b_s^2 + (d_1 + 3\ell)^2]^{1/2}}$$

et

$$f_p = \frac{1}{2} \left\{ \frac{d_2 + \ell}{[b_p^2 + (d_2 + \ell)^2]^{1/2}} + \frac{d_1 + d_2 + 3\ell}{[b_p^2 + (d_1 + d_2 + 3\ell)^2]^{1/2}} \right\}$$

Dans notre cas, nous avons :

$$\ell = 4,2 \text{ mm}$$

$$b_s = 4,5 \text{ mm}$$

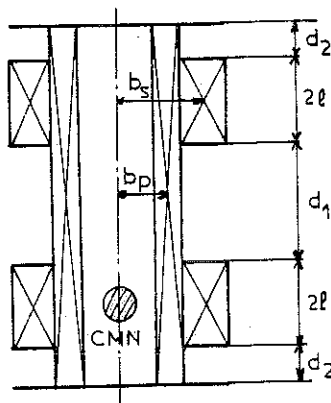
$$b_p = 3,7 \text{ mm}$$

$$d_1 = 1,1 \text{ mm}$$

$$d_2 = 0$$

$$n_s = 1\,152 \text{ spires/cm}$$

$$n_p = 293 \text{ spires/cm}$$



ce qui nous donne :

$$f_s = 0,86 \text{ et } f_p = 0,59$$

La constante de Curie du CMN vaut $0,83 \times 10^{-3}$ uem cgs. Nous assimilons notre sel à une sphère, en fait c'est un cylindre de hauteur égale à son diamètre. Le volume V est de $0,098 \text{ cm}^3$.

La mutuelle inductance s'écrit donc :

$$M = \frac{2,2}{T} \mu\text{H} \quad \text{avec } T \text{ en Kelvin.}$$

Nous avons étalonné notre sel entre 1,3 K et 2 K. Pour cela, après avoir mis du gaz d'échange dans le calorimètre, nous pompions sur le bain d'hélium. La mesure de la pression de vapeur saturante nous permet de déterminer avec précision la température du bain. La détermination de la pression se fait à l'aide d'un manomètre à huile.

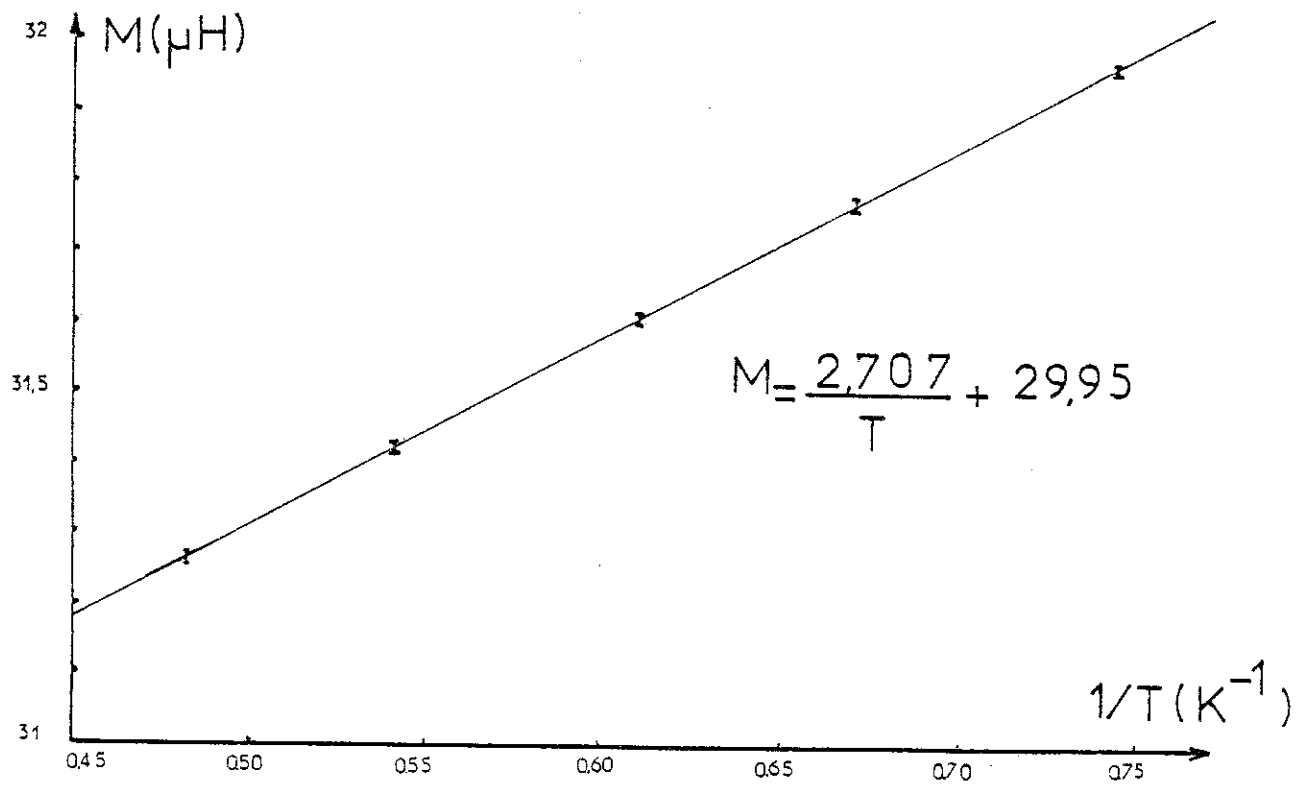


Fig16: Etalonnage de la mutuelle

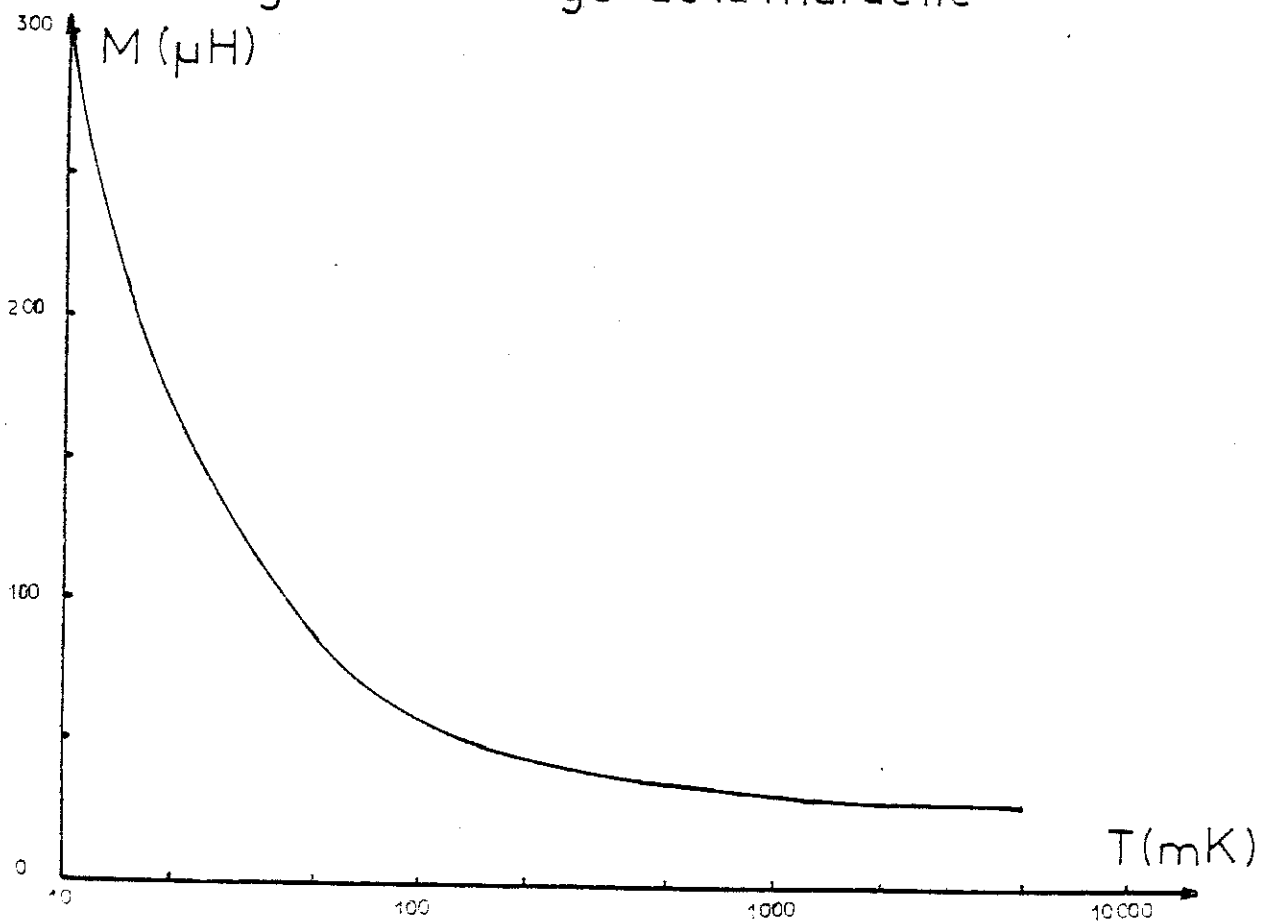


Fig17: Loi de la mutuelle

Nos résultats sont portés sur la figure 16. Notre loi s'écrit :

$$M = \left(\frac{2,707}{T} + 29,95 \right) \mu H \quad \text{avec } T \text{ en K.}$$

La courbe de la figure 17 représente la variation de la mutuelle en fonction de la température.

A l'aide de cet étalonnage, nous avons pu déterminer les caractéristiques de nos thermomètres. Nous donnons sur la figure 18 un récapitulatif de nos mesures pour différents thermomètres.

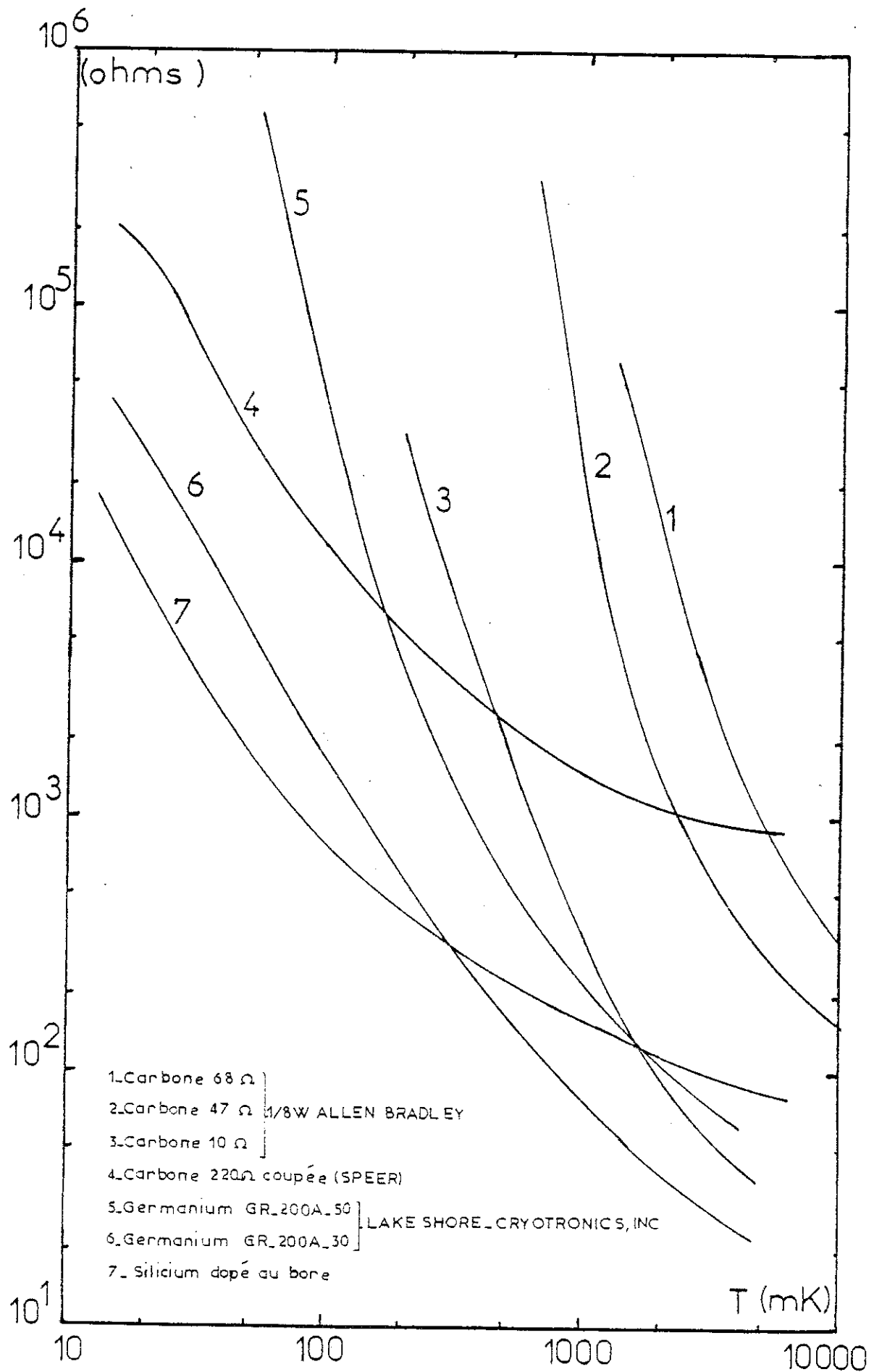


Fig 18: Etalonnage des thermomètres

C H A P I T R E I V

LES PICOVOLTMETRES A HACHEUR SUPRACONDUCTEUR

IV.1 . INTRODUCTION

Ce dispositif original de mesure de tensions continues a fait l'objet du travail de thèse Docteur-Ingénieur de Yong N.G. TONG (réf. 13) au laboratoire. Son mémoire donne toutes les explications nécessaires à la compréhension et à l'adaptation du système de mesure.

Il est beaucoup plus difficile de mesurer une tension continue très faible qu'une tension sinusoïdale de même amplitude, car on peut toujours s'affranchir des tensions parasites, en utilisant une détection synchrone. Dans le cas d'une tension continue, toutes les f.e.m. s'ajoutent (par exemple, les f.e.m. thermoélectriques), ce qui masque la tension à mesurer.

Il est donc très intéressant de hâcher les signaux continus.

L'originalité du dispositif que nous utilisons est le moyen mis en oeuvre pour assurer la modulation du signal. Le passage de l'état supraconducteur à l'état résistif du hacheur est commandé par le rayonnement électromagnétique de diodes électroluminescentes. Nous éliminons ainsi tout effet de couplage entre le circuit de mesure et le circuit de commande, ce qui n'est pas le cas lorsque la transition est obtenue à partir soit de chauffages, soit de champs magnétiques.

La sensibilité d'un tel dispositif atteint 4×10^{-15} V qui est comparable à celle d'un SQUID. L'avantage de notre système est qu'il nous permet de travailler avec des résistances de source importante (1 kilo ohm) ce qui n'est pas le cas du SQUID. D'autre part, notre picovoltmètre travaille en statique, alors que le SQUID qui est un magnétomètre ne mesure que des variations de courant.

IV.2 DESCRIPTION DU HACHEUR

Le hacheur est donc du type supraconducteur. Il est composé de quatre éléments supraconducteurs disposés en pont (fig. 19).

A l'état normal, la résistance des branches est très élevée. Le passage de l'état supraconducteur à l'état normal se fait par chauffage, à l'aide d'ondes électromagnétiques, produites alternativement par deux diodes électroluminescentes, éclairant chacune deux branches opposées du pont.

Le circuit de commutation est gravé dans une couche mince de Nitrure de Nobium (fig. 20). La couche est obtenue par pulvérisation cathodique et le dessin est réalisé par une méthode de photogravure. Le substrat est une plaque de verre de dimensions $18 \times 12 \times 0,7$ mm. La composition de la couche et son épaisseur ont été déterminées de telle façon que la température critique soit d'environ 6 K et que la résistance à l'état normal soit élevée. Cela conduit à un rapport N/Nb égal à 1,4 et une épaisseur de 500 à 1 000 Å.

Nous pouvons résumer les avantages de ce hacheur :

- le bruit du hacheur est faible car la résistance parallèle est élevée, ce qui permet en outre une impédance de source élevée ;
- la commutation du signal est double (montage en pont). Il n'y a donc pas de composante continue ;
- la vitesse de commutation est très élevée, car la couche a une faible capacité thermique ;
- il n'y a pas de couplage entre le circuit de commande et le circuit de mesure .

