

THÈSE

présentée à

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

pour obtenir le titre de
DOCTEUR - INGÉNIEUR

par

Denis RUFIN

S U J E T

VERS L'OBSERVATION
DE LA STRUCTURE MAGNETIQUE
DE L' ^3He SOLIDE

Soutenue le 15 Mars 1982 devant la Commission d'Examen

D. BLOCH

Président

A. BENOIT

J. FLOUQUET

A. GREENBERG

J. SCHWEIZER

J. WINTER

} Examineurs

I N D E X

	Pages
Remerciements	1
<u>INTRODUCTION SUR L'³He</u>	2
<u>CHAPITRE I - DIFFRACTION DES NEUTRONS SUR L'³He</u>	8
I.1 - <u>Problèmes expérimentaux</u>	9
1.1 - Section efficace d'absorption	10
1.2 - Puissance dégagée	15
1.3 - L'idée : dissiper les produits de fission dans une poudre métallique	19
I.2 - <u>La cellule ³He</u>	20
2.1 - Choix	20
2.2 - Elaboration	22
2.3 - Caractéristiques	25
I.3 - <u>Intensité des raies nucléaires de l'³He</u>	29
3.1 - Diffusion des neutrons par la matière	29
3.2 - Diffraction par le réseau cristallin	33
3.3 - Mesures expérimentales sur l' ³ He et l' ⁴ He solide	37
<u>CHAPITRE II - MESURE DU REFROIDISSEMENT DE L'³He PAR NEUTRONS</u> <u>POLARISES</u>	49
Introduction	50
II.1 - <u>Mesures d'absorption dans l'³He</u>	51
1.1 - Principe	51
1.2 - Mesure du volume molaire de l' ³ He dans la cellule	52
1.3 - Dispositif expérimental : précision	55
II.2 - <u>Mesures de transmission de neutrons polarisés sur l'³He</u> <u>solide polarisé</u>	60
2.1 - Expériences de L. Passel et R.I. Schermer (1960)	60
2.2 - Transmission des neutrons polarisés au travers d'une cible de noyaux polarisés	61

II.3 - <u>Diffraction de neutrons polarisés sur une cible de noyaux</u>	
<u>polarisés</u>	68
3.1 - Amplitude de diffusion	69
3.2 - Intensité diffractée	71
3.3 - Application à la thermométrie	72
II.4 - <u>Observation de la transition magnétique de 1^3He solide</u>	
<u>avec les neutrons polarisés</u>	75
4.1 - Thermalisation de 1^3He solide dans la cellule	76
4.2 - Refroidissement de 1^3He solide à $V_M=23 \text{ cm}^3/\text{mole}$	78
4.3 - Refroidissement de 1^3He solide à $V_M=24,2 \text{ cm}^3/\text{mole}$	83
<u>CONCLUSION</u>	85
"Magnetic transition of solid ^3He observed by polarized neutrons"	87
Bibliographie	99
<u>ANNEXE 1</u> : Techniques de réfrigération	101
<u>ANNEXE 2</u> : Efficacité de transmission des neutrons polarisés	110
<u>ANNEXE 3</u> : Polarisation de la raie de Bragg	113
<u>ANNEXE 4</u> : Possibilité d'un spectre de poudre de ^3He à D1B	119
<u>ANNEXE 5</u> : Tableau de valeurs numériques	122

Le travail présenté dans ce mémoire a été réalisé en équipe avec la collaboration de MM. A. Benoit, J. Flouquet et J. Schweizer dans les laboratoires du C.R.T.B.T., de l'I.L.L. et du C.E.N.G.

Je voudrais leur témoigner ici toute mon amitié et leur exprimer ma reconnaissance pour m'avoir initié à la recherche et fait profiter de leurs compétences.

Je remercie Monsieur le Professeur Bloch de me faire l'honneur de présider le jury de cette thèse ainsi que MM. A. Greenberg et J. Winter qui se sont intéressés au sujet et participent au jury.

Je suis reconnaissant de l'aide et des suggestions que MM. B. Brochier, P. Convert, P. Burlet et J. Rossat-Mignod ont apportées à mon travail et du soutien de la société "L'Air Liquide".

Ma sympathie se porte vers tout le personnel des laboratoires qui a contribué à la réussite de ce travail : Mme Devillers pour la dactylographie, MM. Blein, Di Chiaro, Jureck, Mezin, Perli, que j'ai harcelé quotidiennement pour des réalisations technologiques, et M. Reynaud pour l'exécution des figures. J'associe également le personnel de la pile Mélusine pour sa compréhension et son aide efficace.

INTRODUCTION SUR L' ^3He

L' ^3He est le plus léger des gaz rares. Cette particularité donne lieu à des effets quantiques importants à basse température : le principe d'incertitude d'Heisenberg conduit à un recouvrement important des fonctions d'ondes entre atomes voisins appelé "mouvement de point zéro". Ce phénomène a deux conséquences :

- Le liquide est la phase stable à 0 K, le solide n'existant que pour une pression élevée de 34 atmosphères.

- Dans la phase solide les atomes peuvent permuter leurs positions affectant ainsi les propriétés magnétiques attendues. Pour l' ^3He dont le noyau porte un spin $I = 1/2$, les interactions dipolaires devraient conduire à un ordre magnétique nucléaire vers 10^{-6} K. Expérimentalement cet ordre a été observé en 1974 à 1,1 mK par W.P. Halperin (1).

On admet que la température élevée de cet ordre est la conséquence d'une interaction plus grande entre spins induite justement par l'échange entre les atomes.

Le liquide ^3He lui a les propriétés thermodynamiques et magnétiques qui s'interprètent dans le cadre de la théorie de Landau des liquides de Fermi. Ce modèle de quasi particules qui décrit le comportement d'un gaz d'électrons ne prévoit pas toutefois l'existence des phases superfluides de l' ^3He découvertes en 1971 par D.D. Osheroff à Cornell à $T = 2,7$ mK (2). C'est l'interaction attractive entre quasi particules qui conduit à la formation d'un état de paires BCS de type P comme cela existe dans les métaux supraconducteurs. Cependant, la différence essentielle étant l'impossibilité d'avoir un appariement de

type S, du fait du potentiel répulsif de coeur dur dans l' ^3He .

L'entropie du liquide qui décroît linéairement avec la température devient vers 0,32 K plus petite que celle du solide qui, elle, est associée au désordre des spins nucléaires $I = 1/2$ et vaut $R \log 2$ par mole ($T > 1 \text{ mK}$) (fig. 1). Ce phénomène est à l'origine d'un procédé de refroidissement par "effet Pomeranchuk" où un mélange de liquide et de solide ^3He est comprimé adiabatiquement de façon à former du solide plus entropique, ce qui provoque l'abaissement de température voulu (3).

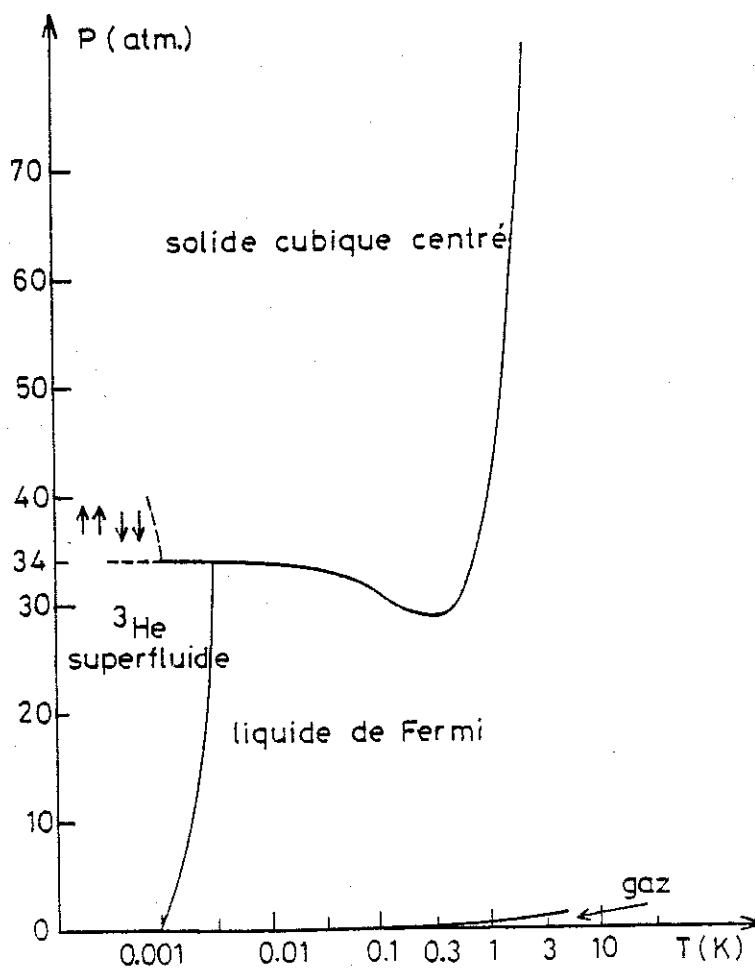


Figure 1 : Diagramme de phase de l' ^3He

La description théorique simple de l' ^3He solide consiste à considérer un hamiltonien d'Heisenberg étendu aux premiers voisins seulement :

$$H = -2J \sum_{i < j} \vec{S}_i \cdot \vec{S}_j$$

Dans cette hypothèse, les mesures de susceptibilité de haute température donnent une constante d'échange $J < 0$ et prévoient un ordre antiferromagnétique vers 2,8 mK. Les refroidissements par effet Pomeranchuk ont montré que le solide gardait plus d'entropie que prévu au-dessous de cette température et que la nature exacte de l'échange était donc différente. Depuis la découverte de cette transition à 1,1 mK (1) par mesure de chaleur spécifique ont été réalisées un certain nombre d'expériences qui ont permis de définir un diagramme de phase en champ.

Comme mesures, citons celles de la susceptibilité magnétique en champ nul jusqu'à 0,8 mK par J.M. Goodkind (6). D'autres mesures ont été faites sous champ jusqu'à 1,2 T par R.B. Kummer (7) et J.M. Goodkind (8) puis jusqu'à 7,2 T par H. Godfrin (9). Des mesures de RMN ont été réalisées plus récemment par D.D. Osheroff (11).

Dans le diagramme de phase, qui a été finalement proposé (voir figure 2), la phase à haut champ est de nature encore inconnue. Par contre, une structure magnétique a été proposée pour la phase à bas champ par Osheroff (figure 5) : cette structure antiferromagnétique, qui n'a plus la symétrie cubique, est formée dans la direction $[1,0,0]$ d'une séquence de plans parallèles de spins : $\uparrow\uparrow\downarrow\downarrow$.

Ce diagramme de phase a le privilège d'être situé dans une région d'ultra basses températures. Il faut savoir qu'à des températures 1000 fois plus élevées un composé comme CeSb présente un diagramme de phase plus varié que celui de l' ^3He solide actuellement connu avec une structure magnétique analogue à la séquence $\uparrow\uparrow\downarrow\downarrow$.

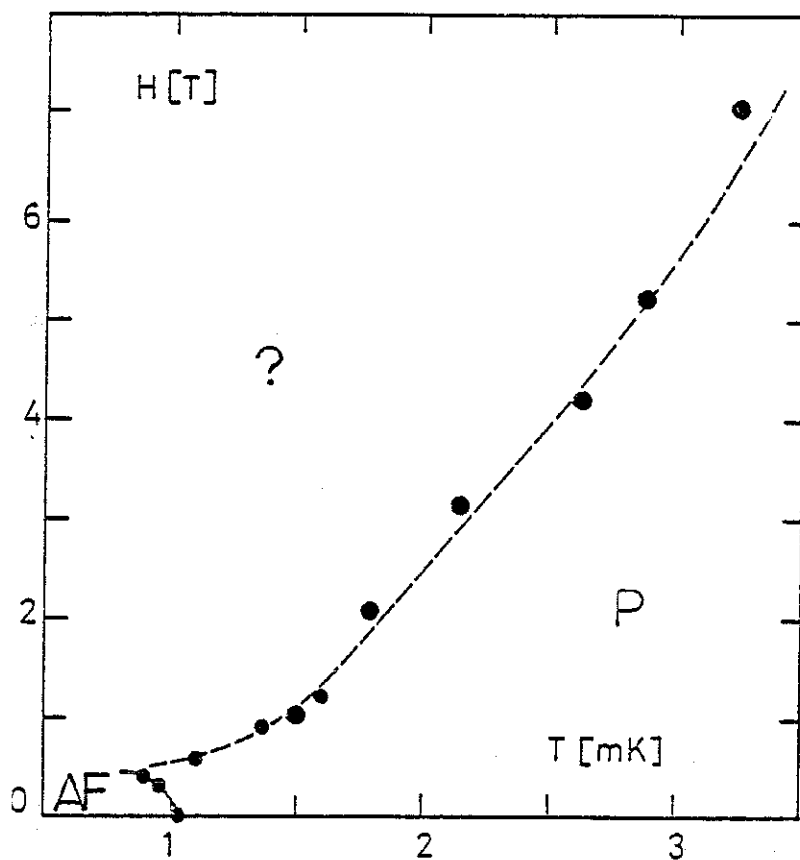


Figure 2 : Diagramme de phase en champ de ^3He solide

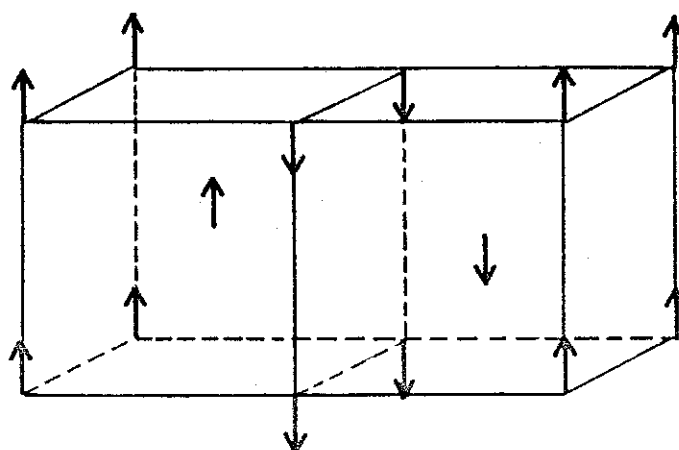


Figure 5 : Structure magnétique de ^3He solide proposée par D.D. Osheroff (11).

Les courbes d'entropie et d'aimantation en fonction de la température (figures 3 et 4) montrent enfin que la transition magnétique à 1 mK est du premier ordre.

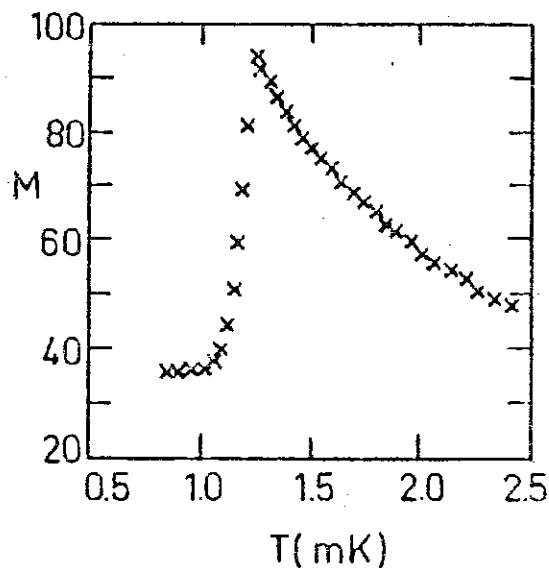


Figure 3 : Aimantation de l' ^3He solide ($V_M = 24,2 \text{ cm}^3/\text{mole}$) en fonction de la température, d'après (6).

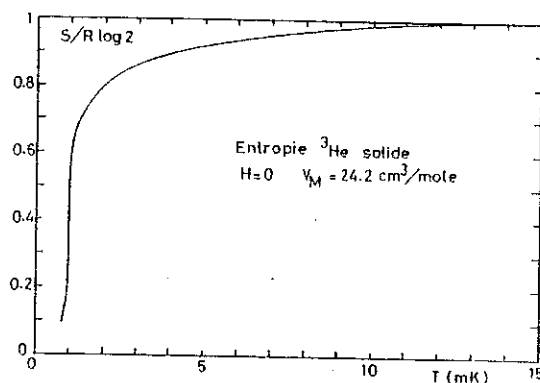


Figure 4 : Entropie de l' ^3He solide en fonction de la température, d'après (7).

Un certain nombre de modèles ont été élaborés pour interpréter les résultats disponibles. Le modèle actuellement retenu (J.M. Delrieu (5)) reprend l'idée de Thouless (1965) d'un échange à trois ou quatre atomes (4). Récemment, il a été souligné par une théorie du groupe de renormalisation que, vue la structure proposée, la transition magnétique était du premier ordre (10).

Une expérience de diffraction neutronique s'impose pour lever toute l'ambiguïté sur la structure des phases magnétiques. A priori elle apparaît comme extrêmement difficile à réaliser sur l' ^3He solide refroidi au-dessous de 10^{-3} K . Tout d'abord l'intensité des raies de structure est considérablement atténuée par l'absorption

importante des neutrons par l' ^3He mais également par un facteur de Debye-Waller très grand associé au mouvement de point zéro du solide quantique. Puis le problème cryogénique qui se pose est celui de thermaliser l' ^3He solide au-dessous de sa température d'ordre magnétique malgré l'énergie apportée par les produits de fission issus de la réaction de capture : $\text{neutron} + ^3\text{He} \rightarrow \text{proton} + \text{tritium} + 765 \text{ keV}$ la puissance dissipée par un flux de neutrons (absorbés) de 10^6 n/s étant de l'ordre de 1 erg/s (10^{-7} W). Nos expériences sur l' ^3He et les neutrons ont permis de résoudre ces problèmes de thermalisation et de développer des techniques originales de mesure sur l' ^3He (densité, aimantation et température) par transmission de neutrons polarisés. Nos essais de cristallisation des solides quantiques ^3He et ^4He ont apporté un résultat surprenant : c'est la possibilité d'obtenir un monocristal d'hélium solide dans un fritté métallique où la taille des pores est plus petite que le micron. Les essais de refroidissement d' ^3He solide faiblement polarisé ont permis de conclure sur la possibilité de réaliser un filtre pour neutrons à ^3He solide très polarisé (50 %) qui pourrait avoir une application intéressante dans le domaine de l'analyse de polarisation (12).

C H A P I T R E I

DIFFRACTION DES NEUTRONS SUR L' ^3He

I.1 - PROBLEMES EXPERIMENTAUX

Introduction

Les neutrons sont diffusés par la matière et donnent des raies de Bragg lorsque celle-ci est ordonnée au même titre que les rayons X, les longueurs d'ondes associées aux deux types de rayonnement étant semblables. Les rayons X qui sont diffusés par les électrons ne donnent pratiquement pas d'information sur le magnétisme de l'atome contrairement aux neutrons qui sont des particules neutres mais qui portent un spin nucléaire $s = 1/2$. Les interactions mis en oeuvre au cours du processus de diffusion d'un neutron par un atome sont de deux types :

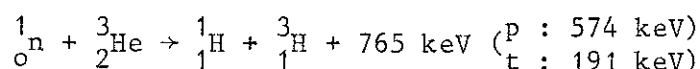
- interaction nucléaire : par l'intermédiaire de forces purement nucléaires qui dépendent de l'état de spin du système spin neutron + spin noyau ;

- interaction magnétique entre moment magnétique du neutron et moment magnétique de l'atome.

Lorsque les moments magnétiques des atomes d'un cristal s'ordonnent il apparaît des raies de diffraction caractéristiques d'une maille magnétique. De ce fait la diffraction neutronique est un outil unique pour la détermination des structures magnétiques.

Avec l' ^3He la diffraction neutronique est possible grâce à l'interaction nucléaire dépendant du spin mais elle pose de nombreux problèmes expérimentaux (aucun spectre de diffraction n'avait été observé préalablement à cette étude) :

Généralement, lors de l'interaction d'un neutron avec le noyau d'un atome, une fraction plus ou moins importante de l'intensité du rayonnement incident est absorbée, une autre diffusée contribue à la diffraction élastique et inélastique. Avec l' ^3He la partie absorbée est considérable en raison de sa grande section efficace d'absorption : $\sigma_a = 5330$ barn à $1,8 \text{ \AA}$ (13). L'énergie dissipée lors de cette réaction de capture



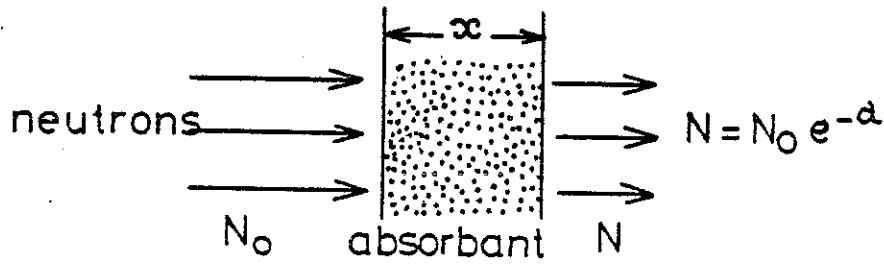
est importante si on considère le grand nombre de neutrons mis en oeuvre dans une expérience de diffraction neutronique. Le problème cryogénique qui se pose alors est celui de thermaliser l' ^3He solide.

I.1.1 - Section efficace d'absorption

La matière est environ 1000 fois moins absorbante aux neutrons qu'aux rayons X. Quelques exceptions toutefois : l' ^3He qui est utilisé comme le bore dans les compteurs à gaz pour neutrons, le cadmium, le samarium et le gadolinium pour ne citer que les principaux.

Du point de vue quantitatif, le phénomène d'absorption d'un neutron par un noyau d' ^3He est un processus aléatoire de type Poisson caractérisé par une section efficace d'absorption σ_a qui varie linéairement avec la longueur d'onde λ des neutrons.

$$\text{Pour } {}^3\text{He} \quad \sigma_a / \lambda = 2962 \pm 5 \text{ b/\AA} \quad (1 \text{ barn} = 10^{-24} \text{ cm}^2)$$



- α : Coefficient d'absorption $= \sigma_a n x$
 n : Densité de l'absorbant $= N_A / V_M$ (atomes/cm³)
 N_A : Nombre d'Avogadro $= 6,023 \cdot 10^{23}$ atomes
 ℓ_a : Longueur d'absorption $= 1 / \sigma_a n$

Cas de l'³He : $\ell_a (\mu\text{m}) = 5,60 \frac{V_M}{\lambda} (\text{cm}^3/\text{mole} \cdot \text{\AA})$

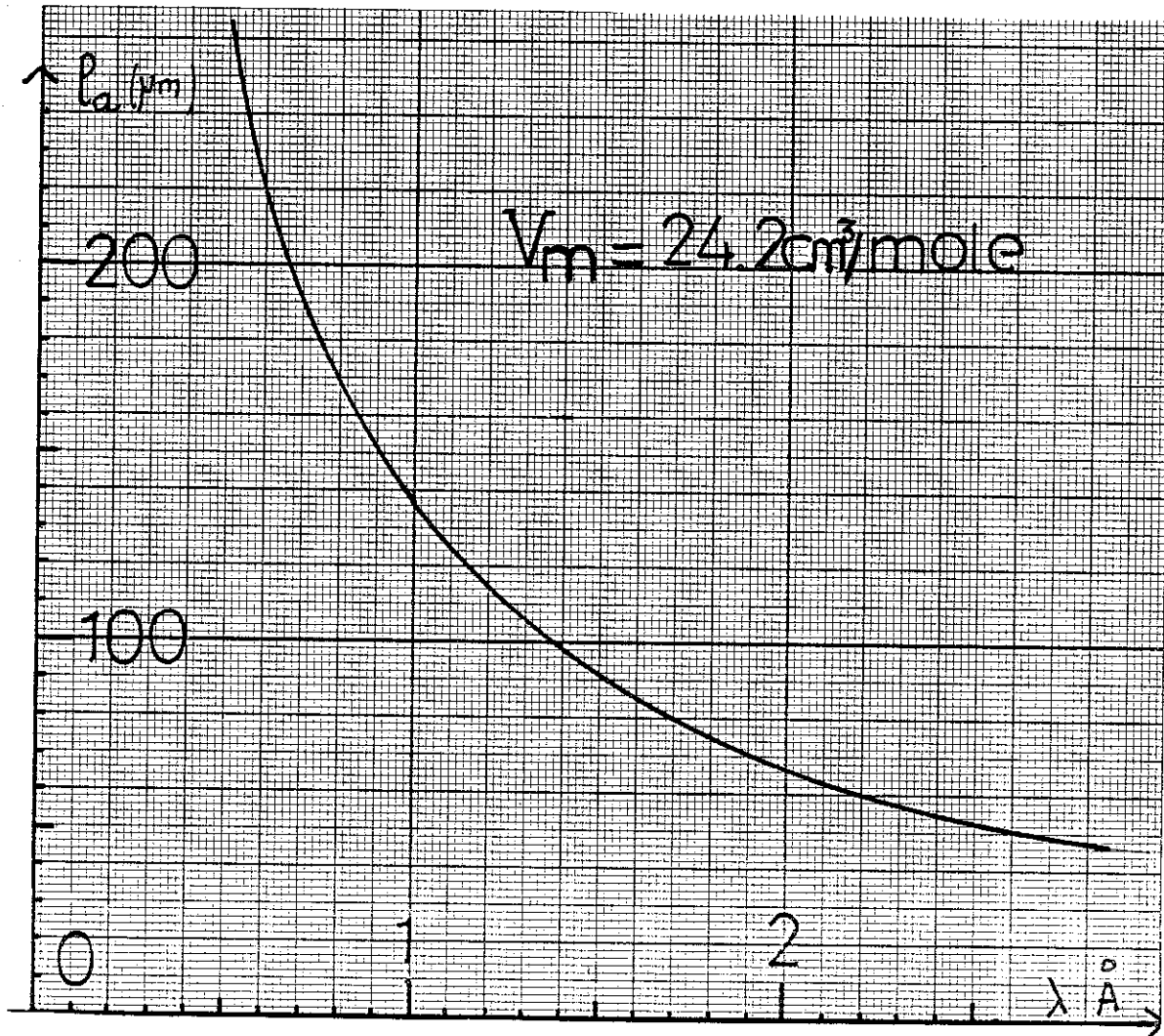


Figure 5
Longueur d'absorption des neutrons dans l'³He solide

a) Choix de l'épaisseur d' ^3He

La géométrie en transmission que nous avons choisie pour la diffraction sur l'échantillon d' ^3He solide conduit à limiter l'épaisseur d' ^3He traversée par les neutrons à une valeur optimum que nous allons déterminer :

Le signal nucléaire transmis par un échantillon mince d' ^3He solide d'épaisseur x est proportionnel à la quantité :

$$x e^{-\sigma_a n x}$$

(en se plaçant aux petits angles et en négligeant les phénomènes d'extinction). Ce produit est optimisé pour une valeur de $x = 1/\sigma_a n$ qui est la longueur d'absorption ℓ_a dépendant de la longueur d'onde λ des neutrons et de la densité n de l' ^3He . La figure 5 contient un abaque permettant d'obtenir géométriquement cette valeur de ℓ_a en fonction de λ et du volume molaire V_M . En particulier, à 0 K, le volume molaire de l' ^3He solide sur la courbe de fusion étant $V_M = 24,2 \text{ cm}^3/\text{mole}$, on voit que cette valeur conjuguée à une longueur d'onde des neutrons de $\lambda = 1 \text{ \AA}$ donne une épaisseur d' ^3He optimum $\ell_a = 130 \text{ }\mu\text{m}$ qui sera approximativement celle de notre cellule ^3He .

b) Ralentissement des produits de fission proton + triton dans l' ^3He

Les particules chargées proton + triton qui sont issues de la réaction de capture d'un neutron par l' ^3He interagissent avec la matière environnante en ionisant des atomes jusqu'à l'épuisement de leur énergie. La longueur du parcours de ralentissement R dépend de l'énergie initiale de la particule et du pouvoir d'arrêt ϵ du matériau absorbant. Ce paramètre est défini par :

$$\varepsilon(E) = \frac{1}{n} \frac{dE}{dx}(E) \quad \text{eV/cm}$$

n : la densité du milieu absorbant en atomes/cm³

E : énergie en eV

x : en cm

Le pouvoir d'arrêt varie sensiblement comme $\sqrt{Z}$ où Z est le numéro atomique de l'élément considéré.

La figure 7 donne les mesures faites sur le pouvoir d'arrêt de l'He pour les protons. Cette courbe est utilisable pour évaluer le ralentissement des tritons d'après la relation

$$\varepsilon_t(E) = \varepsilon_p\left(\frac{E}{3}\right)$$

Le parcours de ralentissement $R(E)$ de la particule ionisante d'énergie initiale E est l'intégrale :

$$R(E) = \frac{1}{n} \int_0^E \frac{-dE}{\varepsilon(E)}$$

On a de même pour les tritons d'énergie E :

$$R_t(E) = \frac{1}{3} R_p\left(\frac{E}{3}\right)$$

Lorsque le volume molaire diminue le parcours R diminue d'autant :

$$R(V_M) = \frac{V_M}{V_M^0} R(V_M^0)$$

Cette dernière relation permet d'utiliser les mesures faites sur l'³He gazeux T.P.N et d'en déduire le parcours à plus haute densité.

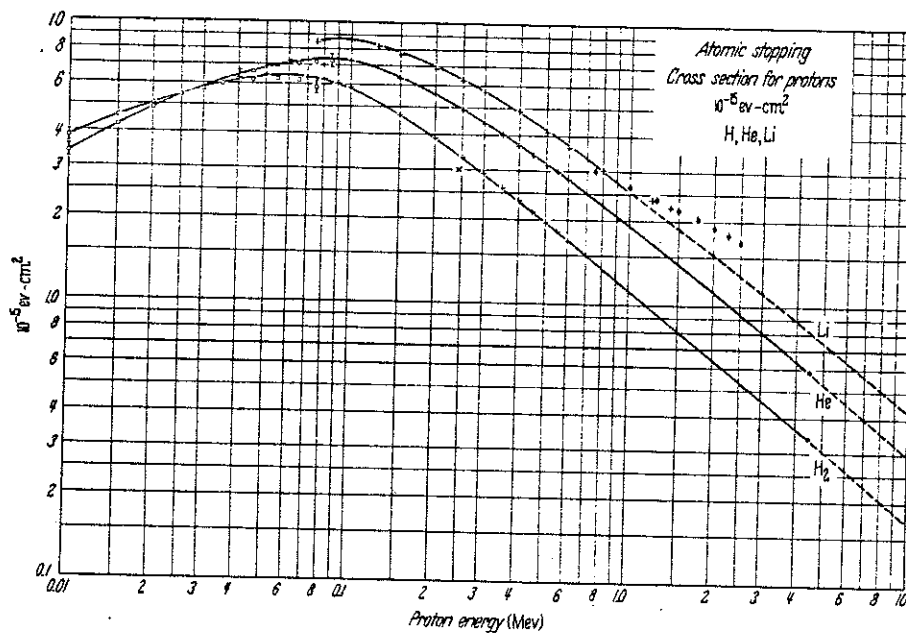


Figure 7 : Pouvoir d'arrêt de l'He pour les protons d'après W. Whaling (14)

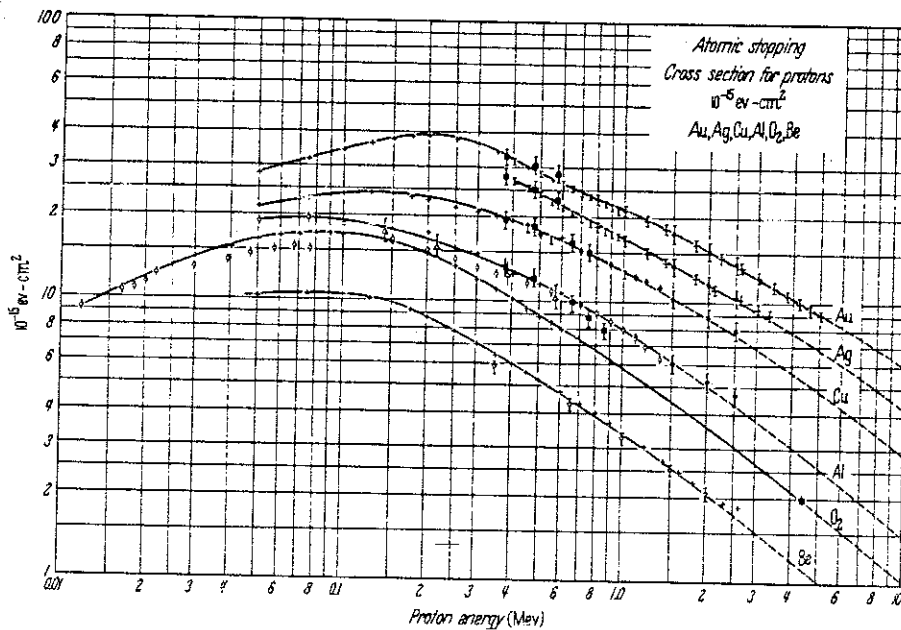


Figure 8 : Pouvoir d'arrêt de quelques métaux pour les protons, d'après W. Whaling (14)

Etat de $1'^3\text{He}$:	V_M cm ³ /mole	n mole/cm ³	R_p (574 keV)	R_t (191 keV)
^3He gaz T.P.N :	22400	$4,46 \cdot 10^{-5}$	5,3 cm	3,75 cm
^3He solide 0 K, 34 atm. :	24,2	$4,1 \cdot 10^{-2}$	57 μm	41 μm

c) Ralentissement des produits de fission dans quelques métaux

Nous indiquons le pouvoir d'arrêt de quelques métaux utilisables pour le refroidissement de l'hélium solide et compatibles avec les neutrons (figure 8) ainsi que les parcours de ralentissement des protons correspondants. (Pour l'argent nous avons utilisé des données de Wayne, Green et al. (15)).