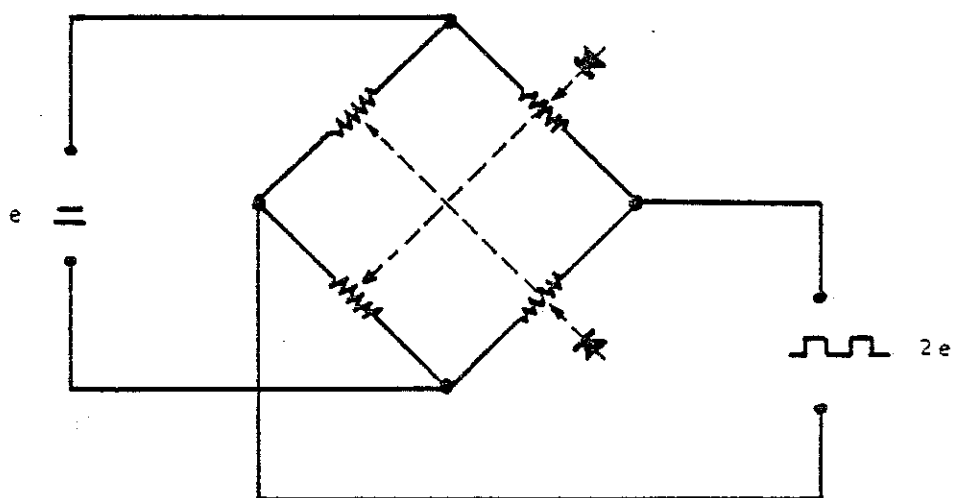


Fig19: Principe du hacheur

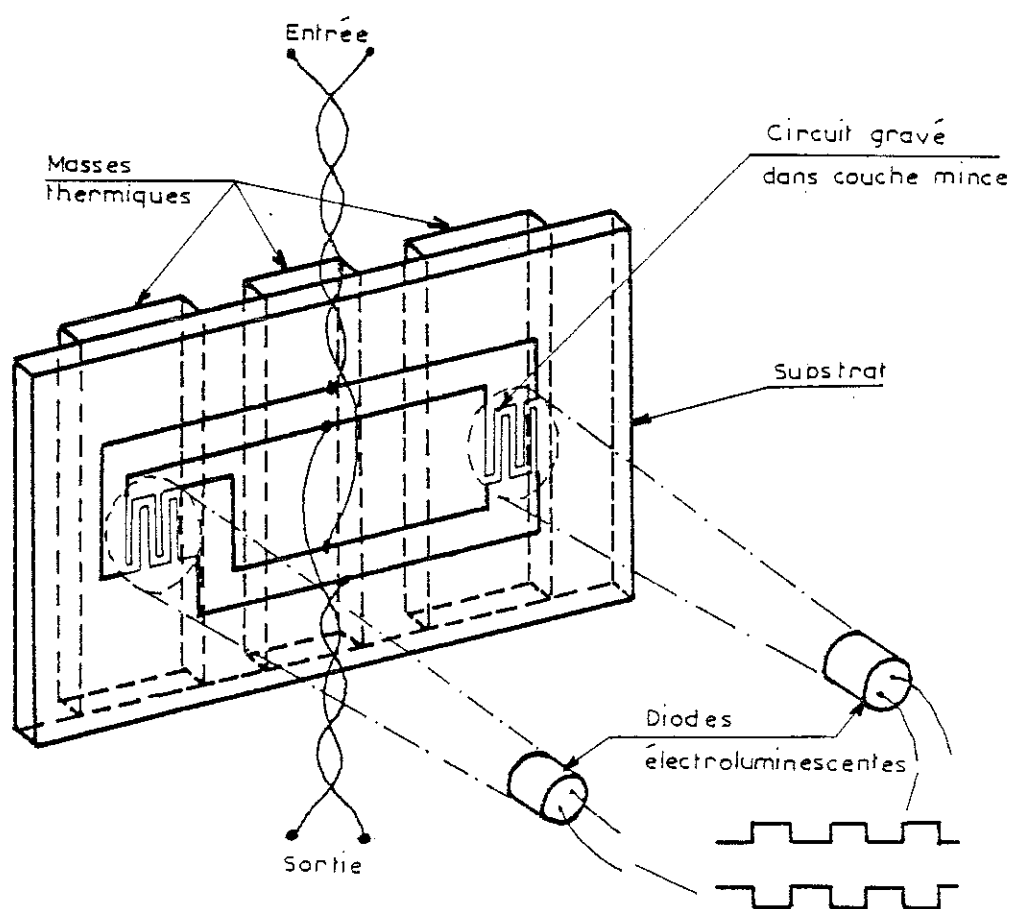


Fig 20: Circuit du hacheur

Une fois le signal haché, il est amplifié à l'aide d'un transformateur ayant un rapport de spires entre le primaire et le secondaire élevé. Ce rapport de transformation permet l'adaptation d'impédance avec la source. A la sortie du cryostat, un préamplificateur remonte le niveau du signal. Nous trouvons ensuite une détection synchrone calée sur la fréquence de commutation des diodes électroluminescentes. Le schéma synoptique du picovoltmètre est représenté sur la figure 21. Un système de contre-réaction permet la mesure de tensions en s'affranchissant des variations de gain de l'amplificateur. Celui-ci travaille alors en détecteur de zéro. Nous injectons un courant dans une résistance, ce qui crée une contre-tension. On peut ainsi annuler le signal.

L'étage d'entrée du préamplificateur est constitué d'un transistor à effet de champ. Si ce transistor est placé dans l'hélium liquide, le bruit est divisé d'un facteur 3. Il est alors nécessaire de chauffer le FET, pour l'amorcer, pendant quelques secondes. Ensuite, il dégage suffisamment d'énergie pour s'auto-réguler en température.

La partie basse température du hacheur est représentée à la figure 22. Nous y retrouvons tous les éléments décrits plus hauts :

- le hacheur proprement dit avec ses deux diodes,
- le transformateur,
- le FET et son chauffage,
- la résistance de contre-réaction.

Le transformateur doit avoir une impédance élevée à la résonance ($> 30 \text{ M}\Omega$) avec une perméabilité aussi grande que possible. Différents noyaux ont été essayés et celui qui a été retenu est fabriqué par la Vacuumschmelze (réf. 14). L'alliage qui constitue le tore s'appelle Cryoperm 10. Le secondaire est constitué de 25 000 spires, le nombre de spires du primaire est à adapter en fonction de la résistance de source.

Les diodes électroluminescentes doivent fonctionner dans l'hélium liquide. Elles doivent donc supporter les cyclages thermiques. D'autre part, il faut qu'elles aient un rendement aussi élevé que possible. Le choix s'est porté sur des diodes émettant dans l'infrarouge ($\lambda = 940 \text{ nm}$).

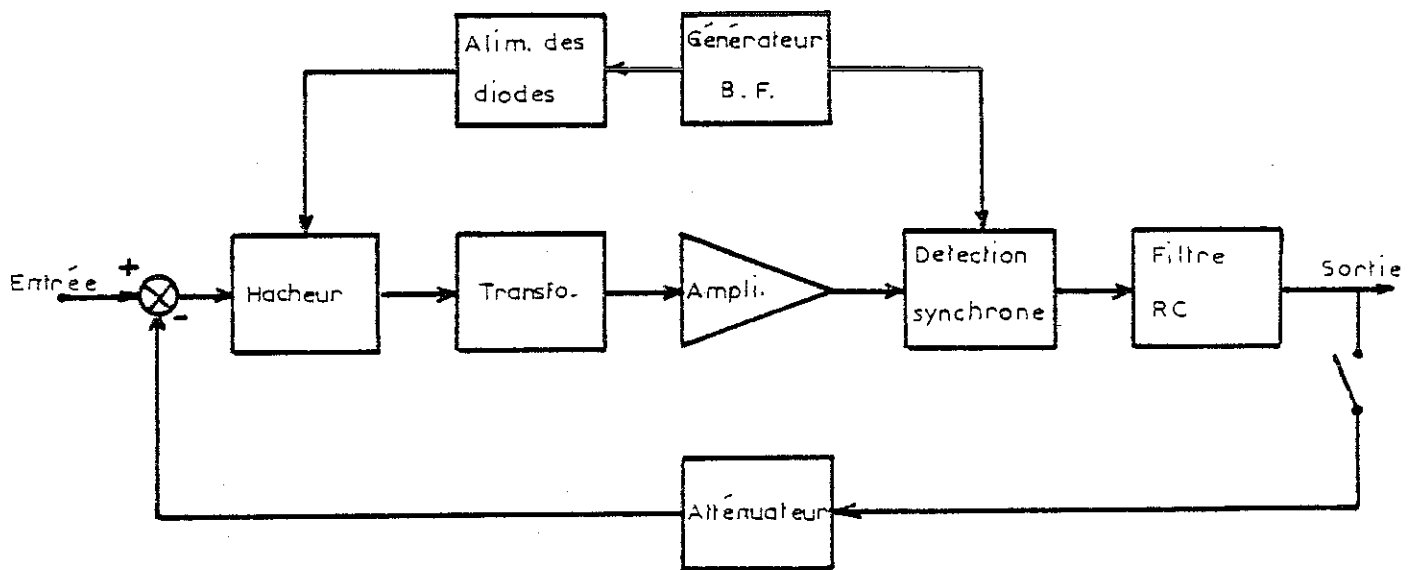


Fig 21 : Schéma synoptique du Picovoltmètre

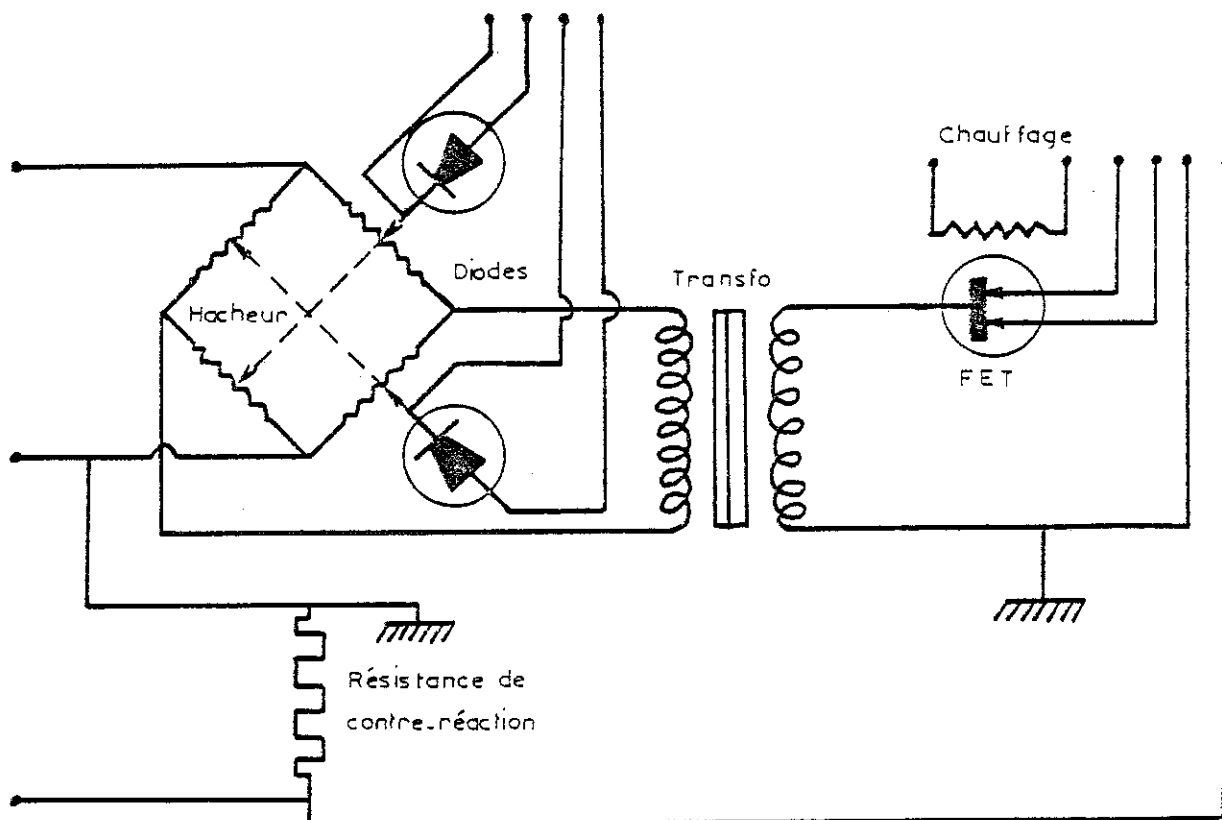
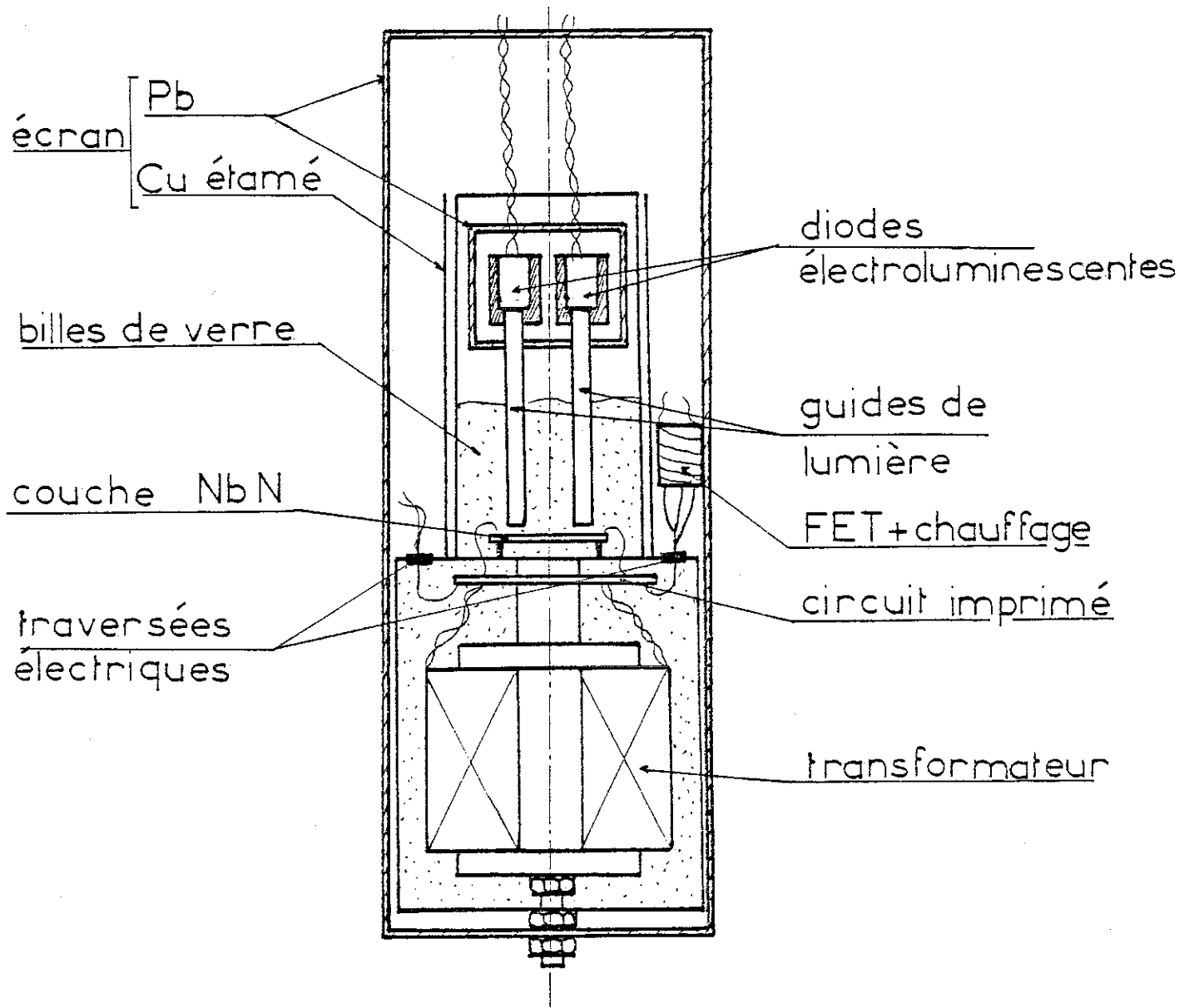


Fig 22 : Partie basse température du hacheur

Celles qui ont été retenues portent la référence ASEA-HAFO 1A83. L'onde électromagnétique émise est canalisée vers la couche supraconductrice par des guides optiques. Ils assurent en plus une bonne répartition du flux lumineux et éloignent les diodes du hacheur ce qui réduit le couplage entre le circuit de commande et le circuit de mesure. Ils sont simplement constitués par des barreaux de verre à section carrée de 2,5 x 2,5 mm et de 35 mm de longueur.