Parcours de ralentissement des protons dans les métaux (et $1'^3\text{He}$) (d'après Whaling - 14).

	Z : numéro atomique	R_p (750 keV) μm
^3He solide 0 K	2	57
Aluminium	13	9,5
Cuivre	29	4,7
Argent	47	4,5
Or	79	4,3

I.1.2 - Puissance dégagée

a) Energie dissipée lors d'une capture

L'énergie dissipée par les produits de fission peut atteindre des valeurs prohibitives avec les flux de neutrons importants qu'il est nécessaire de mettre en oeuvre pour observer des signaux de diffraction. Une désintégration produit une énergie q_0 :

$$q_0 = 765 \times 10^3 \times 1,6 \cdot 10^{-19} = \underline{1,2 \cdot 10^{-13} \text{ Joule}}$$

La durée de l'expérience pendant laquelle des neutrons pourront donner une information sur la structure magnétique va être nécessairement limitée par le réchauffement du solide au-dessus de T_N . Le temps de mesure t_0 va dépendre de l'entropie magnétique disponible jusqu'à T_N .

b) Temps de réchauffement

Les mesures thermodynamiques effectuées sur l' ^3He solide indiquent que le passage de la transition magnétique s'accompagne d'une variation d'entropie ΔS_0 (voir fig. 5) qui a été mesurée par W.P. Halperin (16) :

$$\Delta S_0 \approx 0,44 R \log 2 \text{ par mole}$$

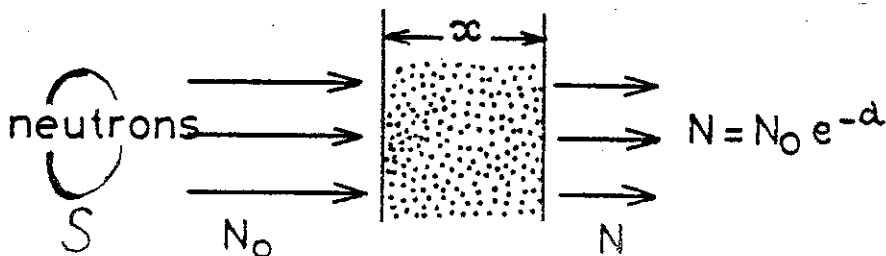
La chaleur Q_0 nécessaire pour produire une telle variation d'entropie vaut sensiblement par mole

$$Q_0 \approx T_N \Delta S_0$$

soit

$$\underline{Q_0 = 2,52 \text{ mJ/mole}}$$

Considérons une cible plate d' ^3He irradiée par un faisceau uniforme de neutrons N_0 (par unité de surface et par seconde)



Si S est la section du faisceau on a :

* Nombre de moles d' ^3He irradiées dans le volume $x.S$

$$\frac{x.S}{V_M} = \frac{\alpha.S}{\sigma_a N_a} \left(\text{en remplaçant } x \text{ par } \frac{\alpha V_M}{\sigma_a N_A} \right)$$

* Nombre de neutrons absorbés dans la cible pendant t_o : $N_o S (1 - e^{-\alpha}) t_o$

* Si tous les produits de fission sont ralentis dans ^3He ($\ell_a > R_p$)

Le bilan énergétique est alors :

$$N_o S (1 - e^{-\alpha}) t_o q_o = Q_o \frac{\alpha.S}{\sigma_a N_A}$$

$$t_o = \frac{Q_o}{q_o} \cdot \frac{\alpha}{e^{\alpha} - 1} \cdot \frac{1}{\sigma_a N_A N_o} \quad (\text{car } S \text{ s'élimine})$$

Valeurs typiques : flux : $N_o = 10^4 \text{ n/s}$
 longueur d'onde : $\lambda = 1 \text{ \AA}$ ($\sigma_a = 3000 \text{ b}$)
 cellule : $x = \ell_a$ ($\alpha = 1$)

$$t_o \approx 700 \text{ s}$$

c) Conséquences sur la possibilité de réaliser l'expérience

Dans ^3He les sections efficaces de diffusion cohérentes et incohérentes sont assez grandes ($\sigma_{\text{coh}} = 4,8 \text{ b}$; $\sigma_{\text{inc}} = 1,2 \text{ b}$), de l'ordre du barn. Mais l'intensité des raies de diffraction est considérablement diminuée par une section efficace d'absorption 1000 fois plus importante, et par une atténuation supplémentaire d'un facteur 10 relative au facteur de Debye-Waller associé aux solides quantiques.

Les deux types de diffraction qui sont envisagés plus loin, poudre et monocristal, conduisent à refroidir plusieurs fois l' ^3He solide au-dessous de sa transition magnétique pour des raisons différentes :

- Diffraction de poudre : On utilise un échantillon formé d'un très grand nombre de petits cristaux (de l'ordre de 10^4 selon le diffractomètre) d'orientation aléatoire dont un certain nombre forcément en position de diffraction contribuent au signal. Cette méthode, qui a d'abord été envisagée, a l'avantage de fournir toute l'information sur la structure magnétique avec un signal cependant très faible (voir au I.3.3.), nécessitant justement plusieurs refroidissements. Expérimentalement, ce type de diffraction a été abandonné en raison de l'impossibilité d'obtenir une poudre d'hélium solide.

- Diffraction sur un monocristal : Le signal de diffraction est beaucoup plus intense que celui donné par une poudre mais le nombre de refroidissements est grand si la structure magnétique est complexe (il faut rechercher les réflexions possibles dans le réseau réciproque).

Les problèmes cryogéniques liés à la thermalisation de l' ^3He permettent de réaliser un à deux spectres froids par jour. Le nombre de jours de faisceaux par an accordé aux physiciens est forcément limité si l'on tient compte du nombre restreint de conduits de neutrons adaptés pour une expérience donnée et des demandes formulées par l'ensemble de la communauté scientifique. On comprend que cette expérience était pratiquement impossible à réaliser dans le cadre d'une expérience standard à l'ILL où, néanmoins, nous avons fait quelques essais en raison des délais importants de mise au point.

I.1.3 - L'idée : dissiper les produits de fission dans une poudre métallique

Le handicap créé par le chauffage des neutrons sur 1^3He peut être atténué si l'énergie des produits de fission est détournée directement vers la source froide (désaimantation nucléaire) dont la capacité calorifique est bien plus grande que celle de 1^3He solide à T_N . Les techniques de refroidissement de l'hélium aux très basses températures ont permis de résoudre en partie les problèmes de thermalisation à l'interface hélium-parois connus sous le nom de résistance de Kapitza. Les très grandes surfaces d'échange nécessaires au transfert thermique à basse température ($T < 10 \text{ mK}$) sont obtenues grâce à des structures poreuses formées de poudre métallique très fine ($700 \text{ \AA}$) frittée.

Imaginons de 1^3He solide refroidi dans une telle éponge métallique où la taille des porosités est comparable à celle des grains de poudre frittés ensemble. Le parcours de ralentissement des produits de fission (proton + triton) dans 1^3He solide à 0 K , de l'ordre de $50 \mu\text{m}$, doit être comparé à la taille moyenne des grains d' 1^3He dans la poudre métallique frittée (voir fig. 9). Parallèlement, la distance séparant deux grains d' 1^3He qui dépend de la dimension de la poudre utilisée et de la réalisation du frittage doit être comparée au parcours de ralentissement des particules chargées dans le métal (de l'ordre de $5 \mu\text{m}$). L'énergie absorbée dans le métal ne peut être dissipée dans 1^3He isolé thermiquement par la résistance de Kapitza. Elle est transportée préférentiellement vers la source froide métallique.

Si la géométrie du fritté est telle que 90 % des produits de fission sont ralentis dans le métal, alors l'énergie dissipée dans 1^3He sera diminuée d'un facteur 10 et le temps de comptage des neutrons augmenté du même facteur.

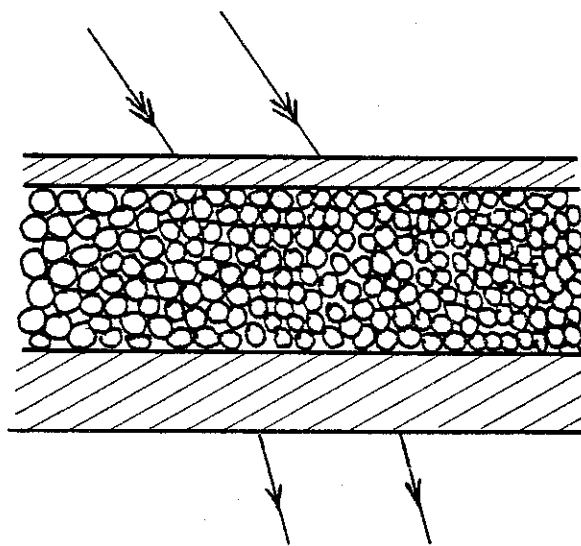


Figure 9 : Schéma d'un fritté

I.2 - LA CELLULE ^3He

I.2.1 - Choix

Notre échantillon est conçu pour avoir une épaisseur effective d' $^3\text{He} \approx 100 \mu\text{m}$ dans une poudre métallique frittée sur deux parois minces de métal offrant au faisceau de neutrons une fenêtre de l'ordre de 4 cm^2 (fig. 10). Nous utilisons des métaux bon conducteurs comme le cuivre et l'argent qui existent en poudre très fine et peuvent être frittés. Il faut tenir compte de l'absorption, du bruit de fond incohérent et des raies nucléaires provenant des métaux utilisés lorsque le signal à mesurer est faible. A ce titre, l'aluminium serait parfait du point de vue conductivité et neutrons, mais il n'est pas possible de le fritter du fait de sa couche d'oxydation. La thermalisation de l' ^3He avec la source froide (cryostat à dilution + désaimantation nucléaire) devient difficile au-dessous de 10 mK et dépend beaucoup de la qualité du fritté à surface d'échange égale. Il faut prendre en compte une série de mécanismes de conduction :

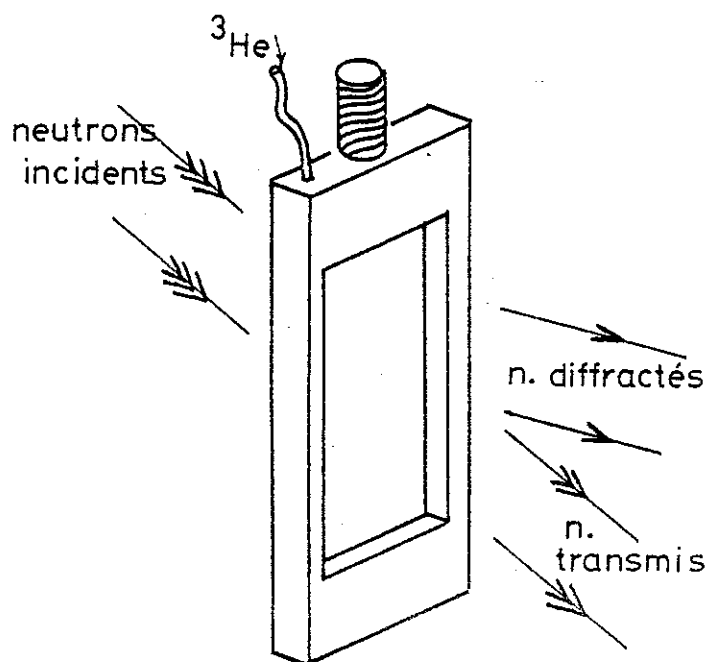
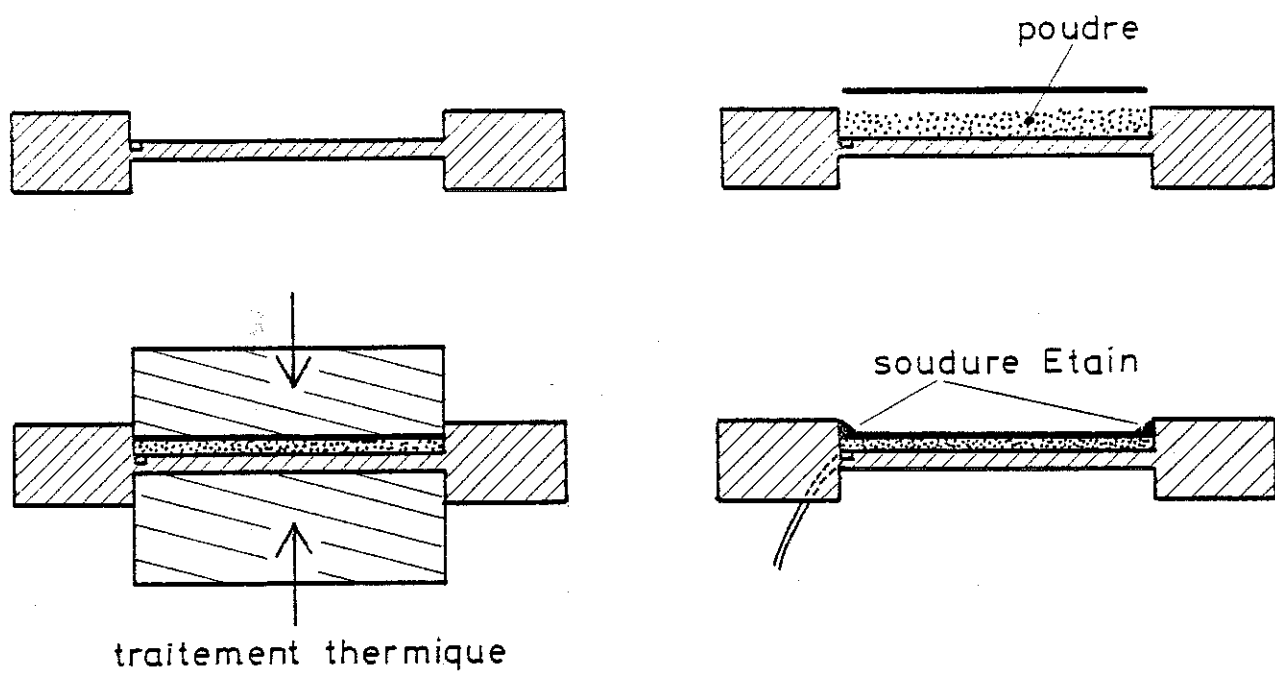


Figure 10 : La procédure de fabrication d'une cellule

- * au sein du solide ^3He
- * à l'interface ^3He - poudre
- * dans la poudre
- * au contact poudre - parois

(voir II.3 "Refroidissement de l' ^3He solide au-dessous de 1 mK"). Ces mécanismes sont mal connus au-dessous de 10 mK pour l' ^3He solide, notamment car les théories ne s'appliquent pas dans ces milieux poreux où la taille des grains ($< 1 \mu\text{m}$) est inférieure au libre parcours moyen des excitations élémentaires (phonons, électrons) de l'ordre de quelques microns (32).

Notre démarche a été avant tout expérimentale et a consisté à tenter de thermaliser l' ^3He dans la géométrie de la cellule. Nous n'avons pas fait d'étude très approfondie de ces phénomènes dans la mesure où nos essais de refroidissement se sont révélés concluants.