Le tout est monté dans un boîtier en cuivre muni d'ouïes afin que l'hélium puisse pénétrer (fig. 23). Pour éviter la formation de bulles dans l'hélium, et pour immobiliser correctement les fils électriques et le transformateur, l'enceinte est remplie de billes de verre (utilisées normalement pour le sablage) d'un diamètre de 30 μ m. Les diodes sont munies d'un écran en plomb. Un second écran constitué d'un treillis en cuivre étamé entoure la partie supérieure du hacheur. L'ensemble est enfin placé dans un cylindre de plomb recouvert d'un métal amorphe (Metalglass) tissé. Tous les câbles sont bien entendu blindés. Les fils de mesure sont en constantan étamés et torsadés entre eux.



Echelle ≈ 1

Fig 23: Coupe schématique du hacheur

IV.3 REGLAGE DES HACHEURS

IV.3.1. Mutuelle d'étalonnage

Nous avons placé sur les circuits de mesure des deux hacheurs que nous utilisons une inductance mutuelle commune (fig. 24). De cette façon, nous pourrions comparer avec précision le comportement des deux hacheurs.

Cette mutuelle est constituée d'un primaire comportant 475 spires de Cu 7/100 et d'un secondaire de 10 spires de fils supraconducteur Niomax 5,5/100. Nous avons mesuré à 4,2 K son inductance mutuelle : elle vaut 10,206 μH .

Le secondaire étant supraconducteur, la résistance de source vue par le hacheur n'est pas augmentée.

Cette bobine est placée dans un container en plomb. Ainsi elle ne voit pas les variations du champ magnétique externe.

Si on injecte un courant $i(t)$ au primaire, de forme triangulaire à très basse fréquence ($f \sim 0,05 \text{ Hz}$) et d'amplitude crête à crête I , on a au secondaire une tension $e(t)$ de forme rectangulaire et d'amplitude $4 M I f$, M étant la valeur de l'inductance mutuelle (fig. 25).

IV.3.2. Adaptation de l'impédance de source

Le rapport signal sur bruit du hacheur supraconducteur est maximal si l'impédance de source ramenée à l'entrée du préamplificateur est égal à Z_a (rapport de la tension de bruit sur le courant de bruit du préamplificateur). Si le FET est placé à la température ambiante, cette caractéristique du préamplificateur vaut 200 $k\Omega$.

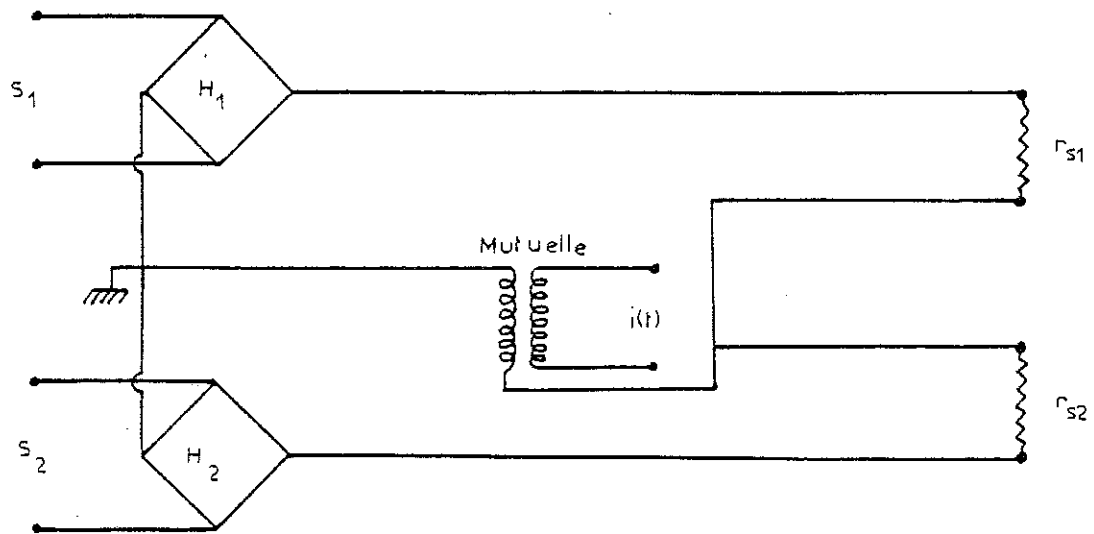


Fig 24: Mutuelle d'étalonnage

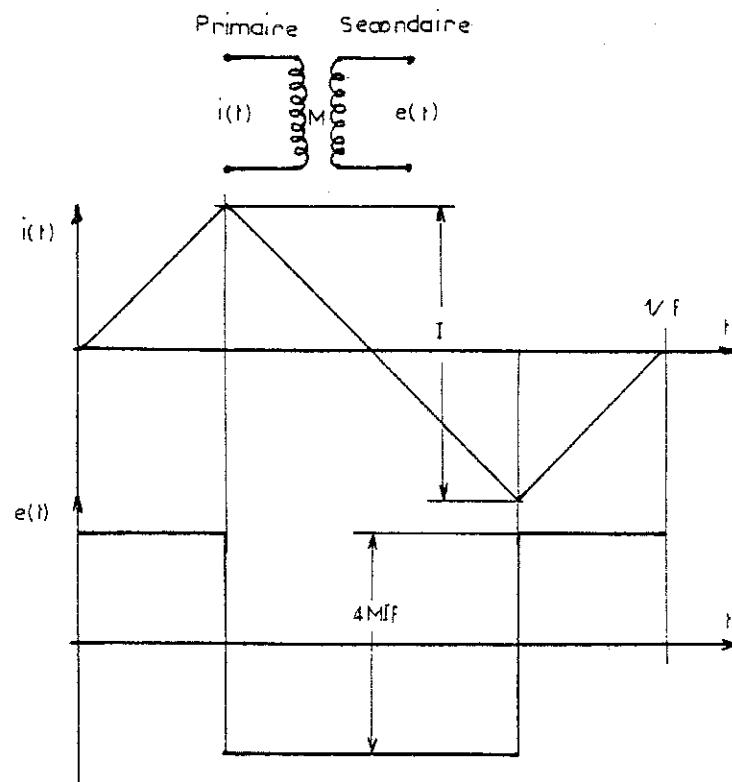


Fig 25: Signal d'étalonnage

Nous devons mesurer des signaux provenant de thermocouples.
 Les résistances de sources seront typiquement de l'ordre de $5 \times 10^{-2} \Omega$.
 Nous pouvons calculer le rapport de transformation optimal :

$$n_o^2 r_s = Z_a$$

ce qui nous conduit, compte tenu du fait que le transformateur possède 25 000 spires au secondaire, à mettre 13 spires au primaire.

IV.3.3. Réglage des courants diodes

Il faut d'une part régler l'intensité des courants et d'autre part les durées de l'état normal.

a) Réglage du courant :

Deux paramètres sont à ajuster : la fréquence et l'amplitude du courant.

Au-delà de 100 Hz, la couche supraconductrice ne suit plus thermiquement, car le temps de montée en température n'est plus négligeable devant le temps de commutation. Ce retard introduit un déphasage entre la tension alternative à la sortie du hacheur et le courant diode. Ce déphasage est récupéré par le réglage de la phase de la détection synchrone.

Nos deux hacheurs travaillent à des fréquences de 35 et 38 Hz. Elles sont légèrement différentes afin d'éviter les phénomènes de battement.

Si l'amplitude du courant diode est trop faible, la transition ne sera que partielle car la température maximale atteinte par la couche n'est pas suffisante pour la rendre totalement résistive. Par contre, si le courant est trop fort, la couche restera résistive même après la coupure du courant, car le temps de refroidissement devient trop long.

Nous voyons donc apparaître un optimum de fonctionnement tant en fréquence qu'en amplitude de courant.

Pour une fréquence de 40 Hz environ et un courant de 60 mA, le fonctionnement est correct. Le temps de montée en température est de l'ordre de 3 ms et le temps de descente de 1 ms.

On peut diminuer le retard à la commutation et par conséquent le déphasage du signal de sortie en modifiant la forme du courant diode. On déforme celui-ci de façon à augmenter son amplitude en début de commutation.

b) Réglage des durées de l'état normal :

Celles-ci sont réglées de façon à ce qu'il y ait un léger recouvrement (quelques pour cent), c'est-à-dire que pendant un court instant les quatre éléments du pont seront résistifs. Ainsi il ne peut y avoir de courant piégé dans la couche supraconductrice, ce qui induirait une tension de décalage à la sortie du transformateur.

Pour effectuer ce réglage, on injecte à l'aide de la mutuelle, une tension alternative soit triangulaire, soit sinusoïdale, suffisamment élevée pour rendre l'observation à l'oscilloscope à la sortie du préamplificateur possible. Les oscillogrammes obtenus sont représentés sur la figure 26.

IV.3.4. Réglage de la phase de la détection synchrone

Les deux principales sources du déphasage du signal de sortie par rapport au signal de commande sont le retard à la commutation de la couche et le fait qu'on ne travaille pas exactement à la fréquence de résonance du transformateur.

Le déphasage dû à la résonance varie avec la résistance de source. On peut recaler cette résonance en disposant des

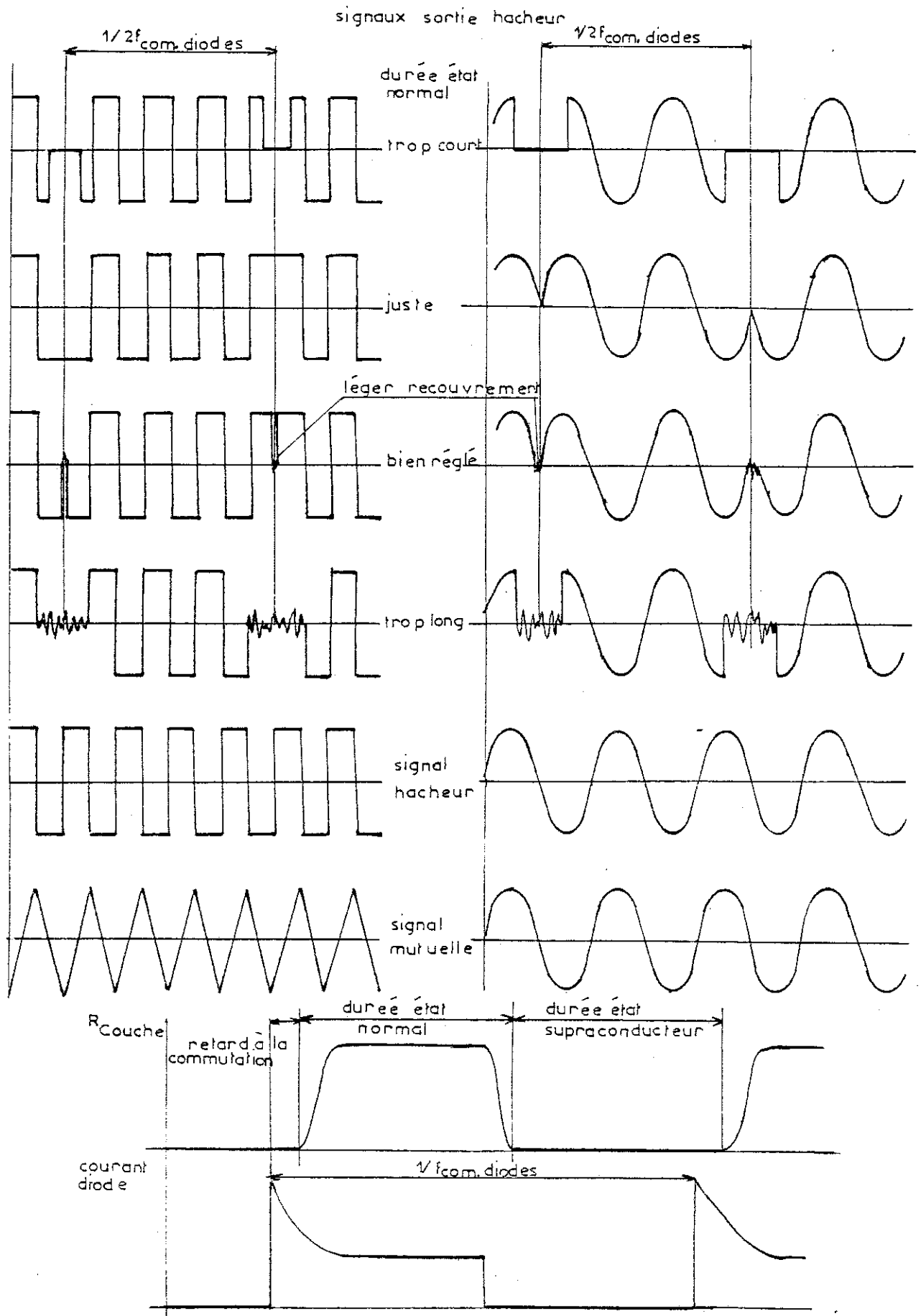


Fig 26 : Oscillogrammes

capacités sur le circuit de mesure. Cette solution n'est pas envisageable car elle est beaucoup trop contraignante. Il est en effet beaucoup plus aisé de régler la phase au niveau de la détection synchrone, car ce réglage s'effectue à l'extérieur du cryostat.

Vu les impédances de source que nous utilisons ($\sim 5 \times 10^{-2} \Omega$), ce réglage n'est pas très critique. Il a donc été effectué une fois pour toute.

IV.3.5. Réglage du gain

Bien que le gain soit maximum à la résonance, le hacheur peut fonctionner correctement dans une large gamme de fréquences.

Ceci est dû au fait que l'impédance d'entrée du transformateur est grande devant l'impédance de source. Dans notre cas, nous pourrions travailler entre quelques Hz et un kHz.

Il suffit donc d'étalonner l'appareil en gain. Pour cela, nous utilisons la mutuelle placée sur le circuit de mesure. Nous pouvons ainsi à tout moment vérifier le gain de nos deux picovoltmètres, pour un même signal d'excitation. Nous effectuons ce réglage avec un générateur basse fréquence délivrant à 0,05 Hz une tension triangulaire de 20 V crête à crête. Ce générateur débitant sur une résistance de 1 000 Ω nous donne un signal de 40 nV crête à crête au niveau des hacheurs. Nous sommes actuellement en train de construire une rampe de courant de précision (10^{-5}), ce qui nous permettra d'ajuster de façon plus précise les gains de nos deux picovoltmètres.

Pour une même impédance de source, nous avons noté des variations de gain, d'une manipulation à l'autre, importantes (10 %). Nous pensons que cela provient des courants piégés dans les différents écrans de plomb. Ces variations ne sont pas gênantes dans la mesure où nous avons accès en permanence au gain.

IV.3.6. Essais en court-circuit

C'est la première fois que les picovoltmètres sont incorporés à une technique de mesure. Aussi les résultats prometteurs obtenus dans des conditions optimales de fonctionnement demandaient à être vérifiés. Les hacheurs ont été mis au point sur un petit cryostat à hélium IV. La sensibilité alors obtenue était de 4×10^{-15} volt pour une résistance de source nulle.

Dans notre cas, le circuit de mesure est très long (distance entre les hacheurs et l'échantillon). Nos fils ne peuvent être tenus mécaniquement correctement. Ils ont donc la possibilité de vibrer dans le champ magnétique terrestre. Nous avons dû blinder totalement le calorimètre car toute approche d'objets magnétiques perturbait considérablement le fonctionnement des hacheurs. Ce blindage a été réalisé en plomb. Il recouvre entièrement le calorimètre et baigne dans l'hélium liquide.

Les fils de sortie des hacheurs sont en constantan étamés jusqu'à la boîte à 1 K. Ensuite, pour rejoindre la boîte à mélange, ils sont constitués de Niomax (5,5/100). De même, entre la boîte à mélange et les échantillons, les fils sont torsadés sur toute leur longueur (40 cm).

Un essai en court-circuit (au niveau de la boîte à mélange) nous a permis d'évaluer le bruit de nos hacheurs. La mesure a été effectuée à l'aide d'un voltmètre efficace vrai branché à la sortie de la détection synchrone. Nous avons relevé un bruit inférieur à 0,1 pV RMS avec une constante de temps de 30 s et un bruit de 0,7 pV RMS avec une constante de temps de 1 s.

Dans la pratique, nous aurons à mesurer des tensions sur des résistances de source de l'ordre de 5×10^{-2} Ohm. Une deuxième limitation interviendra alors. C'est le bruit propre de la résistance de source. Ce bruit est donné par la formule de Nyquist :

$$\bar{e} = \sqrt{4 kT r_s \Delta f}$$

k = constante de Boltzmann : $1,374 \times 10^{-23}$ Joule/K

T = température

r_s = impédance de source

Δ_f = bande de fréquence.

A 100 mK, avec une résistance de source de $5 \times 10^{-2} \Omega$, ce bruit propre s'élève à $0,5 \text{ pV}/\sqrt{\text{Hz}}$.

Dans nos conditions expérimentales, nous pouvons donc envisager la mesure de tensions de l'ordre du picovolt. Cette résolution est principalement limitée par le bruit de la résistance de source et non par le hacheur lui-même. Il faut fixer correctement les fils de mesure, afin de diminuer le bruit.

Nous nous sommes aperçus que le montage est très sensible au bruit microphonique. Il faut donc prendre soin d'isoler le cryostat des vibrations extérieures.

Pour des mesures statiques, le bruit sera avantageusement diminué par des filtres disposés à la sortie de la détection synchrone.

CHAPITRE V

ETALONNAGES DES THERMOCOUPLES

V.1 INTRODUCTION

Le but de notre appareillage est la mesure de chaleurs spécifiques par une méthode différentielle. Nos deux picovoltmètres servent à détecter des écarts de températures. Pour cela, nous mesurons les tensions qui apparaissent aux bornes de thermocouples.

Dans le principe, il n'est pas nécessaire de connaître l'étalonnage des thermocouples. Cependant, la résolution de la mesure est fixée par le pouvoir thermoélectrique des thermoéléments que nous allons utiliser. Afin de connaître les performances envisageables avec notre appareillage, nous avons donc mesuré le pouvoir thermoélectrique de différents matériaux.

La thermoélectricité se manifeste sous trois aspects (réf.15) :

- l'effet Seebeck,
- l'effet Peltier,
- l'effet Thomson.

Le passage d'un courant dans un matériau soumis à un gradient de température (effet Thomson), ou dans une jonction de deux matériaux différents (effet Peltier) se traduit par une absorption ou un dégagement de chaleur (suivant le sens du courant).

L'effet qui nous intéresse est l'effet Seebeck. Un matériau A soumis à un gradient de température voit apparaître une tension thermoélectrique à ses bornes. La mesure de cette tension s'effectue en fermant le circuit électrique à l'aide d'un second matériau B et d'un voltmètre. La tension lue est fonction du gradient de température et de la nature des matériaux formant le thermocouple (A,B). On définit alors le coefficient de Seebeck relatif S_{AB} à ce couple, de la façon suivante:

$$S_{AB} = \lim_{\Delta T \rightarrow 0} \frac{V_{AB}}{\Delta T} = S_A - S_B$$

S_A et S_B sont les coefficients de Seebeck absolus des matériaux A et B.

Si l'on considère que le pouvoir thermoélectrique S est constant dans une certaine plage de température, on peut écrire :

$$S\Delta T = V$$

Plus le coefficient de Seebeck est élevé, la résolution en tension étant fixée par l'appareillage de mesure (picovoltmètre), plus on pourra détecter un faible écart de température. De plus le pouvoir thermoélectrique tend vers zéro avec la température, il en sera donc de même pour la finesse de nos mesures.

Il est donc très important de choisir des matériaux ayant un pouvoir thermoélectrique aussi grand que possible. D'autre part, il faut que le signe du coefficient de Seebeck soit constant dans la gamme de température qui nous intéresse (15 mK à 7 K).

Nous ne voulions pas faire une étude systématique qui aurait été longue et fastidieuse, mais utiliser des matériaux connus et commercialisés. C'est pourquoi notre choix s'est fixé sur des alliages d'or et de fer, qui grâce à l'effet Kondo (réf. 16 et 17) possèdent des pouvoirs thermoélectriques "géants" à basse température. De plus, il existe commercialement de tels alliages avec des concentrations en fer variable et sont manufacturés sous forme de fils isolés, ce qui rend leur emploi facile.

Le deuxième élément du thermocouple sera un fil supraconducteur (Niomax). Celui-ci ne possédant pas de pouvoir thermoélectrique en dessous de sa température critique, nous aurons directement accès au pouvoir thermoélectrique absolu de l'Au-Fe.

V.2 DISPOSITIF EXPERIMENTAL

V.2.1. Principe de la mesure (réf. 23)

Le principe de la mesure est le suivant. On crée un écart de température ΔT aux bornes du thermoélément, il apparaît alors à ses bornes une tension thermoélectrique que nous mesurons à l'aide d'un picovoltmètre décrit au chapitre précédent. Le pouvoir thermoélectrique est alors donné par le rapport de cette tension et du gradient ΔT :

$$S(T) = \frac{V(T)}{\Delta T}$$

Le problème principal de cette mesure est l'évaluation de l'écart de température ΔT . Afin de minimiser les erreurs dues aux étalonnages des thermomètres, nous mesurons tout d'abord la conduction thermique du support des thermocouples par une méthode classique à deux thermomètres. L'un sert à réguler la température, l'autre mesure le gradient de température créé par une puissance Q dissipée à l'extrémité du support.

Nous savons que la conduction thermique d'un métal suit une loi de la forme :

$$K(T) = AT + BT^2$$

dans le domaine de température où nous effectuons nos mesures.

Par une méthode des moindres carrés, nous déterminons alors cette loi. L'écart de température ΔT qui intervient dans le calcul du pouvoir thermoélectrique sera alors évalué à l'aide de la loi de Fourier, connaissant la conduction thermique $K(T)$, la géométrie du système (S , section du support ; l , longueur séparant les extrémités du thermocouple) et la puissance dissipée.

$$\dot{Q} = K(T) \Delta T \frac{S}{l}$$

V.2.2. Description du porte-échantillon

Disposant de deux picovoltmètres, nous pouvons étalonner deux thermocouples par manipulation.

Nous pouvons voir sur la figure 27 une coupe schématique du porte-échantillon. Il est principalement constitué d'une platine en cuivre qui supporte une tige en laiton sur laquelle sont disposés les thermomètres T_H et T_B , les deux thermocouples et la résistance de chauffage Ch_B (jauge de contrainte 350 Ω). Un écran protège l'ensemble du rayonnement thermique.

Le thermomètre T_H associé au chauffage Ch_H (jauge de contrainte 350 Ω) placé sur la platine de cuivre assure la régulation en température à l'aide d'un "pont 4 fils".

Le thermomètre T_B seul détermine le gradient de température créé par le chauffage Ch_B , la température du thermomètre T_H restant constante grâce à la régulation.

Le chauffage Ch_B est câblé en "quatre fils", ce qui permet de mesurer la tension à ses bornes, et connaissant le courant délivré par une source de courant de calculer la puissance dissipée.

Le porte-échantillon est relié à la boîte à mélange de notre réfrigérateur à dilution par une fuite thermique. Il est suspendu par un ressort, ce qui l'isole mécaniquement du montage et le préserve des vibrations ; la fréquence de résonance de l'ensemble est de l'ordre de 3 Hz.

Les thermomètres que nous utilisons sont élaborés à partir de Silicium dopé au bore (réf. 18). Ils ont été étalonnés par rapport à la loi de Curie d'un sel paramagnétique (CMN).

Il nous faut évaluer les fuites thermiques; d'une part, celle qui relie le porte-échantillon à la boîte à mélange et d'autre part celle constituée par le support des thermocouples.

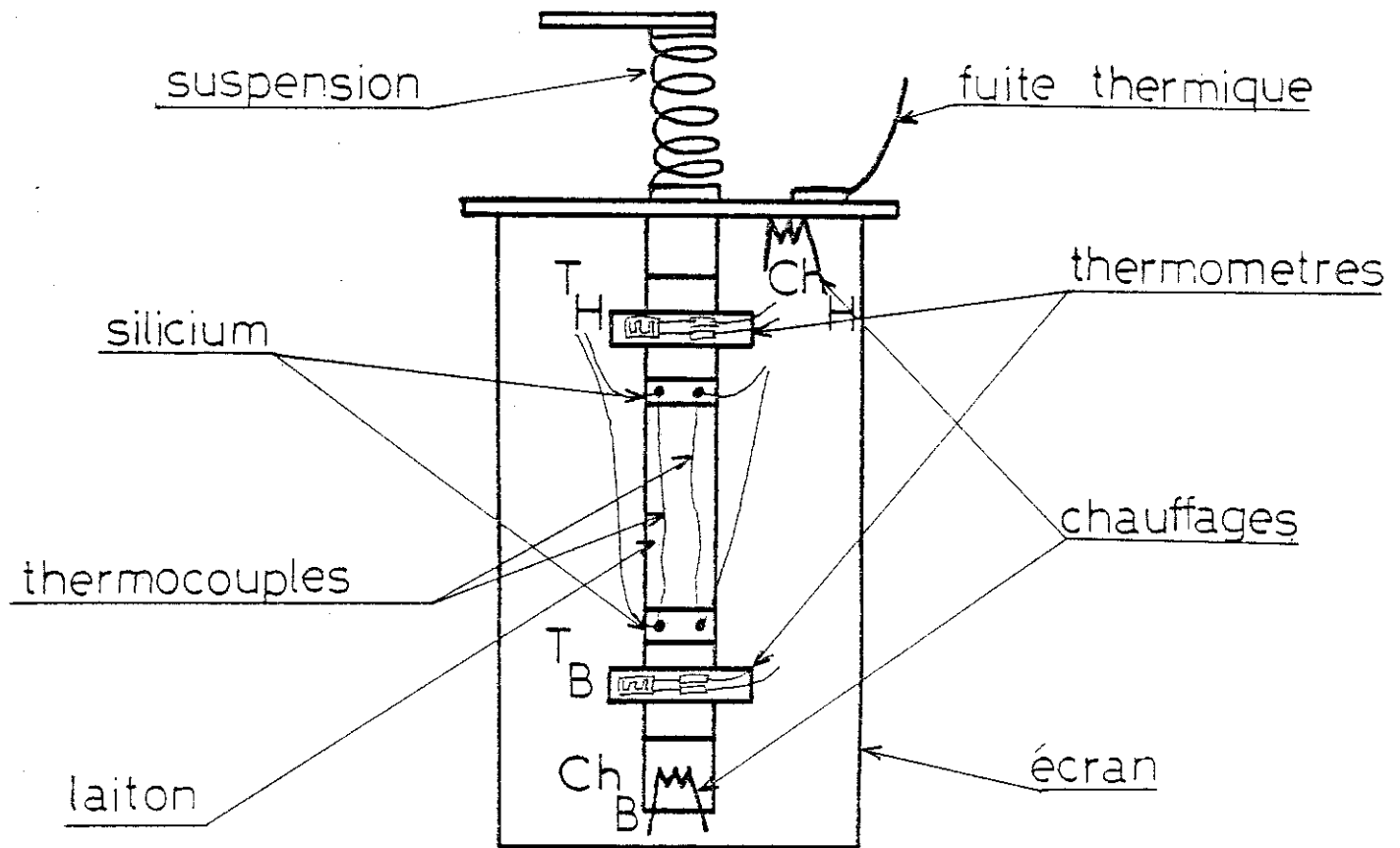


Fig27: porte_échantillon

a) Fuite thermique reliant le porte-échantillon à la boîte à mélange :

Nous voulons pouvoir effectuer des mesures jusque 7 K tout en gardant la boîte à mélange à une température de 1 K. Cette liaison doit être suffisamment souple afin de ne pas contrarier les propriétés élastiques du ressort. Nous utiliserons donc du cuivre multifilamentaire recuit.

Si la boîte à mélange est à 1 K, nous disposons d'une puissance frigorifique de l'ordre de 50 mW. Nous pouvons donc dissiper sans problème 20 mW.

Appliquons maintenant la loi de Fourier à la fuite thermique :

$$\Delta Q = K(T) \frac{S}{\ell} \Delta T \quad \text{avec } K(T) = AT$$

$$Q = \frac{S}{\ell} \int_{T_{BM}}^{T_E} AT dT = \frac{SA}{\ell^2} [T^2]_{T_{BM}}^{T_E}$$

$$Q = A \frac{S}{\ell} \times \frac{T_E + T_{BM}}{2} \times (T_E - T_{BM}) = A \frac{S}{\ell} \bar{T} \Delta T$$

Pour le cuivre, A est de l'ordre de $1 \text{ W/K}^2 \cdot \text{cm}$.

Pour une puissance de 20 mW, le rapport $\frac{S}{\ell}$ vaut :

$$\frac{S}{\ell} = \frac{Q}{\bar{T} \Delta T} = \frac{0,02}{4 \times 6 \times 1} = 8,3 \times 10^{-4}$$

Notre fuite est constituée de 25 brins de diamètre 0,23 mm, soit une section de 1 mm^2 . Elle aura donc une longueur de 12 cm.

b) Dimensions du support :

A basse température, la puissance nécessaire pour créer le gradient ΔT doit être faible devant la puissance frigorifique du réfrigérateur, et la puissance nécessaire à la régulation en température du porte-échantillon.

A 20 mK, la puissance frigorifique disponible est de 0,5 μ W.
Prenons une puissance de 3 nW. Nous pouvons donc écrire :

$$Q = \frac{S}{\ell} \cdot A \cdot \bar{T} \Delta T \quad \text{si} \quad \Delta T = \frac{3\bar{T}}{100}$$

$$Q = \frac{S}{\ell} \cdot A \cdot 3 \cdot \frac{\bar{T}^2}{100}$$

Pour le laiton, on peut prendre $A = 5 \times 10^{-3} \text{ W/K}^2 \cdot \text{cm}$.

A 20 mK :

$$\frac{S}{\ell} = \frac{100}{3} \times \frac{3 \times 10^{-9}}{5 \times 10^{-3}} \times \frac{1}{4 \times 10^{-4}} = \frac{1}{20}$$

Si nous espaçons nos thermocouples de 4 cm, il faut prendre une section de 0,2 cm^2 . Nous avons pris une barre de 1 cm de large et de 2 mm d'épaisseur.

Il faut maintenant vérifier que la puissance nécessaire à créer le gradient de température est faible devant la puissance de régulation à basse et à haute température.

Supposons que la boîte à mélange soit à 15 mK et que le porte-échantillon soit à 20 mK, la puissance de régulation vaut :

$$Q = \frac{S}{\ell} \times A \times \bar{T} \times \Delta T = 8,3 \times 10^{-4} \cdot 1 \times 18 \cdot 10^{-3} \times 5 \cdot 10^{-3} = 75 \text{ nW}$$

La régulation pourra donc absorber les 3 nW nécessaires à la mesure du pouvoir thermoélectrique.

Maintenant plaçons-nous à 7 K. Nous avons vu précédemment que la puissance de régulation était de 20 mW. Calculons la puissance de chauffage :

$$Q = A \frac{S}{\ell} \bar{T} \Delta T = 5 \times \frac{1}{20} \times 7 \times 3 \times \frac{7}{100} = 0,370 \text{ mW}$$

ce qui est faible devant la puissance de régulation.

Nous devons également nous assurer que les fils d'or ne vont pas court-circuiter la faible conduction thermique du laiton. Il nous faut donc comparer les quantités

$$(K(T) \frac{S}{\ell})_{\text{laiton}} \quad \text{et} \quad (K(T) \frac{S}{\ell})_{2\text{fils d'or}}$$

La conduction thermique d'un fil d'Au-Fe (0,03 % At) vaut (réf. 19) :

$$K(T) = 0,097 T + 0,0045 T^2 \text{ W/cm.K}$$

Prenons deux fils d'or de 80 μm de diamètre et de 4 cm de longueur. Ce qui nous donne :

$$(K(T) \times \frac{S}{\ell})_{2\text{fils d'or}} / (K(T) \times \frac{S}{\ell})_{\text{laiton}} = 0,01$$

ce qui est acceptable.

Les deux thermocouples sont soudés aux ultrasons avec de l'indium sur des plaquettes de silicium, elles-mêmes soudées avec de l'indium sur le support en laiton. Ainsi ils sont isolés électriquement du montage mais en bon contact thermique avec le support. Ils sont tenus mécaniquement par de la graisse ApiezonN ou de l'araldite.

V.3 RESULTATS EXPERIMENTAUX

Nous avons mesuré deux types de thermoéléments couramment utilisés :

- Au-Fe 0,07 % atomique fourni par Leico Industrie, Inc. (New-York), sous forme de fil de 80 μm isolé au téflon ;
- Au-Fe 0,03 % atomique fourni par Johnson Matthey Limited (London), sous forme de fil de 80 μm verni.

V.3.1. Conduction thermique du porte-échantillon

Nos résultats sont portés sur la courbe représentée à la figure 28.

La conduction thermique d'un alliage métallique est de la forme

$$K(T) = AT + BT^2 \quad (\text{réf. 20})$$

Nous avons déterminé les coefficients A et B par une analyse numérique utilisant une méthode de moindres carrés. Dans un diagramme linéaire, la pente de la droite

$$\frac{K(T)}{T} = A + BT$$

nous donne le coefficient B et l'ordonnée à l'origine le coefficient A.