I.2.2 - Elaboration

a) Description

La cellule est formée à partir d'une plaque métallique (cuivre OFHC ou argent 99,999 %) de 6 mm d'épaisseur dans laquelle sont taillées deux cavités opposées offrant une fenêtre d'environ 4 cm^2 aux neutrons. La poudre métallique comprimée dans l'une de ces cavités où ont été ménagées des entailles et des orifices pour le remplissage de l' ^3He est frittée entre le fond de la cavité et une plaque métallique mince qui est ensuite soudée à l'étain pour assurer l'étanchéité (fig.10).

b) Traitement thermique

Nous avons utilisé de la poudre de cuivre de $2 \mu\text{m}$ sur un substrat de cuivre et de la poudre d'argent de $700 \text{ \AA}$ sur un substrat de

cuivre (argenté par électrolyse) ou d'argent. La poudre est préalablement pressée et maintenue serrée lors du passage au four grâce à un moule pour tenter de réaliser une parfaite adhésion entre grains d'une part et aux contacts grain-parois d'autre part. Nous n'avons pas fait d'étude systématique sur les conditions de traitement thermiques, la qualité du fritté ne pouvant finalement être appréciée que lors des essais de refroidissement. L'objectif prioritaire consiste premièrement à réaliser une adhésion parfaite du fritté aux parois sans boucher l'ensemble (état métallique) et deuxièmement à assurer l'étanchéité de la cellule à la pression de solidification de l'hélium.

Traitement thermique : (réalisé au CRTBT par MM. Battuz et Rosso)

	t °C	temps	atmosphère
Poudre de cuivre	560°C	6 h	H ₂
Poudre d'argent	300°C	30 mm	He

c) Tenue mécanique

A la différence des échangeurs frittés des cryostats à dilution dont s'inspirent ces techniques et qui fonctionnent à basse pression, notre cellule doit supporter une pression intérieure très élevée (45 atm) pour solidifier l'³He à haute température (1,2 K). Nous avons rencontré des difficultés pour éviter le décollement du fritté sous l'effet de la pression lorsque l'adhésion n'est pas parfaite, notamment au niveau de la paroi mince formant le couvercle. Certains paramètres comme l'état de surface des parois, l'homogénéité du remplissage et le serrage de la poudre sont difficilement contrôlables. Un serrage important de la poudre (> 10 tonnes/cm²) favorise l'adhésion du fritté aux parois (au niveau du couvercle notamment) comme un traitement thermique plus poussé. Mais ces conditions entraînent soit le bouchage définitif du fritté par déformation plastique, soit une perte considérable de la surface d'échange. Actuellement, nous fabriquons des cellules qui supportent une pression de 80 atmosphère.

d) Evolution des techniques : essais de cristallisation

Nos premiers essais ont porté sur la poudre de cuivre de 2 μm qui se fritte assez bien dans les conditions décrites précédemment. A cette époque, nous pensions obtenir une poudre d' ^3He solide à l'intérieur de cette éponge métallique et avons fait quelques tentatives de recherche des raies nucléaires sur un diffractomètre de poudre (D1B, D2 à l'ILL). Cette hypothèse nous obligeait à fabriquer nos cellules en prenant beaucoup de soin sur la quantité de matière traversée par les neutrons en raison de la valeur très faible du signal de diffraction de l' ^3He dans cette géométrie. Par la suite, après avoir fait des essais avec l' ^4He nous nous sommes rendus compte que le fritté ne contenait pas de poudre d'hélium solide mais un certain nombre de gros cristaux. Une technique de recuit appropriée consistant à chauffer le solide très lentement sur la courbe de fusion nous a permis d'obtenir un état monocristallin (dans la poudre frittée) avec, par conséquent, un gain énorme en signal de diffraction.

Par la suite, lors des premiers essais de refroidissement de l' ^3He par désaimantation nucléaire, nous n'avons pas pu thermaliser l' ^3He solide au-dessous de 2,5 mK dans une cellule contenant de la poudre de cuivre frittée de 2 μm de diamètre. Nous avons alors décidé d'essayer de la poudre d'argent de 700 Å dans le but d'augmenter la surface d'échange (d'un facteur 30 théoriquement). Avec cette poudre s'est posé le problème de l'adhésion du fritté au niveau des parois mais également celui de la tenue mécanique du fritté lui-même. Ce problème n'a pu être contourné qu'en maintenant la cellule serrée grâce à deux pièces en aluminium (A5) peu opaques aux neutrons et réunies par deux vis en laiton de façon à réaliser un bon contact thermique avec la cellule (fig. 11).

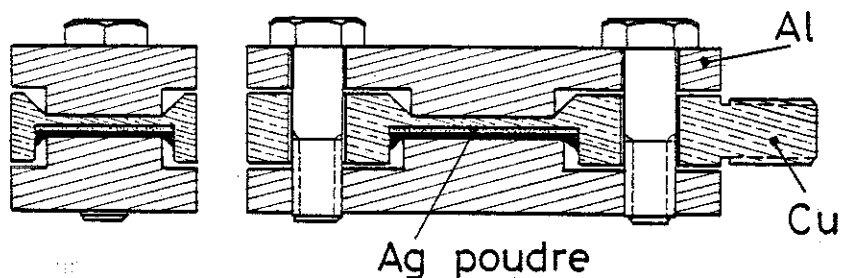


Figure 11 : Cellule argent avec moules en aluminium

Nous ne pouvons pas conclure sur les mérites comparés des poudres d'argent et de cuivre parce que les premiers essais de refroidissement avec la poudre de cuivre se sont déroulés dans des conditions où les pertes thermiques étaient très importantes. Ajoutons à cela que les informations relatives à la cristallisation de l'hélium solide dans la cellule ont été en grande partie obtenues dans de la poudre de cuivre de 2 μm puis confirmées récemment par la poudre d'argent.

I.2.3 - Caractéristiques

A l'issue des essais de faisabilité de l'expérience de diffraction des neutrons sur l' ^3He solide à 1 mK nous avons effectué quelques mesures susceptibles de donner des indications sur la nature de la géométrie de la poudre frittée dans la cellule. Ces mesures d'homogénéité (sur un fritté de cuivre uniquement) et de surface d'échange (Cu et Ag) ont confirmé l'idée approximative initiale d'un fritté formé de grains

de poudre soudés ensemble, schématisé à la figure 9 et dont témoigne la photo d'un échantillon de poudre frittée, fig. 12.

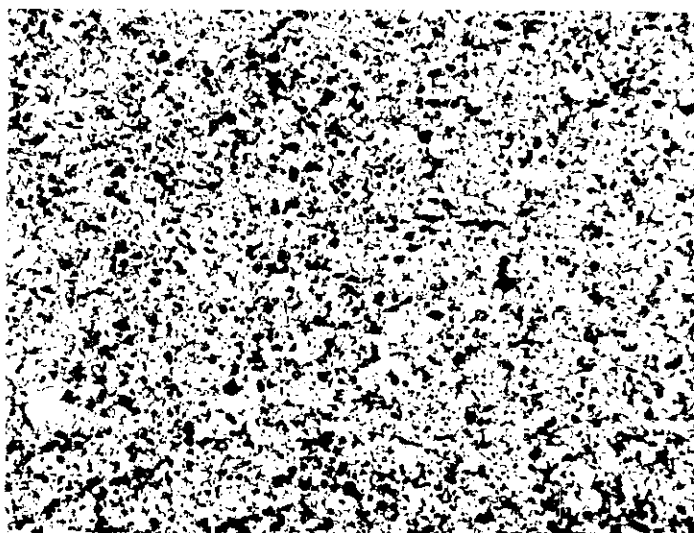


Figure 12 : Poudre de cuivre ($2\ \mu\text{m}$) frittée.
Photo microscope optique
($1\ \text{mm} = 3,3\ \mu\text{m}$) *
région sombre = cavité
région claire = métal
* réalisée par J. Palleau

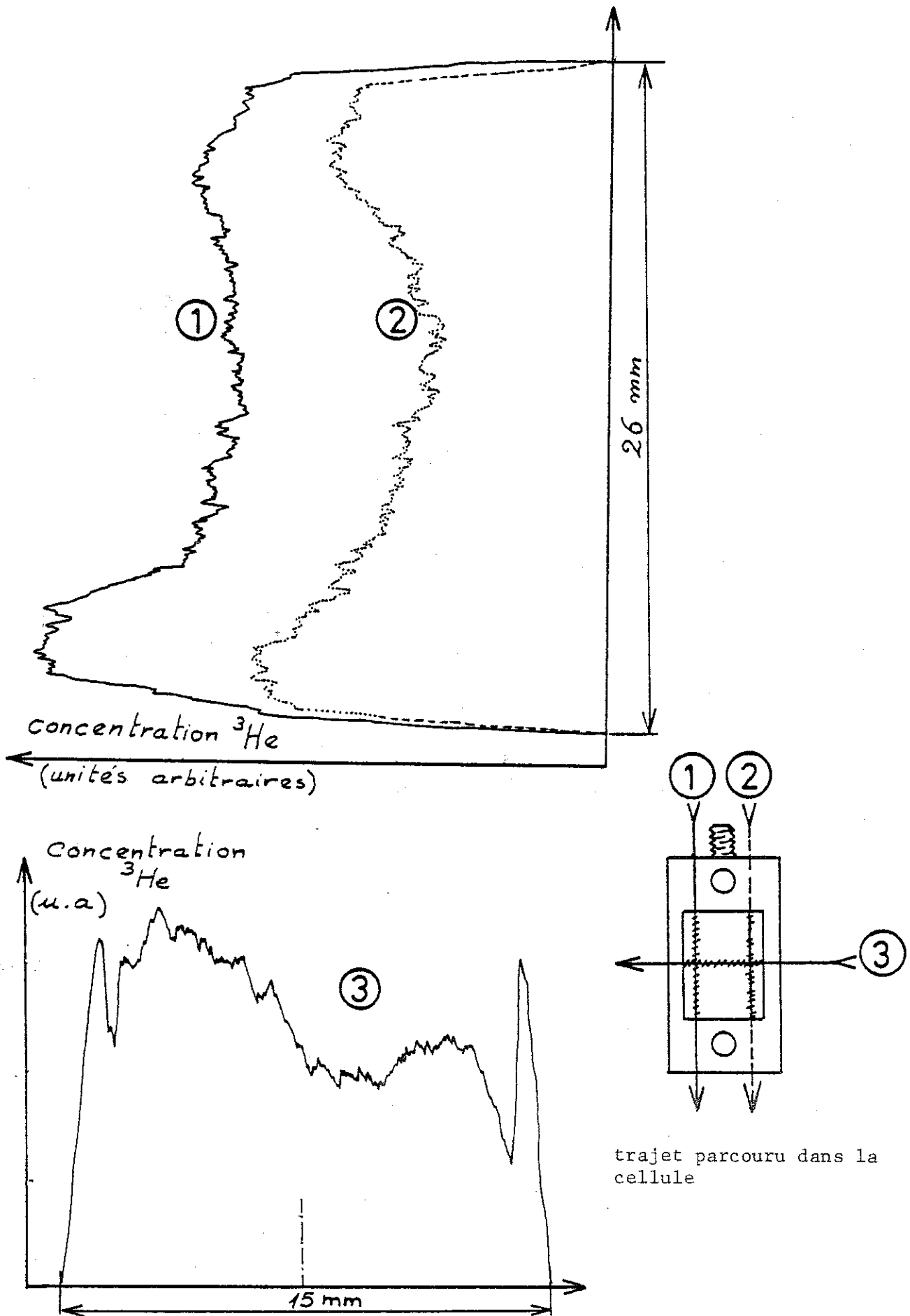
a) Homogénéité

Les défauts d'homogénéité de poudre dans le fritté peuvent affecter les mesures aux neutrons car la section efficace d'absorption très grande de 1^3He rend très sensible toute variation de l'épaisseur effective d' ^3He traversée par les neutrons dans la cellule. Nous avons étudié sur une cellule (Cu) l'homogénéité du fritté grâce à des mesures de neutrographie. Cette méthode, analogue à la radiographie, est basée sur l'opacité de la matière aux neutrons. La cellule remplie d' ^3He à 20°C sous une pression de 50 atm. a été photographiée aux neutrons en transmission. Puis le négatif obtenu a été soumis à des mesures de densitométrie optique selon trois trajets différents (1), (2), (3) qui sont représentés à la figure 13.

b) Surface d'échange

La thermalisation de 1^3He dans la cellule nécessite une surface d'échange importante en raison de la résistance de contact helium-parois. Cette surface est calculable dans le cas idéal d'un empilement

Figure 13 : Analyse densitométrique d'un cliché de
neutrographie d'une cellule ^3He



compact de grains de poudre sphériques de diamètre d dans un volume V .
La valeur théorique est alors :

$$S_t = 12 \frac{V}{d}$$

Dans la pratique, les grains de poudre utilisés ne sont pas vraiment sphériques et les procédures de compactage et de traitement thermique réduisent substantiellement la surface d'échange théoriquement disponible.

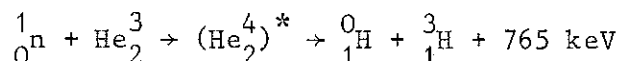
Il était intéressant de comparer cette valeur théorique à la valeur réelle mesurée par adsorption. Cette méthode assez sûre consiste à tracer l'isotherme d'adsorption d'un gaz rare (le krypton) dans la cellule refroidie à la température de l'azote liquide. La courbe présente une série de paliers indiquant la formation successive des couches d'atomes. En particulier, la mesure du volume nécessaire pour former la première couche est une indication de la surface d'échange offerte par le milieu étudié. Nous avons fait faire des mesures sur deux cellules de nature différente (17) :

Cellule	Poudre utilisée Diamètre	Volume du fritté cm^3	Surface théorique (m^2)	Surface mesurée (m^2)
1	Cuivre 2 μm	0,3	1,8	0,6
2	Argent 700 Å	0,1	17	1

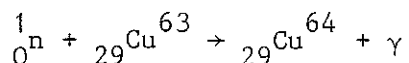
I.3 - INTENSITE DES RAIES NUCLEAIRES DE L'³He

I.3.1 - Diffusion des neutrons par la matière : Voir "Neutron diffraction" de G.E. Bacon (18) ou "Thermal neutron scattering" de G.L. Squires (19).

Un faisceau de neutrons qui pénètre dans la matière subit un certain nombre de phénomènes dont le premier est l'absorption d'une partie du rayonnement par réaction de capture nucléaire illustrée parfaitement par l'³He dans le cadre de notre expérience :



mais également par le cuivre où la capture produit l'émission d'un γ :



Le reste du rayonnement est diffusé de deux façons :

- * la périodicité des atomes crée des interférences : c'est la diffraction
- * il n'y a pas d'interférence : c'est la diffusion diffuse

Dans les deux cas le processus peut être élastique si l'énergie se conserve ou inélastique dans le cas contraire (changement de longueur d'onde).

a) Amplitude de diffusion

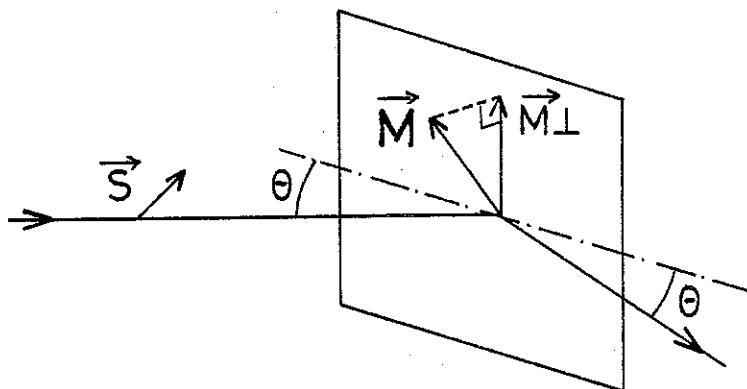
Les rayons X interagissent avec le nuage électronique dont la dimension caractéristique est comparable à celle de la longueur d'onde du rayonnement. L'amplitude de diffusion contient un facteur de forme qui dépend fortement de l'angle d'incidence. Avec les neutrons le potentiel d'interaction neutron-noyau a un rayon d'action très petit vis à

vis de la longueur d'onde du rayonnement. Autrement dit, le facteur de forme est constant et l'interaction est caractérisée par une amplitude de diffusion b mesurée expérimentalement car la nature exacte du potentiel d'interaction neutron-noyau n'est pas connue théoriquement.

La diffusion des neutrons par la matière est beaucoup plus complexe que celle des rayons X dans la mesure où elle fait intervenir la nature isotopique, le spin électronique et nucléaire de l'atome diffuseur. L'amplitude de diffusion d'un atome est donnée par l'expression :

$$b = \bar{b} + 2A\vec{M}_\perp \cdot \vec{s} + 2B\vec{I} \cdot \vec{s}$$

* $2A\vec{M}_\perp \cdot \vec{s}$ est le terme d'interaction magnétique où A est une constante et $\vec{M}_\perp$ est la projection de l'aimantation $\vec{M}$ de l'atome sur le plan perpendiculaire au vecteur de diffusion $\vec{k}$, $\vec{s}$ est le spin du neutron.