Nous avons obtenu :

$$A = 6,10 \text{ mW/K}^2 \cdot \text{cm}$$

$$B = 0,39 \text{ mW/K}^3 \cdot \text{cm}$$

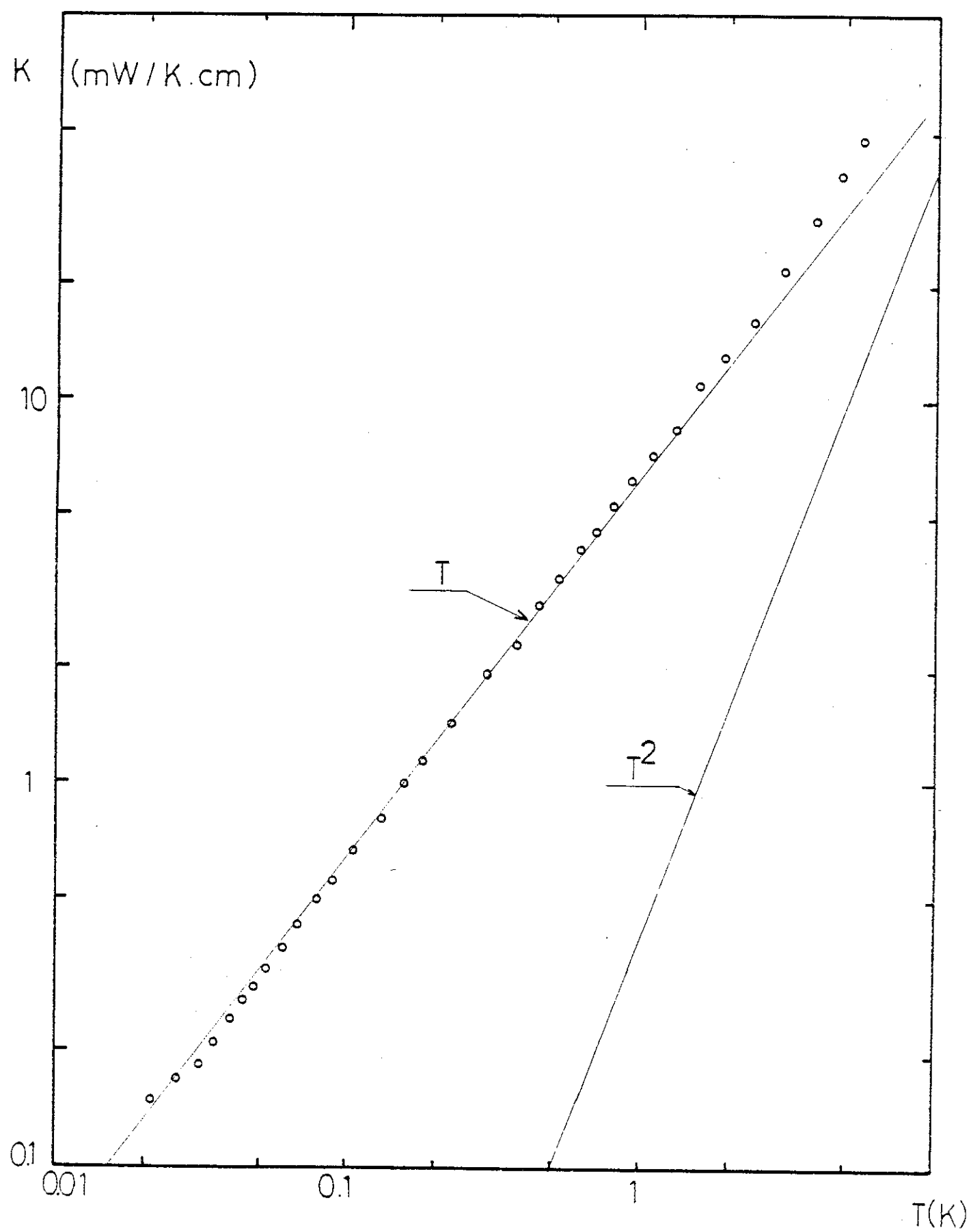


Fig28: Conduction thermique du porte-échantillon

De 30 mK à 7 K, nous n'avons pas noté d'anomalies sur la courbe $K(T)$. Cela montre que nous n'avons pas de problèmes de thermométrie. D'autre part, la dispersion expérimentale sur plusieurs manipulations est très faible (environ 1 %). Nous pouvons estimer la précision de nos mesures à 2 %. Pour créer des ΔT de 3 % nous avons dissipé des puissances de 3 nW à 0,5 mW.

V.3.2. Pouvoir thermoélectrique

Dans un premier temps, nous nous sommes assurés que la tension thermoélectrique lue était bien proportionnelle à la puissance dissipée pour créer le gradient de température. Cela nous permet de vérifier que pour de faibles écarts de température, le pouvoir thermoélectrique est constant.

$$V(T) = S(T) \Delta T$$

Nous avons alors effectué nos mesures avec le gradient de l'ordre de 3 %, ce qui nous permet de faire simultanément les points de conduction thermique et de pouvoir thermoélectrique.

La variation des pouvoirs thermoélectriques en fonction de la température est représentée sur la figure 29.

A haute température ($T > 500$ mK), nos valeurs expérimentales correspondent à celles (points noircis) que nous avons pu relever dans la littérature (réf. 19, 21, 22). Pour des températures plus basses, nous n'avons rien trouvé dans la littérature.

La précision de nos mesures est de 5 % à basse température ($T < 50$ mK) et de 3 % pour les températures plus importantes.

Pour nous, le fil le plus intéressant est donc le fil contenant 0,03 % At de Fer. A 20 mK, le pouvoir thermoélectrique est de 70 nV/K. Nous pouvons détecter le picovolt ce qui correspond à un ΔT de 15 μ K.

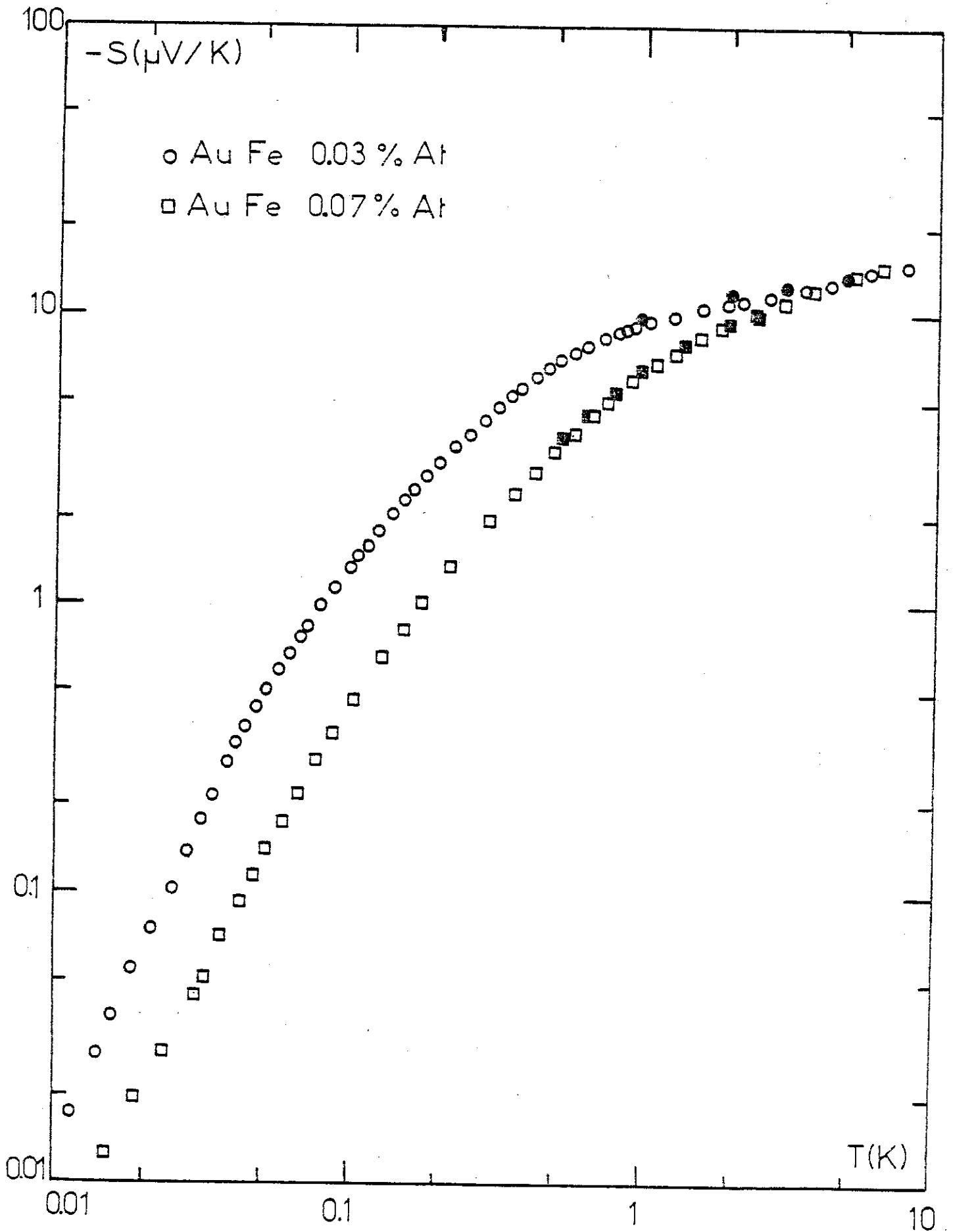


Fig 29: Pouvoir thermoélectrique

CHAPITRE VI

MESURES DIFFERENTIELLES DE CHALEURS SPECIFIQUES

VI.1 PRINCIPE DE LA MESURE (FIG.30)

Les deux échantillons A et B dont on veut déterminer la différence de chaleur spécifique sont placés dans une enceinte, servant d'écran thermique, en situation quasi-adiabatique. Pour cela ils sont reliés thermiquement à l'aide de fuite thermique à une ligne de référence (ou de base). La température de celle-ci est régulée à la même température que celle de l'échantillon de référence A grâce à un thermocouple. Il en est de même en ce qui concerne la température du second échantillon B ; elle est maintenue égale à celle de l'échantillon A . L'énergie délivrée par cet étage de régulation peut être lue grâce à un intégrateur. Chaque échantillon possède un chauffage qui est alimenté par une source de courant. Nous pouvons fixer le temps de chauffage à l'aide d'un temporisateur.

Plaçons-nous à la température T et envoyons une énergie E aux deux échantillons et regardons ce qu'il se passe.

La température de l'échantillon A augmente de telle façon que :

$$E = C_A \Delta T_A$$

De même pour l'échantillon B :

$$E = C_B \Delta T_B \quad \text{avec } \Delta T_B < \Delta T_A \text{ puisque } C_B > C_A$$

Il apparaît aux bornes du thermocouple A une différence de potentiel. La régulation A pilotée par le picovoltmètre réagit et porte la ligne de base à la température $T + \Delta T_A$.

Dans le même temps, le thermocouple B a détecté un écart de température entre les deux échantillons puisqu'ils n'ont pas la même chaleur spécifique. La régulation B fournit une énergie ΔE mesurée par l'intégrateur de façon à annuler la différence de température $\Delta T_A - \Delta T_B$.

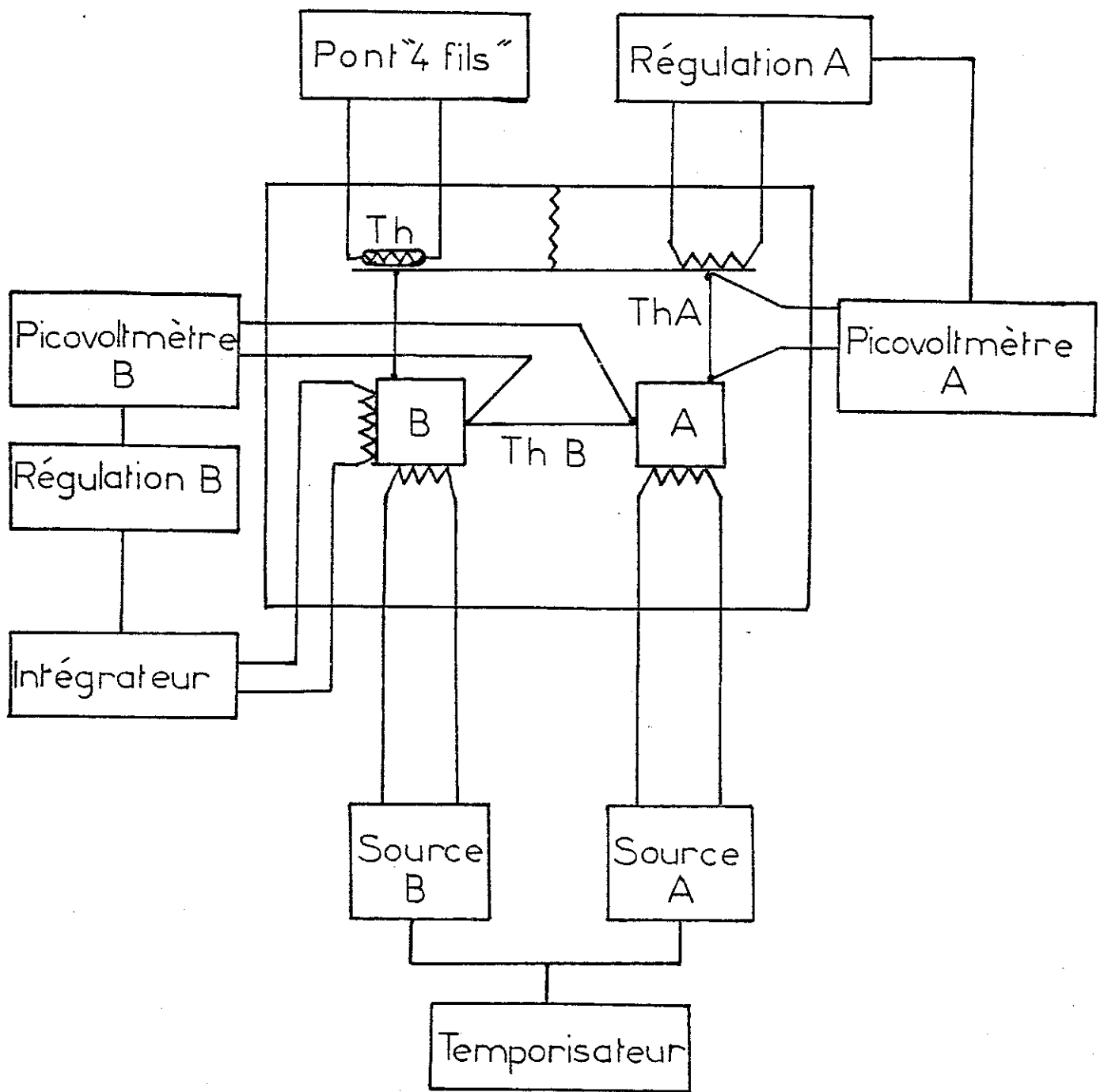


Fig 30: Schéma de principe

Nous sommes donc maintenant dans la situation suivante : les deux échantillons et la ligne de base sont à la même température $T + \Delta T_A$. Pour cela, nous avons fourni les énergies :

$$\begin{aligned} E &= C_A \Delta T_A \\ E + \Delta E &= C_B \Delta T_A \end{aligned}$$

Nous en déduisons la relation suivante :

$$\boxed{\frac{\Delta E}{E} = \frac{\Delta C}{C_A}} \quad \text{avec } C_B - C_A = \Delta C$$

Il est important de remarquer que les thermocouples travaillent en détecteur de zéro. Aucun étalonnage n'est nécessaire.

VI.2 MESURE DE LA CHALEUR SPECIFIQUE

Un thermomètre placé sur la ligne de base nous indique la température de celle-ci, qui représente celle des échantillons. Si nous prélevons la température avant et après un point de mesure, nous pouvons déterminer l'écart ΔT_A . Par ailleurs, nous connaissons l'énergie E dissipée et donc la chaleur spécifique :

$$C_A = \frac{E}{\Delta T_A}$$

VI.3 LE PORTE-ECHANTILLON

VI.3.1. Description (fig. 31)

Il est constitué d'une boîte cylindrique en cuivre, recouverte d'une feuille de plomb pour assurer un blindage électromagnétique. L'ensemble est suspendu par un ressort à la boîte à mélange du réfrigérateur à dilution. La fuite thermique utilisée pour refroidir le porte-échantillon est la même que celle que nous avons utilisée pour l'étalonnage des thermocouples.

Les deux échantillons sont tenus par des fils nylon tendus entre des tiges filetées également en nylon. Afin de diminuer au maximum les apports d'énergie parasites par ces fils, leurs extrémités sont thermalisées à la température de la ligne de base. Pour la même raison, tous les fils électriques sont thermalisés sur cette même référence.

Chaque échantillon possède deux chauffages constitués de jauge de contrainte en platine-tungstène. Ils sont reliés thermiquement à la ligne de base par des fils d'AuFe, qui pour l'échantillon A sert également de thermocouple.

La ligne de base possède un chauffage et un thermomètre. Elle est refroidie par une fuite thermique serrée sur l'enceinte.

VI.3.2. Les échantillons

Pour caractériser la méthode, nous avons décidé de tester l'appareillage sur du cuivre. Nous avons donc pris deux morceaux de cuivre présentant une différence de masse. Ils ont été préparés à partir de cuivre pur ASARCO (99,999 %). Les chauffages sont fixés à l'aide d'une colle pour jauges de contraintes.

Les thermocouples sont soudés au métal de Wood. Enfin ils sont percés pour permettre leur fixation. Ils pèsent 9,9072 g et 10,3724 g et présentent un écart de chaleur spécifique :

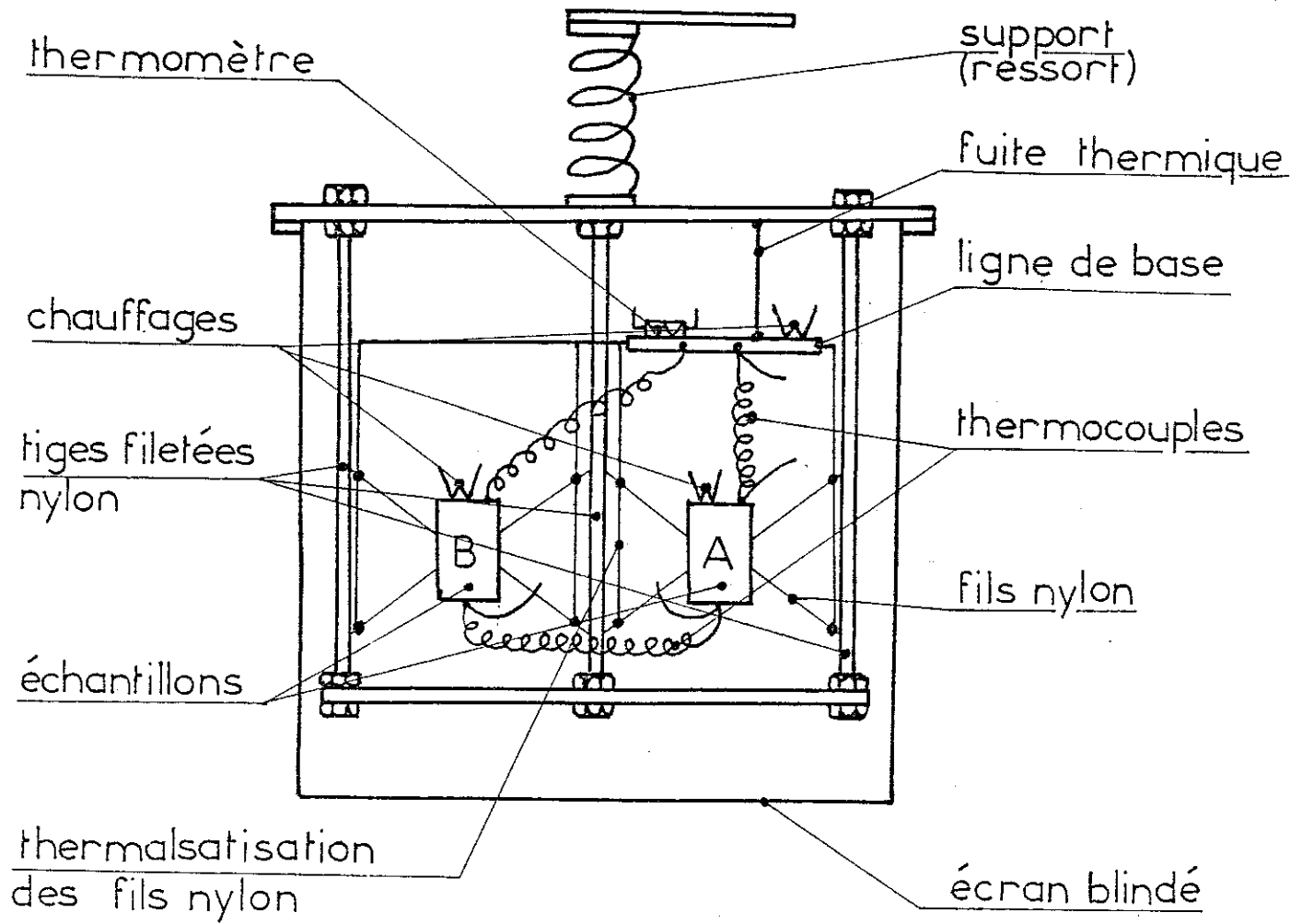


Fig 31: Porte - échantillon

$$\frac{\Delta C}{C} = \frac{\Delta m}{m} = 4,69 \%$$

VI.3.3. Calcul des fuites thermiques

a) Fuites entre les échantillons et la ligne de base :

Un point de mesure va typiquement durer 10 secondes. Pour être dans une situation adiabatique nous prendrons une constante de temps thermique de 300 secondes. Cette valeur n'est pas critique dans notre cas car la ligne de base est régulée en température en permanence. Nous ne perdrons donc ainsi pratiquement pas d'énergie, durant le point de mesure, par la fuite thermique.

La constante de temps est définie par :

$$\tau = \frac{C}{K}$$

chaleur spécifique du cuivre $\approx 10 T + 0,8 T^3$ ($\mu\text{J}/\text{K.g}$)
 conduction thermique de l'AuFe (jusque 10 K) $\approx 0,1 \times T$ ($\text{W}/\text{K.cm}$)

Nos échantillons pèsent environ 10 g. A basse température, le terme en T^3 de la chaleur spécifique du cuivre est négligeable. Il faut que la constante de temps soit au minimum de 300 s. Nous allons donc faire le calcul dans la zone basse température :

$$\tau = \frac{C}{K} \Rightarrow K = \frac{C}{\tau} = k \times \frac{s}{\ell} \times T = \frac{m\beta T}{\tau}$$

La section de notre fil est de $5 \cdot 10^{-5} \text{ cm}^2$, La longueur du fil sera donc de

$$\ell = \frac{k s \tau}{m \gamma} = \frac{0,1 \times 5 \cdot 10^{-5} \times 300}{10 \times 10 \times 10^{-6}} = 15 \text{ cm}$$

b) Fuite entre la ligne de base et l'enceinte :

Nous voulons pouvoir réguler cette base en un temps très court. Prenons une constante de temps de 1 seconde. La masse de la ligne de base qui est réalisée en cuivre est d'environ 10 g. La fuite sera réalisée

avec du fil de cuivre de 15/100 de diamètre, soit une section de $1,8 \cdot 10^{-4} \text{ cm}^2$:

$$\tau = \frac{C}{K} \Rightarrow K = \frac{C}{\tau} \quad K = 1 \text{ T (W/K.cm)}$$

$$\ell = \frac{kST}{m\gamma} = \frac{1 \times 1,8 \cdot 10^{-4} \times 1}{10 \times 10 \times 10^{-6}} \simeq 2 \text{ cm}$$

VI.4 RESULTATS EXPERIMENTAUX

VI.4.1. De l'hydrogène dans le cuivre

Lors de nos premiers essais, nous nous sommes aperçus qu'il était impossible de refroidir nos échantillons en dessous de 200 mK. Il apparaissait un gradient de température aux bornes des fuites thermiques reliant les échantillons à la ligne de base. Cette différence de température nous permettait de penser qu'il existait une puissance parasite qui arrivait sur les échantillons. Nous avons pu chiffrer cette puissance à une vingtaine de nW. Cette valeur nous semblait trop importante, elle aurait dû être d'après nos essais (étalonnage des thermocouples, essais du cryostat) de l'ordre du nW. Tout d'abord, nous avons incriminé un apport d'énergie par les fils supraconducteurs qui n'étaient pas alors thermalisés sur la ligne de base et une possibilité de vibrations des échantillons.

Nous avons changé la fixation des échantillons en remplaçant les fils de nylon par un serrage mécanique entre des vis nylon et thermalisé les fils. Cette opération n'a strictement rien changé.

Dans un deuxième temps, nous nous sommes demandés s'il n'y avait pas une erreur dans la lecture de la tension qui apparaissait aux bornes des thermocouples servant de fuites thermiques. Nous avons donc supprimé les thermocouples, placé des thermomètres sur les échantillons et remplacé les fils d'AuFe par des fils de cuivre.

La température des échantillons était toujours de 200 mK. Nous en avons donc déduit que c'était un problème inhérent aux échantillons. Nous avons alors remplacé un des échantillons par un morceau de cuivre "du magasin". Il s'est avéré que le nouvel échantillon se refroidissait à environ 40 mK alors que l'ancien était toujours à 200 mK.

Nous pensons que cette énergie relaxée par le cuivre pur est due à la présence d'hydrogène dans celui-ci. Le cuivre ASARCO est obtenu par électrolyse sous atmosphère d'hydrogène. Or nous savons qu'à basse

température l'hydrogène moléculaire subit une transformation exothermique (passage de l'état ortho à l'état para). Cette réaction dégage une énergie de 300 J/mole, il suffirait donc qu'il y ait seulement une dizaine de ppm d'hydrogène dans notre échantillon pour expliquer cette relaxation d'énergie.

Un comportement analogue a été observé dans le laboratoire dans des composés amorphes de LaZn (réf. 24) qu'il était impossible de refroidir.

Ce qui est surprenant c'est que cette transformation s'opère dans l'hydrogène moléculaire, or dans notre cas il est sans doute atomique.

En plus de cette relaxation d'énergie, la présence d'hydrogène dans le cuivre induit une anomalie de chaleur spécifique de quelques pour cent vers 1 K (réf. 25, 26). Il sera donc intéressant de la mesurer avec notre appareillage qui est parfaitement adapté à une telle application.

Pour continuer nos essais, nous avons donc essayé d'éliminer l'hydrogène contenu dans les échantillons. Pour cela nous avons fondu les échantillons sous vide dans un four HF et nous les avons maintenus en fusion environ un quart d'heure.

Cette fois nous pouvons parfaitement les refroidir ; nous pouvons atteindre une température de 40 mK ce qui, compte-tenu de la valeur des fuites thermiques et de la température de la ligne de base (30 mK), nous donne une énergie parasite de 0,1 nW ($\sim 0,06$ erg/min) au niveau des échantillons. Ce qui est tout à fait remarquable.

VI.4.2. Contrôle de l'adiabaticité

La mesure de la chaleur spécifique par la méthode décrite plus haut nous donne une image de nos conditions d'adiabaticité. En effet, la puissance qui quitte l'échantillon par la fuite thermique qui le relie à la ligne de base ($Q = K\Delta T$) doit être nulle si nous voulons être en

situation adiabatique. Pour cela il faut soit que K soit nul, ce qui n'est pas notre cas, soit que ΔT soit nul. Ce qui revient à asservir la température de la ligne de base par rapport à celle de l'échantillon de référence. Si cette condition est remplie, nous pouvons mesurer la chaleur spécifique de l'échantillon.

Nos mesures sont portées sur la figure 32. Nous obtenons une loi :

$$C = 11 T + 0,75 T^3 \text{ (}\mu\text{J/g.K)}$$

en très bon accord avec la littérature (réf. 27).

Cela prouve que nos conditions d'adiabaticité sont bonnes. La ligne de base et les échantillons sont bien à la même température (au pour cent près).

VI.4.3. Différence de chaleur spécifique

a) Mesure des résistances de chauffage :

Au début de chaque manipulation, nous commençons par mesurer les résistances de chauffage, car nous calculons les énergies en utilisant la loi

$$E = RI^2t$$

Les résistances sont câblées en quatre fils. Nous les connaissons avec une précision de 10^{-5} ; elles varient entre 40 mK et 10 K de $4 \cdot 10^{-4}$. Les jauges de contrainte ont une résistance d'environ 450 Ω .

b) Procédure expérimentale :

Nous avons à notre disposition deux méthodes. Une que nous appellerons "dynamique" qui utilise l'intégrateur. C'est-à-dire que l'énergie complémentaire délivrée tout ou en partie par la régulation est mesurée par l'intégrateur. Et une que nous appellerons "statique"

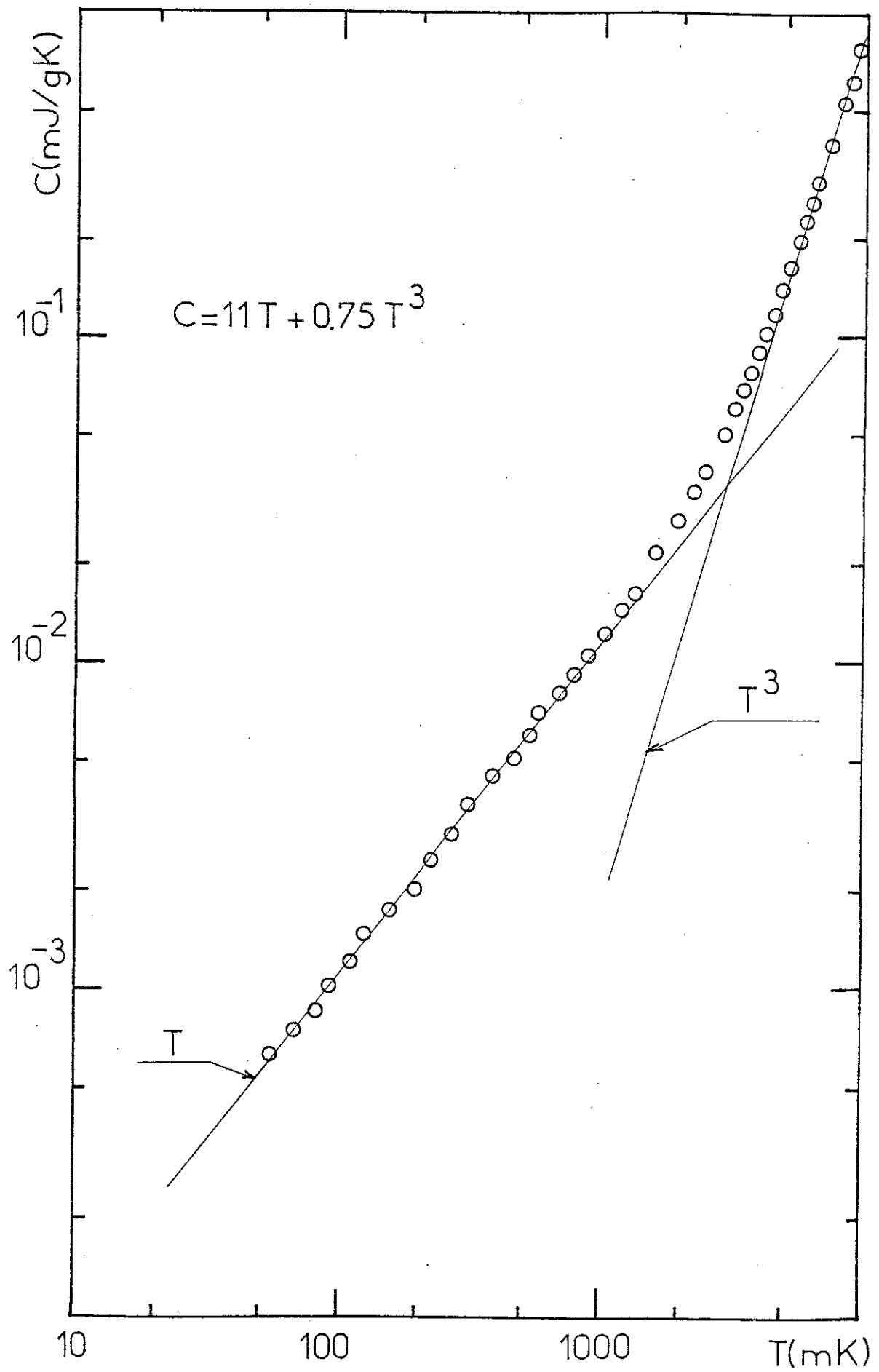
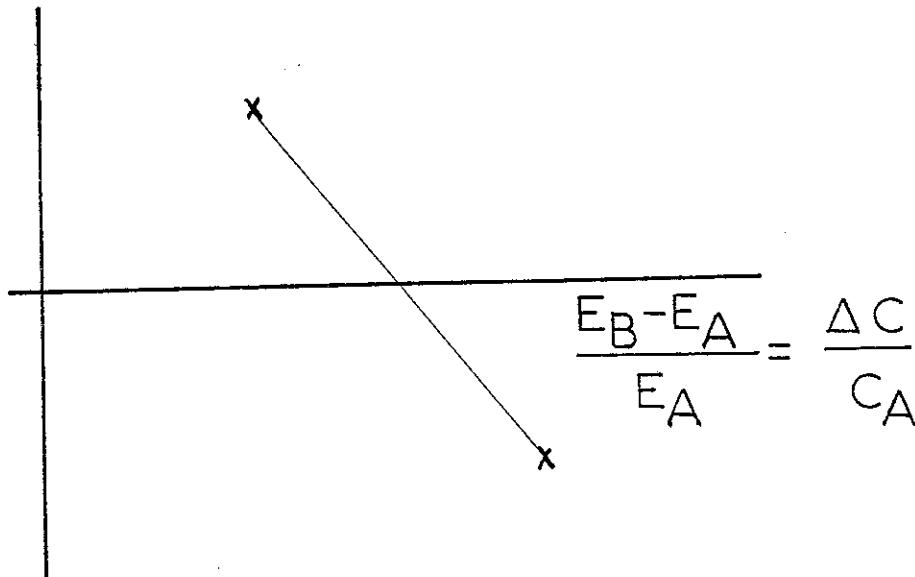


Fig 32: Chaleur spécifique du Cuivre

qui consiste à fournir aux échantillons des énergies E_A et E_B de façon à encadrer la vraie valeur $\frac{\Delta E}{E}$.

$$dV_B \sim dT$$



La tension dV qui apparaît aux bornes du thermocouple est proportionnelle à dT dans la mesure où le pouvoir thermoélectrique reste constant. Cette méthode est plus précise que la précédente mais elle nécessite la connaissance approximative de ΔC . Nous proposons donc la procédure suivante : dans une première étape on détermine ΔC à l'aide de l'intégrateur, puis nous pouvons affiner les mesures en utilisant la méthode "statique".

c) Résolution théorique :

La précision que nous pouvons obtenir est déterminée par le plus petit écart de température que nous pouvons détecter à l'aide du thermocouple.

$$E = C\Delta T = (C + \Delta C)(\Delta T - dT) \quad dT \ll \Delta T$$

$$0 = \Delta C\Delta T - \underbrace{\Delta C dT}_{\ll \Delta C\Delta T} - C dT$$

$\frac{\Delta C}{C} \approx \frac{dT}{\Delta T}$
--

Le bruit qui apparaît aux bornes de nos thermocouples est sensiblement plus grand que celui que nous avons lors de leur étalonnage. Cela est dû au fait qu'ils sont plus longs donc plus résistifs (bruit de Nyquist plus important) et vibrent davantage (difficulté de les fixer). D'autre part, nous ne pouvons plus travailler avec de grandes constantes de temps puisque le temps de mesure est imposé par les fuites thermiques, notamment lorsque nous utilisons l'intégrateur. Nous pouvons évaluer ce bruit à 5 pV avec une constante de temps de 1 s.