Cette contribution du moment magnétique n'intervient pas dans le cadre de nos études où les atomes diffuseurs ne portent pas de moment électronique mais elle est à l'origine d'un procédé d'obtention de neutrons polarisés. Il existe des cristaux ferromagnétiques pour lesquels l'aimantation $\vec{M}$ a une valeur telle que l'intensité des raies de diffraction dans l'un des deux états, $\vec{s}$ parallèle à $\vec{M}$ et $\vec{s}$ antiparallèle à $\vec{M}$,

soit prépondérante, ce qui assure la polarisation du faisceau réfléchi par le cristal (voir II.2.2 b) : "Mesure de la polarisation de l' ^3He par transmission de neutrons polarisés".

* $\bar{b} + 2\vec{B}\vec{I}\cdot\vec{s}$ traduit l'interaction nucléaire :

$\bar{b}$

i) cas d'un seul isotope de spin nucléaire I

L'interaction neutron (spin 1/2) + noyau (spin I) n'a lieu que dans l'une des deux configurations $I + 1/2$ ou $I - 1/2$ du spin total du système composé. Chaque état J du spin composé auquel est associé des longueurs de diffusion b^+ et b^- a un nombre d'orientations possibles $2J + 1$ (soit $2I + 2$ et $2I$) conduisant à des probabilités

$$\omega^+ = \frac{I+1}{2I+1} \text{ et } \omega^- = \frac{I}{2I+1}$$

Avec l' ^3He $b^+ = 0,43 \cdot 10^{-12} \text{ cm}$; $b^- = 0,87 \cdot 10^{-12} \text{ cm}$ (20)
($I = 1/2$)

d'où $\bar{b} = \omega^+ b^+ + \omega^- b^- = 0,58 \cdot 10^{-12} \text{ cm}$

ii) Cas de plusieurs isotopes : la moyenne $\bar{b}$ est pondérée par les proportions p_i des différents isotopes et devient $\sum_i p_i \bar{b}_i$.

Avec le cuivre, il existe deux isotopes stables (18) :

	$p_i \%$	$\bar{b} \cdot 10^{-12} \text{ cm}$
^{63}Cu	69,1	0,67
^{65}Cu	30,9	1,11

d'où $\bar{b} = 0,78 \cdot 10^{-12} \text{ cm}$

$$2B\vec{I} \cdot \vec{s}$$

$\vec{I}$: spin nucléaire = $I\vec{f}_N$: $\vec{f}_N$ polarisation nucléaire

$\vec{s}$: spin du neutron = $\frac{1}{2}\vec{f}_n$: $\vec{f}_n$ polarisation du neutron

$$B = (b^+ - b^-) / (2I + 1)$$

La possibilité d'obtenir des neutrons polarisés et de contrôler l'orientation relative des polarisations $\vec{f}_N$ et $\vec{f}_n$ permet d'observer des effets de polarisation dans l'intensité de diffraction du faisceau de Bragg réfléchi par un cristal polarisé. Cette méthode appliquée à un cristal de cuivre nous a permis de développer une thermométrie d'ultra-basses températures basée sur la mesure de la polarisation nucléaire d'un monocristal de cuivre (voir "Thermomètre de cuivre" au II.2.3).

b) Diffraction cohérente et incohérente

Le milieu diffractant réel est en général formé d'isotopes différents portant des spins nucléaires d'orientation le plus souvent aléatoire. Lorsque la matière est ordonnée apparaissent des phénomènes d'interférence entre les amplitudes diffusées par des atomes : une partie du rayonnement diffusé est cohérent et se trouve concentré dans des directions de l'espace bien définies. L'intensité diffractée correspondante est la même que celle qui serait produite par un système d'atomes identiques auxquels serait associée une amplitude de diffusion moyenne $\bar{b}$ sur les spins et les isotopes du milieu réel. L'intensité cohérente est proportionnelle à la section efficace de diffraction cohérente σ_c :

$$\sigma_c = 4\pi(\bar{b})^2$$

$$\bar{b} = \sum_i p_i \bar{b}_i$$

(pour un ensemble d'isotopes ayant chacun une proportion p_i)

Le rayonnement incohérent qui est dû à la dispersion des longueurs de diffusion réelles autour de $\bar{b}$ est caractérisé par une section efficace de diffraction incohérente $\sigma_{inc} = 4\pi(\overline{b^2} - (\bar{b})^2)$.

I.3.2 - Diffraction par le réseau cristallin

a) Généralités

Conséquence de la périodicité du réseau atomique, la loi de Bragg exprime la relation simple qu'il existe entre l'angle de diffraction θ_b , l'espacement interreticulaire d_{hkl} et la longueur d'onde du rayonnement :

$$2d_{hkl} \sin \theta_b = n\lambda \quad n : \text{entier}$$

L'interprétation géométrique très utile de cette relation est la construction d'Ewald qui exprime que la différence des vecteurs $\vec{k}' - \vec{k} = \vec{K}$ est un vecteur du réseau réciproque (figure 14).

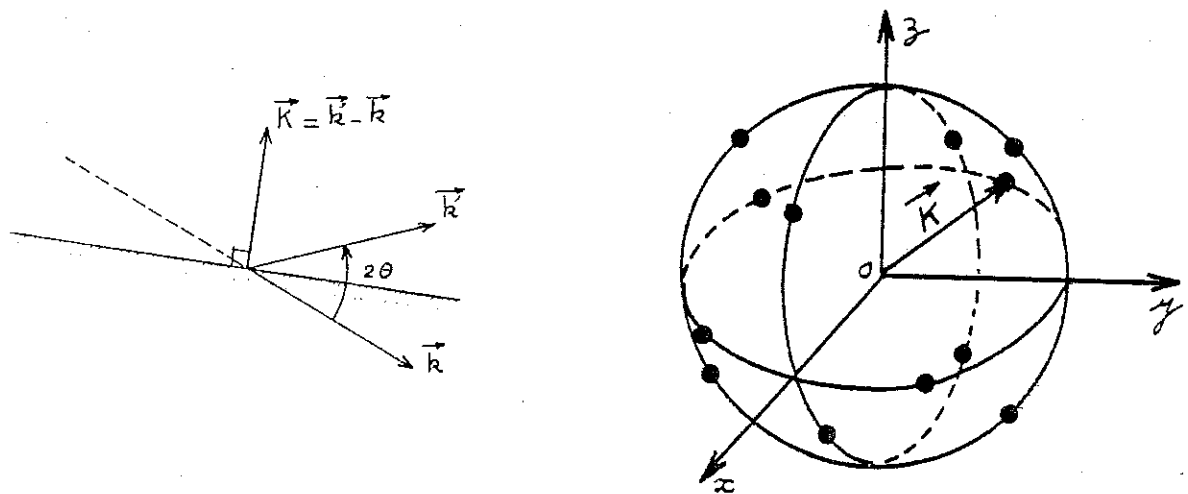


Figure 14 : Construction d'Ewald dans le réseau réciproque de l'³He solide cubique centré.

Dans l'expression de l'intensité de diffraction intervient le carré du module du facteur de structure qui contient l'information relative à la position et la nature des atomes formant la maille élémentaire du réseau (les autres termes qui apparaîtront par la suite dépendent de la nature du cristal : poudre ou monocristal, extinction, absorption, etc ...) :

$$F_{hkl}^2 = \left[\sum_{\text{atomes}} b \exp\left\{2\pi i \left(\frac{hx}{a_0} + \frac{ky}{b_0} + \frac{lz}{c_0} \right) \right\} \right]^2 e^{-2W}$$

b est l'amplitude de diffusion cohérente du noyau atomique. x, y, z représente la position des atomes de la maille élémentaire (dans le réseau direct). e^{-2W} est le facteur de Debye-Waller qui apporte une correction à l'intensité des raies (pas l'angle de diffraction) pour tenir compte des mouvements des atomes autour de leur position d'équilibre. Habituellement d'origine thermique, nous verrons que dans le cas des solides quantiques ^3He et ^4He le mouvement de point zéro des atomes à basse température conduit à une diminution importante de l'intensité des raies.

b) Facteur de structure de l'hélium solide

A basse pression $34 < p < 100$ atm l' ^3He solide est cubique centré alors que l' ^4He solide est hexagonal compact avec cependant une petite région cubique centrée (fig. 15). Nous allons porter notre attention sur le réseau cubique centré en décrivant la maille élémentaire et le facteur de structure de l' ^3He solide.

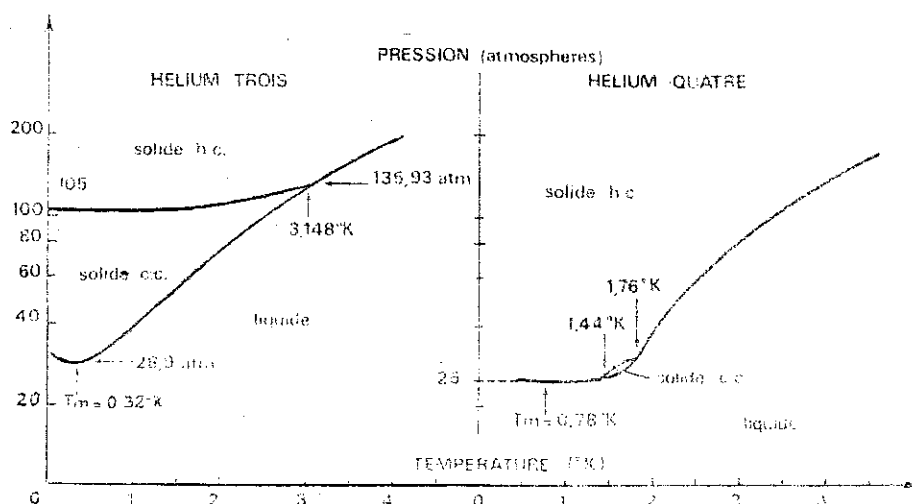


Figure 15 : Diagramme de phases des deux isotopes de l'hélium en coordonnées semi-logarithmiques

La maille élémentaire est un cube d'arrête a comprenant deux atomes : l'un au centre, l'autre à un des sommets. Le réseau réciproque est un réseau cubique à face centrée de maille $\frac{2}{a}$.

Le facteur de structure qui définit les raies de structure nucléaire est :

$$F_{hkl}^2 = b^2 |1 + \exp i\pi(h+k+l)|^2 e^{-2W}$$

où l'on voit que l'intensité des raies est maximum lorsque $h+k+l$ est un nombre pair et nulle dans le cas contraire. Les raies observées et leur multiplicité : 110(12) ; 200(6) ; 211(24) correspondent à des angles de réflexion θ_b dont la valeur dépend de la densité du cristal. A 0 K le volume molaire du solide ^3He à 34 atm. est $V_M = 24,2 \text{ cm}^3/\text{mole}$, le paramètre du réseau a vaut :

$$a = \left(\frac{2V_M}{N_A} \right)^{1/3}$$

$$a = 4,32 \text{ \AA}$$

A $\lambda = 1 \text{ \AA}$, l'angle de Bragg des premières réflexions est en degré :

hkl	θ_b
110	9,42
200	6,65
211	5,42
$\frac{1}{2}00$	3,32

c) Facteur de Debye-Waller

L'effet de l'agitation des atomes autour de leur position d'équilibre est généralement traité dans le cadre d'un modèle de Debye où le mouvement des atomes est décrit par un ensemble d'oscillateurs

harmoniques. La perturbation au premier ordre sur l'intensité d'une raie de diffraction h, k, ℓ (voir Guinier (21) p. 511) est :

$$e^{-2W} \cong \exp \left[- \frac{4\pi^2}{3} \left\langle \left(\frac{\Delta X}{d_{hkl}} \right)^2 \right\rangle \right]$$

$\langle \Delta X^2 \rangle$ étant le déplacement quadratique moyen.

Lorsque $T \ll \theta_D$ où θ_D est la température de Debye de l'oscillateur harmonique de masse m on a :

$$\langle \Delta X^2 \rangle = \frac{9h^2}{16\pi^2 mk\theta_D} \quad \begin{array}{l} h : \text{cte de Planck} \\ k : \text{cte de Boltzman} \end{array}$$

Le facteur de Debye-Waller prend la forme suivante :

$$e^{-2W} = \exp \left(- \frac{3h^2}{4mk\theta_D} \frac{1}{d_{hkl}^2} \right) = \exp \left(- \frac{3h^2}{mk\theta_D} \frac{\sin^2 \theta}{\lambda^2} \right)$$

On constate que les raies sont d'autant plus affaiblies que la diffraction a lieu aux grands angles (car $\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta$). Examinons dans le cas de l' ^3He solide, ce que prévoit ce modèle comme atténuation pour des raies 110 et $\frac{1}{2}00$ (raie magnétique prévue par Osheroff).

- . masse d'un atome d' ^3He $m = 5,0 \cdot 10^{-14} \text{ g}$
- . température de Debye de l' ^3He (à $V_M = 23,8 \text{ cm}^3/\text{mole}$) :

$$\theta_D = 27 \text{ K.}$$

Numériquement λ et d étant exprimés en $\text{\AA}$

$$e^{-2W} = \exp - \frac{17,6}{d^2} (\text{\AA}^2) = \exp - \left[70,6 \frac{\sin^2 \theta}{\lambda^2} (\text{\AA}^2) \right]$$

pour une raie 110	$e^{-2W} = 0,14$
pour une raie $\frac{1}{2}00$	$e^{-2W} = 0,79$

Cependant, l'hélium solide ne correspond pas exactement à un

cristal harmonique par suite du comportement quantique lié au recouvrement important des fonctions d'onde. Les effets du mouvement de point zéro sur les atomes sont bien de nature à diminuer l'intensité des raies mais le facteur de Debye-Waller correspondant doit s'appuyer sur une théorie anharmonique des mouvements atomiques tenant compte des potentiels d'interaction propre à l'hélium. Des essais théoriques ont été tentés avec des expériences de diffraction inélastique sur l' ^4He solide cubique centré et hexagonal compact (22).

3.3 - MESURES EXPERIMENTALES SUR L' ^3He ET L' ^4He SOLIDE

a) Absence de réflexion dans un diagramme de poudre

Notre objectif initial était d'observer les raies de diffraction nucléaires et magnétiques sur un spectromètre à poudre (D1B à l'ILL). Cette idée était fondée sur l'hypothèse raisonnable a priori que, dans notre cellule, l'hélium solide devait être constitué d'un grand nombre de microcristaux remplissant les porosités du fritté et d'orientation aléatoire les uns par rapport aux autres. Le nombre de cavités présentes à l'intérieur du fritté est comparable au nombre de grains de poudre utilisés si on néglige l'effet du compactage et du recuit. Ce nombre N est donné par le rapport du volume V du fritté au volume $\frac{\pi}{6} d^3$ d'un grain, soit :

$$N = \frac{6}{\pi} \frac{V}{d^3}$$

avec les valeurs typiques $V = 0,4 \text{ cm}^3$, $d = 2 \text{ }\mu\text{m}$ on obtient un nombre maximum de grains d' ^3He impressionnant : $N \approx 10^{11}$. Grâce à la géométrie du diffractomètre (divergence du faisceau, résolution) un certain nombre de ces grains aurait dû se trouver en position de diffraction. Les signaux de diffraction de poudre sont peu importants puisqu'une partie seulement (1 % environ) du cône de diffraction de Bragg est interceptée par le compteur.

Par contre, l'intérêt de ce type de diffraction est d'avoir, sans la connaître, la position de toutes les raies de structure observables, ce qui aurait été agréable avec l' ^3He pour la recherche de la structure magnétique. Mais l'absorption et le facteur de Debye-Waller associé au mouvement de point zéro de l' ^3He solide nous conduisaient à un signal de poudre d' ^3He très faible. Des essais successifs à D1B portant sur des comptages de 10 h n'ont pas montré de signal de poudre d' ^3He . Le rapport des intensités nucléaires du cuivre (de la cellule) et de l' ^3He

$$\frac{I(\text{Cu})^{111}}{I(^3\text{He})^{110}} \approx 700$$

montre (cf. annexe 4) qu'il était nécessaire d'avoir des durées de comptage d'au moins 10 h pour extraire un signal du fond continu.

Pour éclaircir cette absence de signal, nous avons effectué la même recherche sur l' ^4He solide, l'idée étant que les phénomènes de cristallisation étaient semblables. L'absence de section efficace de diffraction incohérente et d'absorption permettant d'opérer sur des volumes d' ^4He nettement plus important, une épaisseur utile de 10 mm a été choisie. Dans la géométrie de l'expérience, le signal de cuivre était plus important. Le rapport relatif d'intensité entre les raies respectives 111 et 100 du cuivre et de l' ^4He dans sa phase hexagonale était :

$$\frac{I_{\text{Cu}}^{111}}{I(^4\text{He})^{100}} \sim 10$$

Le signal d' ^4He de poudre devait pouvoir être observé au bout de quelques secondes de comptage (annexe 4). Expérimentalement nous n'avons pas observé les réflexions de Bragg du réseau ^4He dont les paramètres ont été mesurés aux rayons X (23-25) et aux neutrons (26).