Compte tenu de ce bruit et du pouvoir thermoélectrique, nous pouvons calculer la résolution théorique sachant que nous ferons des ΔT de 3 %.

$$\frac{dT}{\Delta T} = \frac{5 \cdot 10^{-12}}{S(T) \times 0,03 T}$$

d) Résolution expérimentale :

Nous avons rassemblé dans le tableau suivant les résolutions expérimentales que nous avons obtenues pour quelques températures.

T(mK)	Théorique	Statique	Dynamique
50	10^{-2}	10^{-2}	10^{-2}
100	10^{-3}	10^{-3}	$5 \cdot 10^{-3}$
200	$3 \cdot 10^{-4}$	$3 \cdot 10^{-4}$	10^{-3}
500	$7 \cdot 10^{-5}$	10^{-4}	$3 \cdot 10^{-4}$
1000	10^{-5}	$5 \cdot 10^{-5}$	10^{-4}
2000	$3 \cdot 10^{-6}$	$5 \cdot 10^{-5}$	10^{-4}
5000	10^{-6}	$5 \cdot 10^{-5}$	10^{-4}

Nous remarquons qu'il y a un très bon accord entre la résolution statique et la résolution théorique à basse température. A haute température, nous sommes limités par la précision de nos sources de courant.

En ce qui concerne la méthode dynamique, nous sommes tributaires de la précision de l'intégrateur (10^{-2}) et du réglage très pointu de

l'étage de régulation. Les résultats sont toutefois très satisfaisants car le temps de manipulation est beaucoup plus court que celui de l'autre méthode.

e) Valeur absolue du rapport mesuré :

Nous avons mesuré un rapport $\frac{\Delta C}{C}$ de 4,45 % qui est à comparer au 4,69 % rapport des masses des échantillons. Nous pensons que cette différence n'est pas très alarmante. En effet, des mesures de chaleurs spécifiques sur du cuivre recuit et écroui (réf. 28) montrent des variations de l'ordre du pour cent. Nos échantillons peuvent présenter des densités de dislocations différentes car ils n'ont pas été recuits après le traitement thermique que nous leur avons fait subir.

Les résultats sont d'autant plus probants que les mesures ont été réalisées sur des échantillons possédant une très faible capacité calorifique.

CHAPITRE VII

CONCLUSIONS

Le réfrigérateur à dilution qui a été réalisé a donné entière satisfaction. Il permet d'atteindre une température minimale de 20 mK en une journée et il est très facile à mettre en oeuvre. Il fonctionne sans problème majeur depuis deux ans.

La méthode différentielle de mesures de chaleurs spécifiques qui a été mise au point se révèle très performante comparée à deux mesures absolues de chaleurs spécifiques. En effet, au-dessus de 200 mK, nous obtenons une résolution meilleure que 10^{-4} ce qui nécessiterait des mesures absolues de chaleurs spécifiques à mieux que $5 \cdot 10^{-5}$ près ce qui est actuellement impossible compte tenu des étalonnages et de la reproductibilité des thermomètres. L'avantage de notre méthode repose sur le fait qu'aucun étalonnage en température des thermocouples n'est nécessaire.

Toutefois, nous avons pu obtenir ces résultats que grâce à l'emploi des picovoltmètres. Ces appareils qui ont été mis au point au laboratoire fonctionnent avec des hacheurs supraconducteurs dont l'originalité réside dans le fait que le circuit de commande est totalement découplé du circuit de mesure. Leur emploi s'est avéré très facile. De plus, ils sont très fiables. Depuis deux ans qu'ils sont installés dans le réfrigérateur, aucune intervention sur la partie froide n'a été nécessaire. Ils présentent un avantage sur le SQUID. Ils permettent une mesure statique alors que le SQUID n'est sensible qu'à des variations.

Nous avons maintenant à notre disposition un outil expérimental qui va permettre des mesures qui étaient jusque-là impossibles ou très entachées d'erreurs.

Nous pouvons envisager par exemple des mesures :

- directes d'une chaleur spécifique par rapport à un étalon de cuivre,
- d'échantillons sous pression, la référence étant alors le clamp vide,
- de l'effet du champ magnétique ou électrique sur un échantillon,
- de différences de chaleurs spécifiques entre un échantillon vierge et un échantillon contenant des défauts (dislocations, irradiations, dopage, ...).

B I B L I O G R A P H I E

1. Attempts to obtain absolute zero temperature
Encyclopedia Britanica, INC. Library Research Service 425 North
Michigan Avenue, Chicago, Illinois, 60611 USA.
2. LOUNASMAA
Experimental principles and methods below 1 K
Academic Press INC (London) (1974).
3. G. FROSSATI
Thèse, Université de Grenoble (1978).
4. G. SCHUMACHER
Thèse, Université de Grenoble (1978).
5. H. GODFRIN
Thèse, Université de Grenoble (1981).
6. Y. LAUMOND
Thèse, Université de Grenoble (1972).
7. STYCAST-Emerson and Cuming Inc. Cauton, Massachussets, 02021 USA.
8. B. HEBRAL
Thèse, Université de Grenoble (1978).
9. R.R. CONTE
Eléments de cryogénie
Masson & Cie, Editeurs (Paris) (1970).
10. Manuel d'utilisation : Pont de mesure de résistances à 4 fils
Barras Provence, 04100 Manosque, France.
11. Notice technique : Pont de mesure d'industances mutuelles
Barras Provence, 04100 Manosque, France.
12. W.R. ABEL, A.C. ANDERSON and J.C. WHEATLEY
Rev. Sci. Inst. 35, 444 (1964).
13. Y. N.G. TONG
Thèse, Université de Grenoble (1980).
14. Vacuumschmelze G.M.B.H., Hanau, West Germany.
15. R.D. BARNARD
Thermoelectricity in metals and alloys
Taylor & Francis LTD (London) (1972).
16. J. KONDO
Prog. Theor. Phys. 34, 372 (1965).
17. K. MAKI
Prog. Theor. Phys. 41, 586 (1969).
18. G. FROSSATI, D. IMBERT, L. PECOUD, D. THOULOUE, B. WAKSMANN
Proc. LT 14 Conf., M. Krusius Ed. 4, 206 (1975).

19. R. BERMAN, J.C.F. BROCK, D.J. HUNTLEY
Cryogenics 4, 233 (1964).
20. H.M. ROSENBERG
Low Temperature Solid State Physics, Oxford University Press (London),
1965.
21. J. CHAUSSY, A. GUESSOUS and J. MAZUER
Rev. Sci. Instrum. 52, 1721 (1981).
22. R.L. ROSENBAUM
Rev. Sci. Instrum. 40, 577 (1969).
23. J. CHAUSSY, P. GANDIT, A. RAVEX
Rev. Phys. Appliquée, 17, 499-502 (1982).
24. A. RAVEX, J.C. LASJAUNIAS
J.L.T.P. 48, n° 1/2 (1982).
25. DOUGLAS L. MARTIN
Rev. Sci. Instrum. 38, n° 12 (1967).
26. N. WATERHOUSE
Canadian Journal of Physics 47, 1485 (1969).
27. E.J. COTTS, A.C. ANDERSON
J.L.T.P. 43, n° 5/6 (1981).
28. J. BEVK
Phil. Mag. 28, 1379 (1973).

Président de l'Université : M. TANCHE

MEMBRES DU CORPS ENSEIGNANT DE L'U.S.M.G

PROFESSEURS DE 1ère CLASSE

Mlle AGNIUS DELORS Claudine	Biophysique	M. JANIN Bernard	Géographie
ALARY Josette	Chimie analytique Fac. LA TRONCHE	JEANNIN Charles	Pharmacie galénique Fac. MEYLAN
M. ANSLARD Pierre	Clinique dermatologique CHR LES SABLONS	JOLY Jean-René	Mathématiques pures
ANGROISE THOMAS Pierre	Parasitologie CHR LES SABLONS	JULLIEN Pierre	Mathématiques appliquées
ARNAUD Paul	Chimie organique	KAHANNE André détaché	Physique
ARVIEU Robert	Physique nucléaire I.S.N.	Mme KAHANNE Josette	Physique
AUBERT Guy	Physique C.N.R.S.	KOSZUL Jean-Louis	Mathématiques pures
AVANT Yves	Physique approfondie	KRAKOWIAK Sacha	Mathématiques appliquées
Mlle BARBIER Marie - Jeanne	Electrochimie	KUPTA Yvon	Mathématiques pures
M. BARBIER Jean - Claude	Physique expérimentale C.N.R.S. (Labo. de magnétisme)	LACAZE Albert	Thermodynamique
		LACHARNE Jean	Biologie cellulaire Fac. MEYLAN
SARJON Robert	physique nucléaire I.S.N.	Mme LAJZEROWICZ Jeannine	Physique
BARNOLD Fernand	Biosynthèse de la cellulose-Biologie	M. LAJZEROWICZ Joseph	Physique
BARRA Jean - René	Statistiques - Maths appliquées	LATREILLE René	Chirurgie thoracique CHR LES SABLONS
BEAUDOTING André	Clinique pédiatrie et puberté-LATREILLE-	LATURAZ Jean	Biochimie pharmaceutique Fac. LA TRONCHE
BELORSKY Elie	Physique C.E.N.G. - D.R.F.	LAURENT Pierre	Mathématiques appliquées
BENZAKEN Claude	Mathématiques pures	DE LETRIS Joël	Biologie
Mlle BERTEL Hélène	Pharmacodynamie Fac. LA TRONCHE	LE NOC Pierre	Bactériologie virologie Fac. "La Merci"
M. BERNARD Alain	Mathématiques pures	LLIBOUTRY Louis	Géophysique
Mlle BERTRANDIAS Françoise	Mathématiques pures	LOISEAUX Jean-Marie	Sciences nucléaires I.S.N.
M. BERTRANDIAS Jean - Paul	Mathématiques pures	LOUP Jean	Géographie
BEZES Henri	Clinique chirurgicale & traumat. Hôp. SUD	LUM DUC Cuong	Chimie générale et minérale Fac. LA TRONCHE
BITLET Jean	Géographie	MACHE Régis	Physiologie végétale
BONNET Jean - Louis	Clinique ophtalmologie Fac. LES SABLONS	MATHIAS Yves	Clinique obstétricale CHR pav. maternité
BONNET EYHARD Joseph	Clinique hépato-gastro-entéro Fac SABLONS	Mlle MARIOTTE Anne-Marie	Pharmacognosie Fac. LA TRONCHE
Mlle BONNIER Jane Marie	Chimie générale	M. MAYNARD Roger	Physique du solide
M. BOUCHERLE André	Chimie et toxicologie Fac. MEYLAN	MAZARE Yves	Clinique médicale A CHR pav. D. Villard
BOUCHET Yves	Anatomie Fac. "La Merci"	MICHEL Robert	Minéralogie et pétrographie (géologie)
M. BOUCHEZ Robert	Physique nucléaire I.S.N.	MICHAUD Max	Clinique maladies infectieuses CHR LES SABLONS
BRAVARD Yves	Géographie	MOURIQUAND Claude	Histologie Fac. "La Merci"
BUTEL Jean	Orthopédie CHR LES SABLONS	NEGRE Robert	Génie civil IUT 1
CABANEL Guy	Clinique rhumatologie et hydro. SABLONS -	NOZIERES Philippe	Spectrométrie - Physique
CARLIER Georges	Biologie végétale	OMONT Alain	Astrophysique
CAU Gabriel	Médecine légale et toxicologie Fac. SABLONS	OZENDA Paul	Botanique (biologie végétale)
CAUQUIS Georges	Chimie organique	PAYAN Jean-Jacques détaché	Mathématiques pures
CHARACHON Robert	Clinique O.R.L. CHR LES SABLONS	PESAY PEYRULA Jean-Claude	Physique
CHAMPETIER Jean	Anatomie topographique et app. Fac. "La Merci"	PERRET Jean	Sémiologie médicales (neurologie)
CHATEAU Robert	Clinique neurologique CHR LES SABLONS	PERRIAUX Jacques	Géologie
CHIBON Pierre	Biologie animale	M. PERRIER Guy	Géophysique
COLIN DE VEDIERE Yves	Mathématiques pures	PIERARD Jean-Marie	Mécanique
COUDERC Pierre	Anatomie pathologique CHR LES SABLONS	RACHAIL Michel	Clinique médicale B CHR Calmettes Guérin
CRASSE Pierre détaché	C.E.R.M.O.	RASSAT André	Chimie systématique
CUSSAC Max	Chimie thérapeutique Fac. LA TRONCHE	RENAUD Michel	Thermodynamique
CYROT Michel	Physique du solide	Mme RENAUDET Jacqueline	Bactériologie Fac. LA TRONCHE
DAUMAS Max	Géographie	M. REVOL Michel	Urologie CHR LES SABLONS
DEBELMAS Jacques	Géologie générale	RICHARD Lucien	Biologie végétale
DEGRANGE Charles	Zoologie	Mme RINAUDO Marguerite	Chimie CERNAV
DELOBEL Claude	M.I.A.G. Mathématiques appliquées	M. ROCHAT Jacques	Hygiène et hydrologie Fac. LA TRONCHE
DELORMAS Pierre	Pneumo-phthisiologie CHR Pav. D1	DE ROUGENONT Jacques	Neuro-chirurgie CHR LES SABLONS
DEMANGE Charles	Pharmacodynamie Fac. LA TRONCHE	SARRAZIN Roger	Clinique chirurgicale B CHR LES SABLONS
DENTIS Bernard	Clinique cardiologique CHR LES SABLONS	Mme SEIGLE MURANDI Françoise	Botanique et cryoémanie Fac. MEYLAN
DEPORTES Charles	Chimie minérale	M. SENGEL Philippe	Biologie animale
DESRE Pierre	Electrochimie	SERGERAERT Francis	Mathématiques pures
DODU Jacques	Mécanique appliquée IUT 1	STILLE Robert	Construction mécanique IUT 1
DOLIQUE Jean-Michel	Physique des plasmas	SOUTIF Michel	Physique
DUCROS Pierre	Cristallographie	TANCHE Maurice	Physiologie Fac. "La Merci"
FAURE Jacques	Médecine légale (interne & toxicologie) SABLON	VAILLANT François	Zoologie
FONTAINE Jean-Marie	Mathématiques pures	VALENTIN Jacques	Physique nucléaire I.S.N.
GAGNAIRE Didier	Chimie physique	VAN CUTSEM Bernard	Mathématiques appliquées
GASTINEL Noël	Analyse numérique Mathématiques appliquées	VAUGHAN Bernard	Mathématiques appliquées
GAVERO Jean-Michel	Pharmacologie Fac. "La Merci"	Mme VERAIN Alice	Pharmacie galénique Fac. MEYLAN
GEINORE Michel	Electro-radiologie CHR LES SABLONS	M. VERAIN André	Biophysique Fac. "La Merci"
GERBER Robert	Mathématiques pures	VIGNAIS Pierre	Biochimie médicale Fac. "La Merci"
GERMAIN Jean-Pierre	Mécanique	VILLON Pierre	Géologie
GIRAUD Pierre	Géologie		
IDELMAN Simon	Physiologie animale		