Continuant avec l' ^4He dans des cellules contenant ou non du fritté, nous avons entrepris la recherche des raies de polycristaux d'hélium solide en combinant des mouvements de rotation de l'échantillon et du compteur sur les appareils D2 à l'ILL puis au CENG sur les réacteurs Siloë et Mélusine.

Ces expériences ont révélé un phénomène très intéressant :

- * L'hélium (^3He et ^4He) solidifié brutalement dans un fritté est formé de quelques gros cristaux.
- * Un recuit du solide près de la courbe de fusion ou un processus de solidification très lente étendu sur plusieurs heures améliore considérablement la qualité cristalline et conduit à un état monocristallin.

Ce phénomène aurait très bien pu n'exister que lorsque le solide ^4He par exemple est formé à partir de la phase superfluide où les gradients thermiques et la viscosité sont nuls. Mais la solidification de l' ^4He à partir de la phase normale ainsi que celle de l' ^3He (dans le domaine de $T = 1\text{ K}$ où ont été réalisées ces expériences) conduisent aux mêmes résultats, c'est-à-dire que le solide obtenu existe sous forme de gros cristaux. Le recuit développe l'un des cristaux au dépend des autres et il est possible d'avoir une cellule contenant un monocristal unique. La conséquence très agréable pour l'expérience sur l' ^3He solide est que, pour un monocristal, le signal de diffraction est 100 fois plus intense que dans le cas hypothétique d'une poudre d'hélium solide. L'inconvénient mineur est cependant d'être obligé de chercher pendant un certain temps les raies de structure nucléaire de façon à connaître l'orientation du cristal à haute température avant de le refroidir au-dessous de sa température d'ordre où doivent apparaître des raies de surstructure.

La recherche d'une raie magnétique n'est pas immédiate en raison de la résolution angulaire qui peut obliger à faire plusieurs pointages (donc plusieurs désaimantations) dans la direction $(\frac{1}{2}, 0, 0)$ dans l'hypothèse où la structure d'Osheroff est la bonne ...

b) Monocristal dans une géométrie massive

La recherche de la position des raies à partir d'un cristal d'orientation inconnue est purement empirique. Le réseau réciproque est exploré grâce aux mouvements θ, μ du compteur et ω du cryostat qui permettent un déplacement apparent du vecteur de diffusion $\vec{K}$ sur la sphère d'Ewald (figure 16). Cette exploration est facilitée par la résolution limitée des appareils de diffraction (divergence de faisceau, taille de l'échantillon, ouverture du compteur) qui correspond à un angle solide $\Delta\Omega$ sur la sphère d'Ewald (figure 17) et par la multiplicité des raies. C'est l'intensité des raies et la liberté des mouvements θ, μ, ω due aux contraintes expérimentales qui imposent le temps de recherche nécessaire à l'identification d'une raie. Si les paramètres de maille sont connus, la direction de deux raies de plans non parallèles suffit pour déterminer l'orientation du cristal et pouvoir ainsi se placer sur les positions de réflexion désirées.

Le nombre de comptages à effectuer est égal au rapport des angles solides $\frac{\Omega}{\Delta\Omega}$ où Ω est l'angle solide correspondant à la région expérimentalement accessible de la sphère d'Ewald, soit $\frac{1}{8}$ de sphère ($0 \leq \omega \leq \frac{\pi}{2}$ et $0 \leq \alpha \leq \frac{\pi}{6}$). Avec les résolutions $\Delta\omega = 0,1^\circ$ et $\Delta\alpha = 3^\circ$ et la valeur correspondante de $\Delta\Omega$ donnée par la relation $\Delta\Omega = \cos\alpha\Delta\omega$, le nombre de comptages nécessaires est par conséquent :

$$\mathcal{N} = 10^4$$

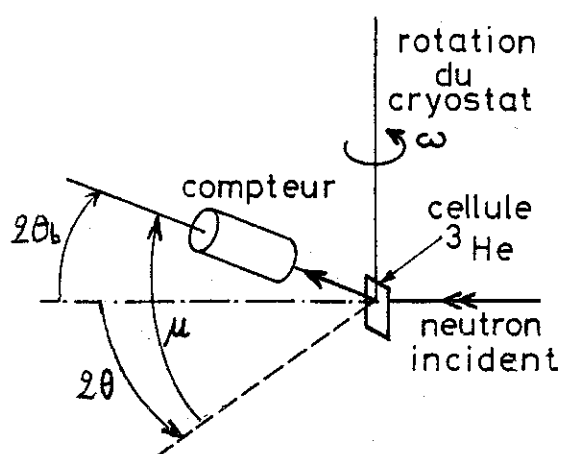


Figure 16 : Géométrie du spectromètre

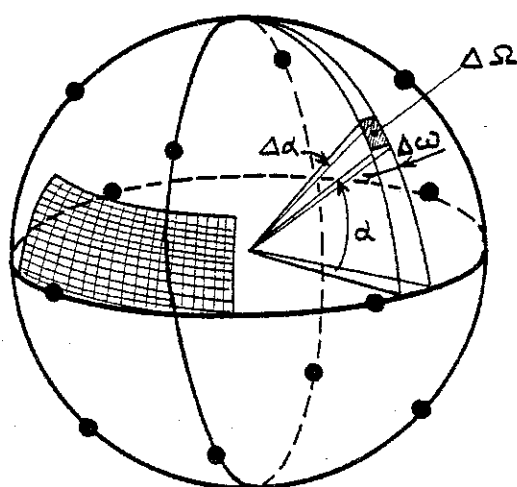
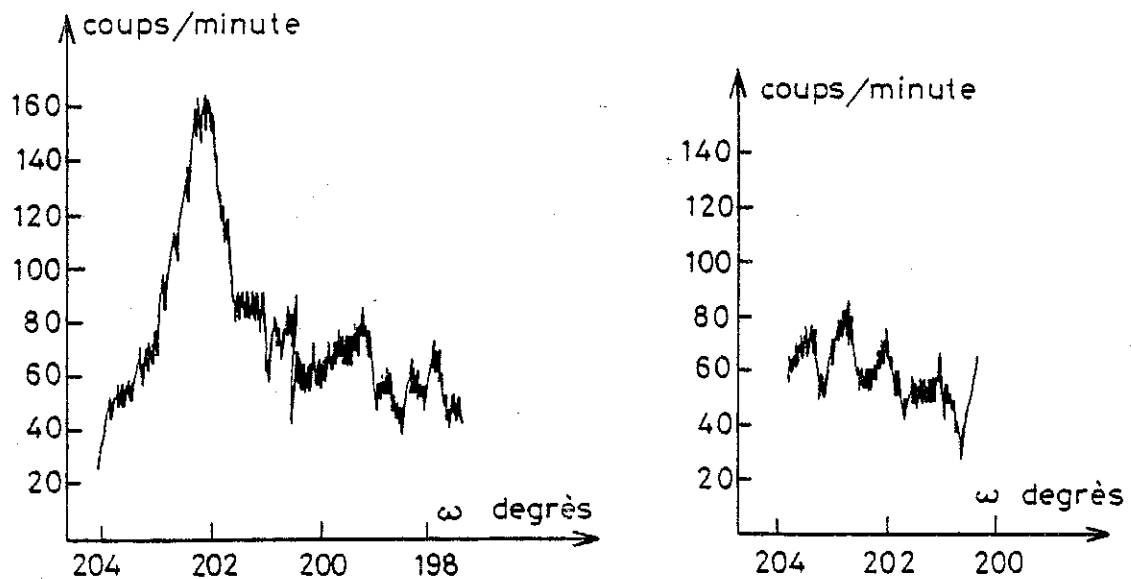


Figure 17 : Exploration de la sphère d'Ewald.

L'expérience nous a montré que, dans le cas de l' ^3He , les comptages devaient porter sur une dizaine de secondes par point (donc plusieurs jours de recherche au total) pour qu'un signal émerge du fond continu.



A : cristal ^3He
 $T = 1,22 \text{ K}$
 $p = 46,5 \text{ atm}$

Figure 18 : Raie
nucléaire 110 de
l' ^3He solide.

B : Cristal fondu

Explorant ainsi petit à petit la région hâchurée de la sphère d'Ewald de l' ^3He cubique centré (figure 17) grâce aux mouvements θ, μ, ω nous avons pu observer pour la première fois une raie nucléaire 110 d'un cristal d' ^3He solide sur le réacteur Siloë du CENG.

Le solide observé à $T = 1,22 \text{ K}$ $p = 46,5 \text{ atm}$ se trouvait dans une cellule plate en cuivre (sans fritté) de $0,3 \times 10 \times 10 \text{ mm}^3$.

Avec un flux incident de l'ordre de 10^4 n/s on obtient :

- * un signal nucléaire du cristallite de $2,5 \text{ n/s}$
- * un bruit de fond du cristallite de 1 n/s

La figure 18 montre en A une "rocking curve" de la raie observée et en B la disparition de cette raie après avoir fait fondre le cristal en chauffant à $T > 1,6 \text{ K}$.

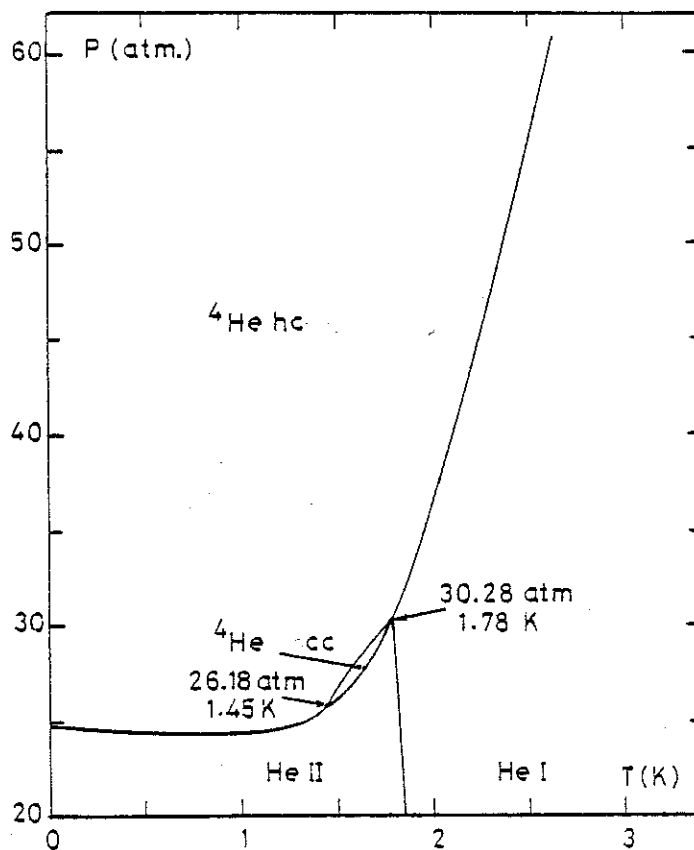


Figure 20 : Diagramme de phase de l' ^4He solide

c) Monocristal dans une géométrie de poudre

* ^4He solide :

Travaillant d'abord dans une cellule contenant de la poudre de cuivre frittée de $2 \mu\text{m}$ dans un volume de $1 \times 15 \times 15 \text{ mm}^3$ nous avons observé à plusieurs reprises des raies nucléaires de la phase hexagonale compacte. Le solide est formé, soit par refroidissement isobare (à partir de la phase He I normale de l'hélium), soit par compression isotherme (à partir de la phase He II superfluide de l' ^4He , voir figure 20). Dans les deux cas, on constate que la cellule contient quelques

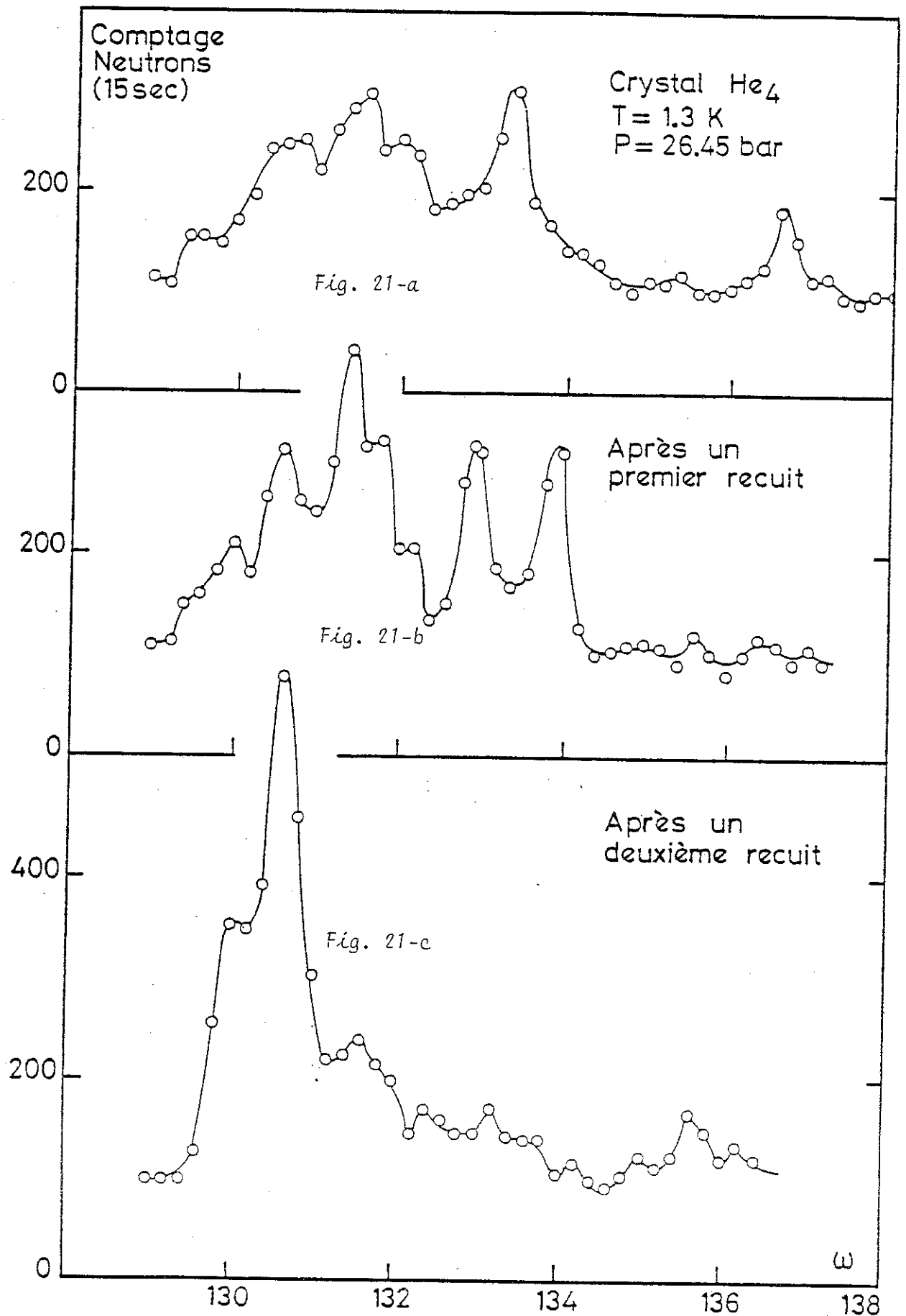


Figure 21 : Fabrication d'un monocristal d'⁴He dans de la poudre frittée.

gros cristaux d'orientation imprévisible caractérisés par une mosaïque importante traduisant la mauvaise qualité du cristal, figure 21-a.

Un premier recuit est obtenu en chauffant le solide jusqu'à la température de fusion (1,5 K), ce qui favorise le développement du cristal selon quelques directions privilégiées de la mosaïque initiale, figure 21-b.

Un second recuit mené dans les mêmes conditions permet d'obtenir le développement du cristal dans une seule direction de la mosaïque conduisant à une intensité nucléaire très grande ainsi qu'en témoigne la figure 21-c (attention au changement d'échelle).

Dans cette même cellule, nous avons pu fabriquer des cristaux de très bonne qualité en opérant un refroidissement extrêmement lent (0,01 K/h) à partir de la courbe d'équilibre liquide-solide grâce à une régulation numérique commandée par un Apple II.

* ^3He solide :

Nous observé des raies nucléaires 110 d'un cristal non recuit d' ^3He solide cc à $T = 1,2 \text{ K}$, $p = 45 \text{ atm}$, formé dans une cellule plate contenant de la poudre de cuivre frittée de $2 \mu\text{m}$ dans un volume de $0,13 \times 18 \times 48 \text{ mm}^3$.

Avec un flux de neutrons incidents de 10^4 n/s on a (fig. 22) :

- un signal nucléaire de $6,5 \text{ n/s}$
- un bruit de fond de $2,5 \text{ n/s}$

Les informations relatives à la croissance cristalline de ^3He dans la poudre frittée ont été limitées en raison de la durée des comptages nécessaire à la recherche des raies nucléaires (de l'ordre de 3 à 4

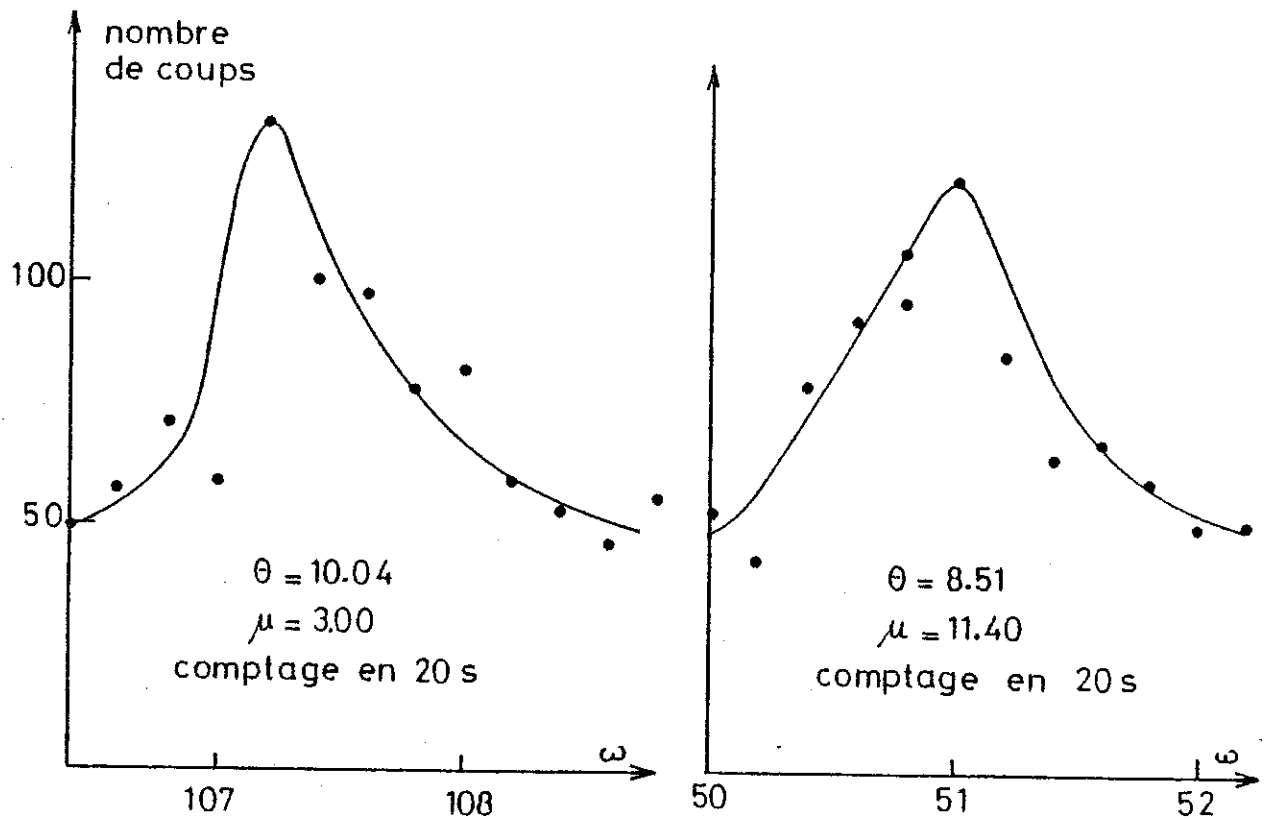


Figure 22 : Raies nucléaires 110 de l' ^3He solide dans un fritté métallique

jours). Néanmoins nous pensons que les phénomènes quantiques favorisant la formation de monocristaux d' ^4He solide dans de la poudre frittée sont les mêmes avec l' ^3He . Les signaux nucléaires que nous avons observés à la figure 22 sur le cristallite d' ^3He formé dans de la poudre de cuivre sont suffisants pour envisager déjà l'expérience de diffraction magnétique à condition de pouvoir refroidir l' ^3He au-dessous de 10^{-3} K dans cette géométrie.

d) Intensité d'une raie magnétique

En neutrons polarisés et dans la phase ordonnée les intensités des raies des réseaux nucléaires et magnétiques s'ajoutent (il n'y a pas de cohérence). Nous allons comparer les intensités des premières raies de chaque structure en prenant comme structure magnétique celle qui est proposée par Osheroff. Dans cette hypothèse, la maille est doublée dans la direction de propagation (100 par exemple). Dans cette nouvelle maille qui contient 4 atomes les facteurs de structure s'écrivent :

$$(F_{hkl}^2)_{\text{nucléaire}} = \bar{b}^2 \left| (1 + \exp i\pi h) (1 + \exp i\pi (\frac{h}{2} + k + l)) \right|^2$$

$$(F_{hkl}^2)_{\text{magnétique}} = B^2 \langle I_z \rangle^2 \left| (1 - \exp i\pi h) (1 + \exp i\pi (\frac{h}{2} + k + l)) \right|^2$$

$$\bar{b} = \frac{I+1}{2I+1} b^+ + \frac{I}{2I+1} b^- \quad B = \frac{b^+ - b^-}{2I+1}$$

$\langle I_z \rangle$ est la valeur moyenne de la projection du spin nucléaire de 1^3He sur l'axe de quantification z . La transition étant du premier ordre on a en première approximation $\langle I_z \rangle = I$.

Dans un monocristal, si on néglige les phénomènes d'extinction, l'intensité d'une raie hkl est proportionnelle au produit :

$$F_{hkl}^2 \times e^{-2W} \times A_{hkl} \times \frac{1}{\sin 2\theta_b} \times \frac{1}{n_D}$$

où - F_{hkl}^2 = facteur de structure

- e^{-2W} = facteur de Debye-Waller ($\exp -70,6 \frac{\sin^2 \theta_b}{\lambda^2} (\text{\AA}^2)$ pour 1^3He)

- A_{hkl} = absorption (la correction d'absorption n'est pas prise en compte car elle dépend de l'orientation du cristal d' 1^3He dans la cellule et peut agir favorablement ou défavorablement selon la géométrie)

- $\frac{1}{\sin 2\theta_b}$ = facteur de Lorentz

- $\frac{1}{n_D}$ = correction due à l'existence de n_D domaines magnétiques

Le signal magnétique attendu (raie 100) peut être estimé à partir du signal nucléaire déjà mesuré (011) dans le cadre d'une expérience sur l' ^3He solide où le volume molaire est $V_M = 24,2 \text{ cm}^3/\text{mole}$ et la longueur d'onde $\lambda = 1 \text{ \AA}$.

Réflexion	011	100
$\theta_b \ (\lambda=1 \text{ \AA})$	$9,42^\circ$	$3,32^\circ$
F_{hkl}^2	$b^2 \times 16$	$B^2 I^2 \times 8$
e^{-2W}	0,14	0,79
$\frac{1}{\sin 2\theta_b}$	3,10	8,65
$\frac{1}{n_D}$	/	$\frac{1}{3}$

D'après Alfimenkov (20) $b^+ = 0,43.10^{-12} \text{ cm}$; $b^- = 0,87.10^{-12} \text{ cm}$

$$\frac{I^{011}}{I^{100}} \approx 10$$

Le problème qui est maintenant posé est de savoir s'il est possible de thermaliser l' ^3He solide au-dessous de sa température d'ordre pendant longtemps avec un flux de neutrons semblable de 10^4 n/s . Le chapitre suivant apporte une réponse positive à ce problème dans le cas d'une géométrie légèrement différente puisque le refroidissement a été obtenu dans de la poudre d'argent de $700 \text{ \AA}$.

C H A P I T R E I I

MESURE DU REFROIDISSEMENT DE L' ^3He
PAR NEUTRONS POLARISES

INTRODUCTION

L'étude des propriétés de l' ^3He solide par diffraction neutronique a été étendue au-delà de la recherche des raies nucléaires ou magnétiques qui constitue pourtant la finalité de ces expériences.

Les techniques de mesures habituelles de températures ou d'aimantation de l' ^3He solide à basse température ont été supplantées par d'autres complémentaires, utilisant les neutrons. La densité, par conséquent le volume molaire de l' ^3He solide dans la cellule, est déduite de la mesure du coefficient d'absorption des neutrons de la cible d' ^3He . L'interaction $^3\text{He}(n,p)T$ dépendant fortement de l'état de spin du système $n+^3\text{He}$ (28), on peut mesurer la polarisation de l' ^3He par transmission de neutrons polarisés. Cette méthode applicable à l'étude des systèmes polarisés $^3\text{He}+\text{liq}$, $^3\text{He}+\text{solide}$ nous a permis d'évaluer le chauffage occasionné par les neutrons sur l' ^3He solide faiblement polarisé et refroidi au-dessous de la transition magnétique.

Parallèlement, pour vérifier le bon fonctionnement de la désaimantation nucléaire et chiffrer les pertes thermiques, nous avons mesuré la polarisation de la raie de Bragg (200) d'un monocristal de cuivre faiblement polarisé et fixé sur la cellule par diffraction de neutrons polarisés. A 1 mK sur un cristal de cuivre placé dans un champ de 800 G les effets de polarisation sont déjà mesurables et de l'ordre de 0,5 %, ceux dus à la polarisation de l' ^3He dans les mêmes conditions sont de l'ordre de 5 % et mesurables simultanément, moyennant un certain nombre de précautions. De ce fait, des mesures de Kapitza et de temps de relaxation peuvent être envisagées sur l' ^3He solide à ces températures. Ajoutons enfin une application qui intéresse beaucoup de neutroniciens. Il s'agit d'un filtre

à neutrons constitué par une cible d' ^3He solide très polarisé (10 mK, 7 T). Comme analyseur de polarisation, ce dispositif offrirait un gain 100 fois meilleur que les systèmes actuels grâce à la possibilité d'utiliser un multicompteur.

II.1 - MESURES D'ABSORPTION DANS L' ^3He

L'objet de ces mesures est de déterminer grâce aux neutrons le volume molaire de ^3He solide dans la cellule.

1.1 - Principe

La section efficace d'absorption de ^3He ($\sigma = 3000 \text{ b}$ à $1 \text{ \AA}$) étant très grande, la mesure du coefficient d'absorption $\alpha = n \cdot \sigma \cdot x$ est sensible à des variations de densité n même petites dans la cible.

$$N = N_0 e^{-\alpha}$$

$$\alpha = n \cdot \sigma \cdot x$$

$$\frac{dN}{N} = -\alpha \frac{dn}{n}$$

La précision des comptages de neutrons étant liée à l'erreur statistique N sur le comptage de N neutrons. On voit qu'avec un coefficient d'absorption $\alpha = 1$ l'erreur relative dépend du nombre de neutrons comptés : $\frac{dn}{n} \cong \frac{1}{\sqrt{N}}$. Avec les flux de neutrons dont on dispose il est facile de mesurer des densités avec une précision de 1 % en comptant 10^6 neutrons.

Le volume molaire de ^3He dans la cellule peut être mesuré dans toute région du diagramme de phase (figure 23) à partir de mesures d'étalonnages effectuées dans les régions où il est connu

et qui sont les suivantes (voir annexe 5) :

* ^3He liquide entre 1 et 3 K jusqu'à la courbe de fusion par R.H. Sherman (29) (voir figure 24)

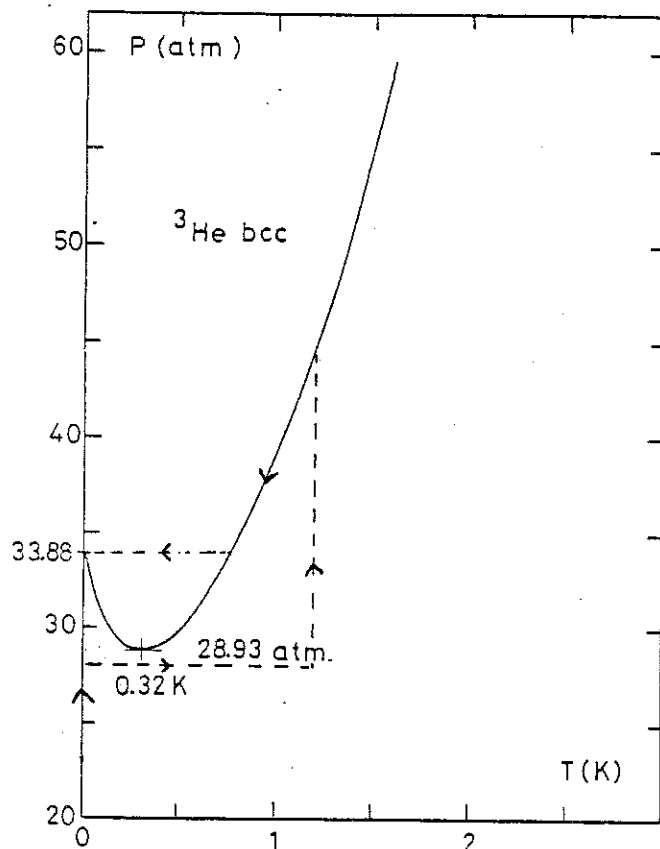
* ^3He liquide, ^3He solide sur la courbe de fusion par E.R. Grilly (30)