PROFESSEURS DE 2^{ème} CLASSE

MM. ADISA Michel	Mathématiques pures
ARMAND Yves	Chimie TUT 1
ARMAND Gilbert	Géographie
AURIAULT Jean-Louis	Mécanique
BEGUIN Claude	Chimie organique
BOEKLER Jean-Paul	Mécanique
BOTTET Christian	Mathématiques appliquées
BORNAREL Jean	Physique
BOUTHINON Michel	EEA, TUT 1
BRUGEL Lucien	Energétique TUT 1
BRUN Gilbert	Biologie
CASTANG Bernard	Physique
CHARDON Michel	Géographie
MM. CHEMKTIAN Alain	EEA TUT 1
CHENAVAS Jean	Physique TUT 1
COHENADAD Jean-Pierre	Physique
CONTE René	Physique TUT 1
DENEUVILLE Alain	Physique
DEPASSEL Roger	Mécanique des fluides
DOUCE Roland	Physiologie végétale
DUFRESNOY Alain	Mathématiques pures
GASPARD Francis	Physique
GAUTRON René	Chimie
GIDON Maurice	Géologie
GIGNOUX Claude	Sciences nucléaires T.S.N.
GOSSE Jean-Pierre	EEA TUT 1
GROS Yves	Physique TUT 1
GUITTON Jacques	Chimie
HACQUES Gérard	Mathématiques appliquées
HERBIN Jacky	Géographie
HICTER Pierre	Chimie
JOSELEAU Jean-Paul	Biochimie
KERCKOVE Claude	Géologie
KUHN Gérard	Physique TUT 1
LESRETON Alain	Mathématiques appliquées
Mme LONGCHÈRE Nicole	Sciences nucléaires T.S.N.
MM. LUCAS Robert	Physiques
LUNA Domingo	Mathématiques pures
MASOLE Georges	Géologie
NICHOLIER Jean	Physique TUT 1
Mme MINTER Collette	Physique TUT 1
MM. NEMOZ Alain	Thermodynamique (CNRS - CRTBT)
NOUGARET Marcel	Automatique TUT 1
OUDET Bruno	Mathématiques appliquées
PEFFEN René	Métallurgie TUT 1
PELMONT Jean	Biochimie
PERARD Jacques	EEA TUT 1
PERAUD Robert	Chimie TUT 1
PERKIN Claude	Sciences nucléaires T.S.N.
PFISTER Jean-Claude détaché	Physique du solide
PIBOULE Michel	Géologie
PIERRE Jean-Louis	Chimie organique
MM. RAYNAUD Hervé	Mathématiques appliquées
ROBERT Gilles	Mathématiques pures
ROBERT Jean-Bernard	Chimie physique
ROSSI André	Physiologie végétale
SAKAROVITCH Michel	Mathématiques appliquées
SARROT REYNAUD Jean	Géologie
SAXOD Raymond	Biologie animale
Mme SOUTIF Jeanne	Physique
MM. SCHOOL Pierre-Claude	Mathématiques appliquées
STUTTZ Pierre	Mécanique
SUBRA Robert	Chimie
VIDAL Michel	Chimie organique
VIVIAN Robert	Géographie

PROFESSEUR SANS CHAIRE (médecine)

MM. BARGE Michel
BOST Michel
BOUCHARLAT Jacques
CHAUBAZ Edmond
COLONS Maurice
COULONS Max
Mme ETERRADOSSI Jacqueline
MM. GROULADE Joseph
HOLLARD Daniel
HUGONOT Robert
JALBERT Pierre
MAGNIN Robert
PHILIP Xavier
RACINET Claude
REYMOND Jean-Charles
STIEGLITZ Paul
VROUSOS Constantin

Neuro-chirurgie CHR LES SABLONS
 Pédiatrie CHR Enfants 1
 Psychiatrie Hôpital Sud
 Biochimie (hormonologie) CHR Pav. P. Génin
 Biochimie Hôpital Sud
 Radiologie Hôpital Sud
 Physiologie Fac. "La Mercl"
 Biochimie (A) CHR LES SABLONS
 Hématologie CHR LES SABLONS
 Gériatrie CHR Pav. Châlain
 Histologie Fac. "La Mercl"
 Hygiène Fac. "La Mercl"
 Rhumatologie CHR LES SABLONS
 Gynécologie obstétrique Hôpital Sud
 Chirurgie générale 1, rue de la Liberté
 Anesthésiologie CHR LES SABLONS
 Radiothérapie CHR LES SABLONS

MAÎTRES DE CONFÉRENCES AGREGES (médecine)

MM. BACHELOT Yvon
BENASID Adim Louis
BERNARD Pierre
CONTAMIN Charles
CURDONNIER Daniel
MM. CROUZET Guy
DEBRU Jean-Luc
DUPRE Alain
DYON Jean-François
FAURE Claude
FAURE Gilbert
FLOYRAC Roger
FOURNET Jacques
GIRARDET Pierre
GUIDICELLI Henri
GUIGNIER Michel
JUNTEN-LAVILLAUROY Claude
KOLODIE Lucien
DETROUSLON Christian
MASSOT Christian
MOUTILLON Michel
PARAELLE Bernard
RANBAUD Pierre
RAPHAEL Bernard
SCHAEFER René
SEIGNEURIN Jean-Marie
SOTTO Jean-Jacques
STOEVENER Pierre

Endocrinologie CHR LES SABLONS
 Médecine et chirurgie CHR LES SABLONS
 Gynécologie obstétrique CHR Pav. P. Génin
 Chirurgie thoracique CHR LES SABLONS
 Néphrologie CHR LES SABLONS
 Radiologie CHR LES SABLONS
 Médecine interne CHR LES SABLONS
 Chirurgie générale CHR LES SABLONS
 Chirurgie infantile CHR LES SABLONS
 Anatomie et organogénèses Fac. "La Mercl"
 Urologie CHR LES SABLONS
 Biophysique Fac. "La Mercl"
 Hépatogastro-entérologie CHR LES SABLONS
 Anesthésiologie CHR LES SABLONS
 Chirurgie générale CHR LES SABLONS
 Thérapeutique (réanimation) CHR LES SABLONS
 Clinique ORL CHR LES SABLONS
 Hématologie biologie CHR LES SABLONS
 Chirurgie générale CHR LES SABLONS
 Médecine interne CHR Pav. O. Villars
 Ophtalmologie CHR LES SABLONS
 Pneumologie CHR Pav. D2
 Pédiatrie CHR Médecine Néonatale
 Stomatologie CHR LES SABLONS
 Cancérologie CHR LES SABLONS
 Bactériologie-virologie Fac. "La Mercl"
 Hématologie CHR LES SABLONS
 Anatomie-pathologie CHR LES SABLONS

INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE GRENOBLE

Président : Daniel BLOCH

Vice-Présidents : René CARRE
Hervé CHERADAME
Marcel IVANES

Année universitaire 1982-1983

Professeurs des Universités

ANCEAU	François	E.N.S.I.M.A.G.	LACOURME	Jean Louis	E.N.S.I.E.G.
BARRAUD	Alain	E.N.S.I.E.G.	LATOMBE	Jean Claude	E.N.S.I.M.A.G.
BAUDELET	Bernard	E.N.S.I.E.G.	LESIEUR	Marcel	E.N.S.H.G.
BESSON	Jean	E.N.S.E.E.G.	LESPINARD	Georges	E.N.S.H.G.
BLIMAN	Samuel	E.N.S.E.R.G.	LONGUEUE	Jean Pierre	E.N.S.I.E.G.
BLOCH	Daniel	E.N.S.I.E.G.	MAZARE	Guy	E.N.S.I.M.A.G.
BOIS	Philippe	E.N.S.H.G.	MOREAU	René	E.N.S.H.G.
BONNETAIN	Lucien	E.N.S.E.E.G.	MORET	Roger	E.N.S.I.E.G.
BONNIER	Etienne	E.N.S.E.E.G.	MOSSIERE	Jacques	E.N.S.I.M.A.G.
BOUVARD	Maurice	E.N.S.H.G.	PARIAUD	Jean, Charles	E.N.S.E.E.G.
BRISSENEAU	Pierre	E.N.S.I.E.G.	PAUTHENET	René	E.N.S.I.E.G.
BUYLE BODIN	Maurice	E.N.S.E.R.G.	PERRET	René	E.N.S.I.E.G.
CAVAIGNAC	Jean François	E.N.S.I.E.G.	PERRET	Robert	E.N.S.I.E.G.
CHARTIER	Germain	E.N.S.I.E.G.	PIAU	Jean Michel	E.N.S.H.G.
CHENEVIER	Pierre	E.N.S.E.R.G.	POLOUJADOFF	Michel	E.N.S.I.E.G.
CHERADAME	Hervé	U.E.R.M.C.P.P.	POUPOT	Christian	E.N.S.E.R.G.
CHERUY	Arllette	E.N.S.I.E.G.	RAMEAU	Jean Jacques	E.N.S.E.E.G.
CHIAVERINA	Jean	U.E.R.M.C.P.P.	RENAUD	Maurice	U.E.R.M.C.P.P.
COHEN	Joseph	E.N.S.E.R.G.	ROBERT	André	U.E.R.M.C.P.P.
COUMES	André	E.N.S.E.R.G.	ROBERT	François	E.N.S.I.M.A.G.
DURAND	Francis	E.N.S.E.E.G.	SABONNADIÈRE	Jean Claude	E.N.S.I.E.G.
DURAND	Jean Louis	E.N.S.I.E.G.	SAUCIER	Gabrielle	E.N.S.I.M.A.G.
FELICI	Noël	E.N.S.I.E.G.	SCHLENKER	Claire	E.N.S.I.E.G.
FOULARD	Claude	E.N.S.I.E.G.	SCHLENKER	Michel	E.N.S.I.E.G.
GENTIL	Pierre	E.N.S.E.R.G.	SERMET	Pierre	E.N.S.E.R.G.
GUERIN	Bernard	E.N.S.E.R.G.	SILVY	Jacques	U.E.R.M.C.P.P.
GUYOT	Pierre	E.N.S.E.E.G.	SOHM	Jean Claude	E.N.S.E.E.G.
IVANES	Marcel	E.N.S.I.E.G.	SOUQUET	Jean Louis	E.N.S.E.E.G.
JAUSSAUD	Pierre	E.N.S.I.E.G.	VEILLON	Gérard	E.N.S.I.M.A.G.
JOUBERT	Jean Claude	E.N.S.I.E.G.	ZADWORY	François	E.N.S.E.R.G.
JOURDAIN	Geneviève	E.N.S.I.E.G.			

Professeurs associés

BASTIN	Georges	E.N.S.H.G.	GANDINI	Alessandro	U.E.R.M.C.P.P.
BERRIL	John	E.N.S.H.G.	HAYASHI	Hirashi	E.N.S.I.E.G.
CARREAU	Pierre	E.N.S.H.G.			

Professeurs Université des Sciences Sociales (Grenoble II)

BOLLIET	Louis	CHATELIN	Françoise
---------	-------	----------	-----------

Professeurs E.N.S. Mines de Saint Etienne

RIEU	Jean	SOUSTELLE	Michel
------	------	-----------	--------

Chercheurs du C.N.R.S.

FRUCHART	Robert	Directeur de recherche	HOPFINGER	Emil	Maître de recherche
VACHAUD	Georges	Directeur de Recherche	JOUD	Jean Charles	Maître de recherche
ALLIBERT	Michel	Maître de recherche	KAMARINOS	Georges	Maître de recherche
ANSARA	Ibrahim	Maître de Recherche	KLEITZ	Michel	Maître de recherche
ARMAND	Michel	Maître de recherche	LANDAU	Ioan-Dore	Maître de recherche
BINDER	Gilbert		LASJAUNIAS	J.C.	
CARRE	René	Maître de recherche	MERMET	Jean	Maître de recherche
DAVID	René	Maître de recherche	MUNIER	Jacques	Maître de recherche
DEPORTES	Jacques		PIAU	Monique	
DRIOLE	Jean	Maître de recherche	PORTESEIL	Jean Louis	
GIGNOUX	Damien		THOLENCE	Jean Louis	
GIVORD	Dominique		VERDILLON	André	
GUELIN	Pierre				

Chercheurs du Ministère de la Recherche et de la Technologie (Directeurs et Maîtres de recherche - E.N.S. Mines de Saint Etienne)

LESBATS	Pierre	Directeur de recherche	LALAUZE	René	Maître de recherche
BISCONDI	Michel	Maître de recherche	LANCELOT	Francis	Maître de recherche
KOBYLANSKI	André	Maître de recherche	THEVENOT	François	Maître de recherche
LE COZE	Jean	Maître de recherche	TRAN MINH	Canh	Maître de recherche

.../...

Personnalités habilitées à diriger des travaux de recherche
(Décision du Conseil Scientifique)

E.N.S.E.E.G.

ALLIBERT	Colette	DIARD	Jean Paul	NGUYEN TRUONG	Bernadette
BERNARD	Claude	EUSTATOPOULOS	Nicolas	RAVAINE	Denis
BONNET	Roland	FOSTER	Panayotis	SAINFORT	(CENG)
CAILLET	Marcel	GALERIE	Alain	SARRAZIN	Pierre
CHATILLON	Catherine	HAMMOU	Abdelkader	SIMON	Jean Paul
CHATILLON	Christian	MALMEJAC	Yves (CENG)	TOUZAIN	Philippe
COULON	Michel	MARTIN GARIN	Régina	URBAIN	Georges (Laboratoire des ultraréfractaires. ODEILLO):

E.N.S.Mines Saint Etienne

GUILHOT	Bernard	THOMAS	Gérard	DRIVER	Julien
---------	---------	--------	--------	--------	--------

E.N.S.E.R.G.

BARIBAUD	Michel	CHEHIKIAN	Alain	HERAULT	Jeanny
BOREL	Joseph	DOLMAZON	Jean Marc	MONLLOR	Christian
CHOVET	Alain				

E.N.S.I.E.G.

BORNARD	Guy	KOFMAN	Walter	MAZUER	Jean
DESCHIZEAUX	Pierre	LEJEUNE	Gérard	PERARD	Jacques
GLANGEAUD	François			REINISCH	Raymond

E.N.S.H.G.

ALEMANY	Antoine	MICHEL	Jean Marie	ROWE	Alain
BOIS	Daniel	OBLED	Charles	VAUCLIN	Michel
DARVE	Félix			WACK	Bernard

E.N.S.I.M.A.G.

BERT	Didier	COURTOIS	Bernard	FONLUPT	Jean
CALMET	Jacques	DELLA DORA	Jean	SIFAKIS	Joseph
COURTIN	Jacques				

U.E.R.M.C.P.P.

CHARUEL	Robert
---------	--------

C.E.N.G.

CADET	Jean	JOUBE	Hubert (LETI)	PERROUD	Paul:
COEURE	Philippe (LETI)	NICOLAU	Yvan (LETI)	PEUZIN	Jean Claude (LETI)
DELHAYE	Jean Marc (STT)	NIFENECKER	Hervé	TAIEB	Maurice
DUPUY	Michel (LETI)			VINCENDON	Marc

Laboratoires extérieurs :

C.N.E.T.

DEMOULIN	Eric	GERBER	Roland	MERCKEL	Gérard
DEVINE	R.A.B.			PAULEAU	Yves

I.N.S.A. Lyon

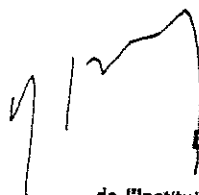
GAUBERT	C.
---------	----

Dernière page d'une thèse

VU

Grenoble, le 25 MARS 1983

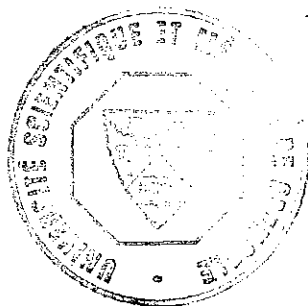
Le Président de la thèse



D. BLOCH
Président
de l'Institut National Polytechnique
de Grenoble

Grenoble, le 28-3-83

Le Président de l'Université Scientifique et Médicale



Le Président
M. T. M. R.



RESUME :

Nous décrivons dans ce mémoire la réalisation d'un réfrigérateur à dilution d' ^3He dans l' ^4He . Nous nous sommes attachés à le rendre facile à mettre en oeuvre.

Nous avons mis au point une méthode différentielle de mesures de chaleurs spécifiques. Cette technique utilise des thermocouples. Leur emploi a été rendu possible grâce à l'utilisation de picovoltmètres à hacheurs supraconducteurs qui présentent une sensibilité de $4 \cdot 10^{-15}$ V (pour une impédance de source nulle) comparable à celle du SQUID.

La résolution $\frac{\Delta C}{C}$ qui a été obtenue est inférieure à 10^{-4} entre 200 mK et 10 K.

MOTS-CLES :

Basses températures, Réfrigérateur à dilution, Picovoltmètre, Hacheur supraconducteur, Conduction thermique, Thermocouple AuFe, Mesure différentielle, Chaleur spécifique.