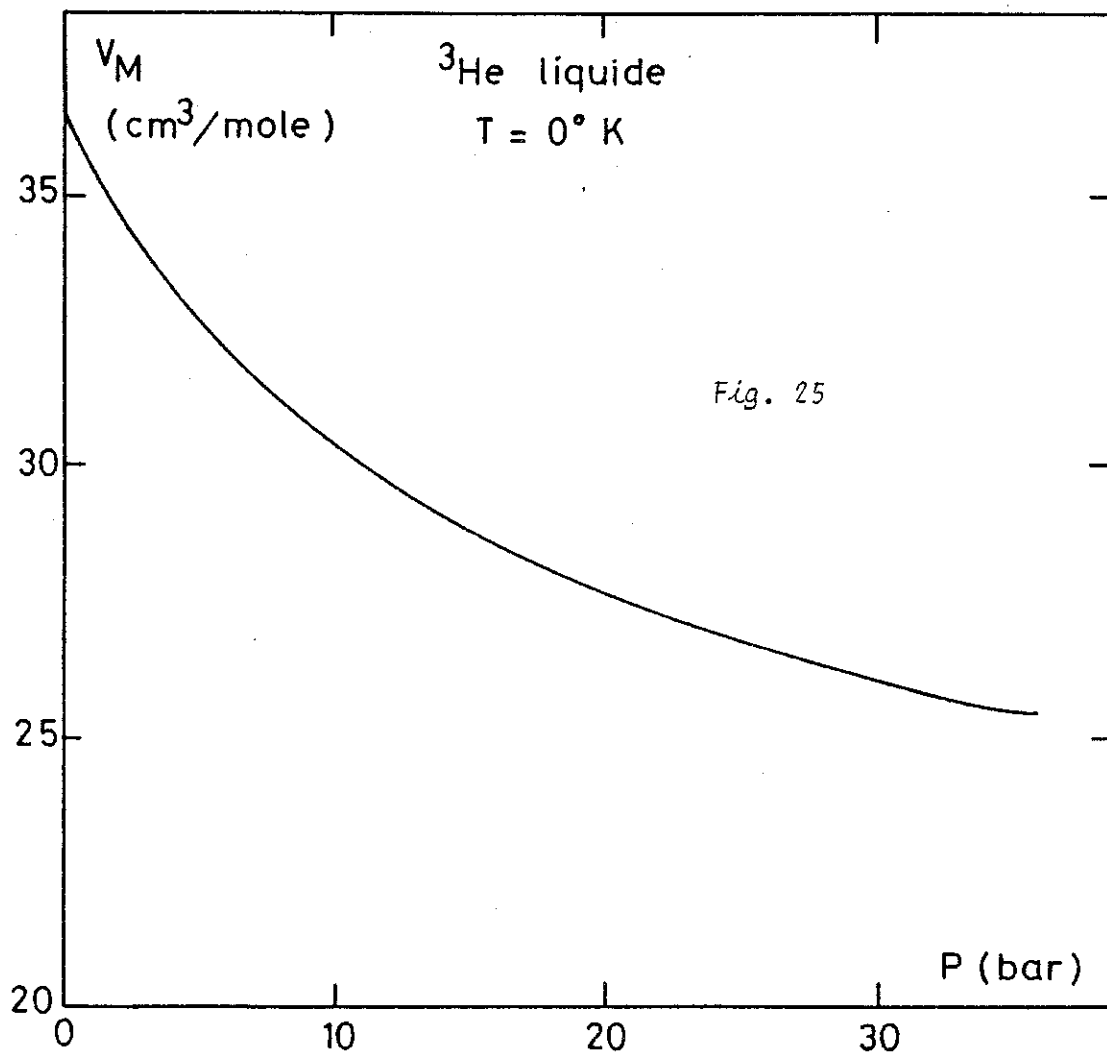
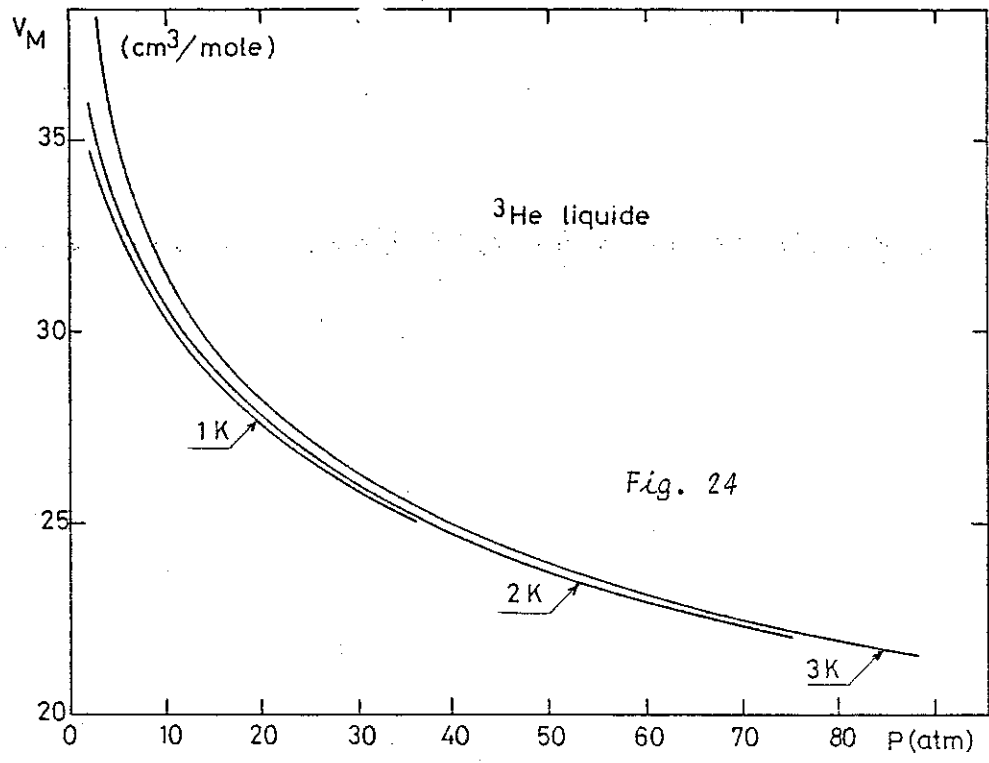
* ^3He liquide à 0 K jusqu'à la courbe de fusion par J.C. Wheatley (31) (voir figure 25).

1.2 - Mesure du volume molaire de ^1He dans la cellule

La courbe de solidification de ^1He présente un minimum vers $T = 0,32 \text{ K}$, $p = 29 \text{ atm}$ qui empêche la solidification directe de ^1He à partir du liquide refroidi au-dessous de cette température (à moins d'utiliser une cellule Pomeranchuk). Le capillaire de rem-

Figure 23 :
Fabrication et refroidissement de ^1He solide dans le diagramme de phase.





plissage d' ^3He sortant du système de compression situé à l'ambiante est thermalisé aux parties successivement froides du cryostat métallique pour éviter un pont thermique entre l'échantillon et des régions plus chaudes. Lorsqu'on pressurise l' ^3He de l'extérieur et que l'échantillon est plus froid que 0,32 K, il se forme du solide qui bouche l'intérieur du capillaire dans la région où règne cette température et qui empêche d'augmenter la densité d' ^3He dans la cellule pour obtenir du solide à 0 K.

Expérimentalement, la cellule est remplie à 0 K par paliers successifs en pression jusqu'à 28 atm. de manière à procéder à l'étalonnage absorption-volume molaire à partir des données de la figure 25. Cet étalonnage représenté figure 26 est utilisable dans n'importe quelle région p,T du diagramme de phase à condition que la cellule reste fixe par rapport au faisceau de neutrons et que celui-ci soit constant (autrement dit, on refait l'étalonnage lorsque la cellule est modifiée).

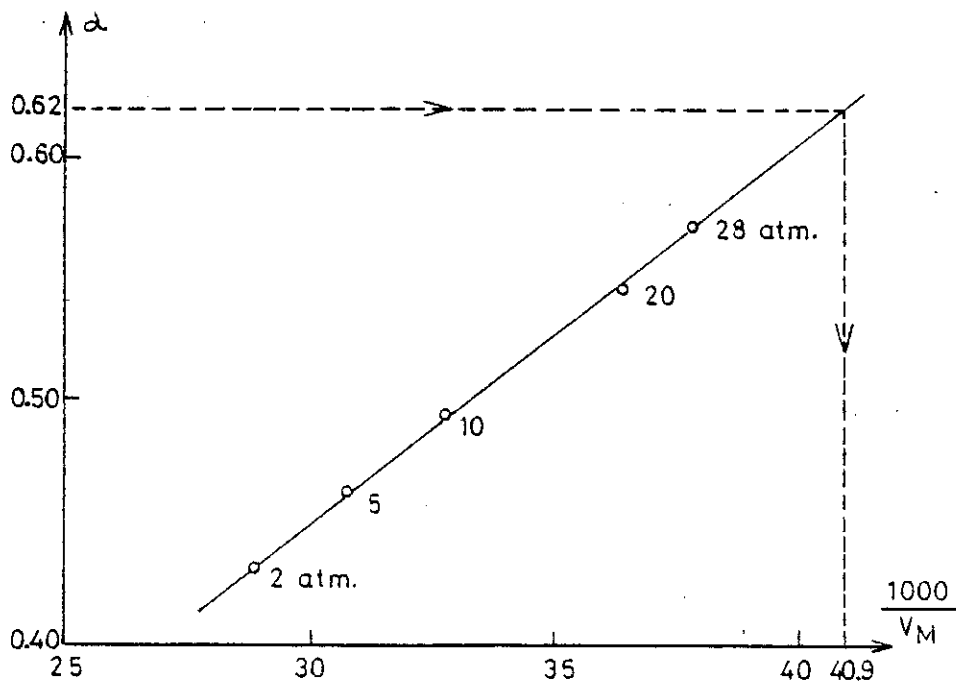


Figure 26 : Mesures d'absorption sur l' ^3He

Pour obtenir une densité suffisante d' ^3He , on remplit la cellule à nouveau mais à plus haute température en chauffant vers 1,2 K et en exerçant une pression de 44 atm. Puis celle-ci est refroidie à volume constant (capillaire bouché) et le volume molaire du solide obtenu à 0 K est déterminé par mesure d'absorption grâce à l'étalonnage de la figure 26.

1.3 - Dispositif expérimental : précision

Le dispositif expérimental est représenté à la figure 27 ; il est situé sur la pile Mélusine du CENG. Le faisceau de neutrons thermiques provenant du réacteur piscine est diffracté par un monochromateur de cuivre travaillant en transmission sur la raie 110 avec un angle de Bragg $\theta_b = 14,70^\circ$, la longueur d'onde est $\lambda = 1,06 \text{ \AA}$. Le faisceau de neutrons a une surface circulaire de 2 cm^2 à la sortie du collimateur. Le nombre maximum de neutrons disponibles dans cette géométrie est de $2 \cdot 10^5 \text{ n/s}$.

Le cryostat est adapté pour les mesures aux neutrons : il comporte à cet effet des écrans thermiques en aluminium (45) évitant la traversée de liquides cryogéniques (diffuseurs de neutrons) par le faisceau de neutrons. Il repose sur une dalle de béton posée sur trois pieds avec des caoutchoucs découplant l'ensemble des vibrations nuisibles aux expériences d'ultrabasses températures. La stabilité de la cellule par rapport au faisceau est importante car l'inhomogénéité du fritté conduit à des fluctuations sur les valeurs de α notables en raison de la grande sensibilité de la mesure d'absorption.

Les sources d'erreur sur le comptage des neutrons sont essentiellement dues à la statistique pour les faibles taux de comptage. L'émission des neutrons par le réacteur est bien décrite par un processus de Poisson : la valeur moyenne d'un comptage N a un écart

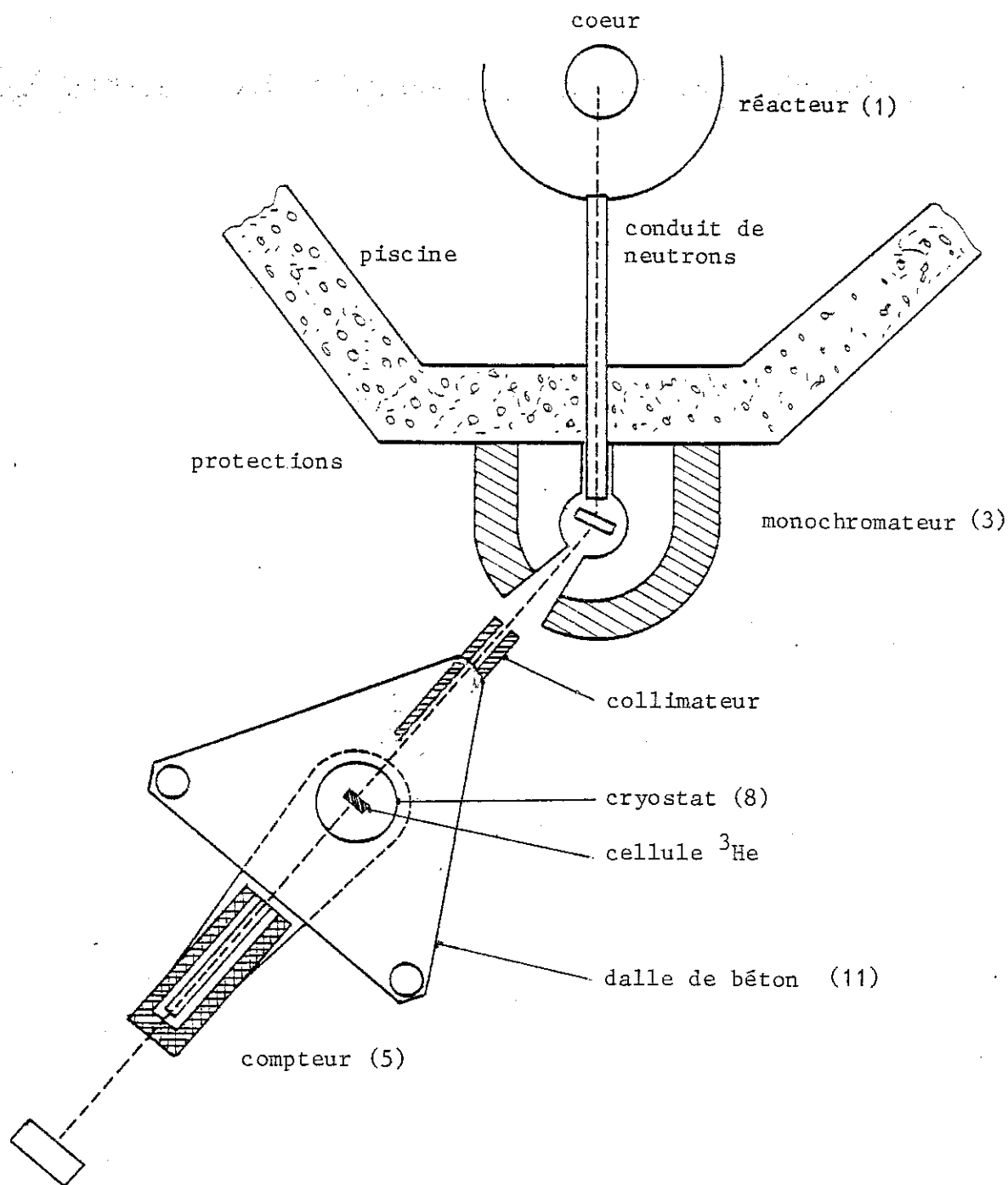
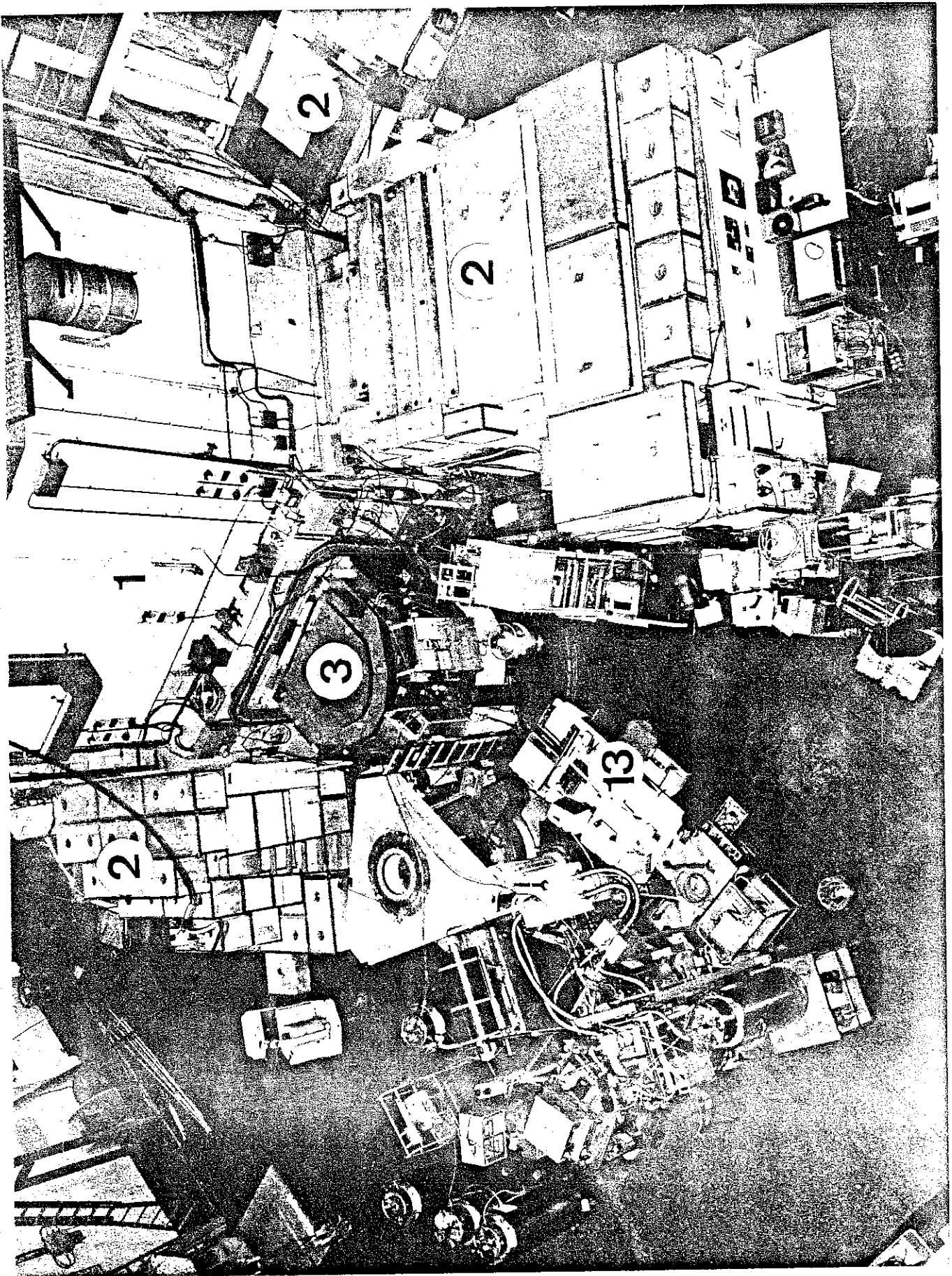
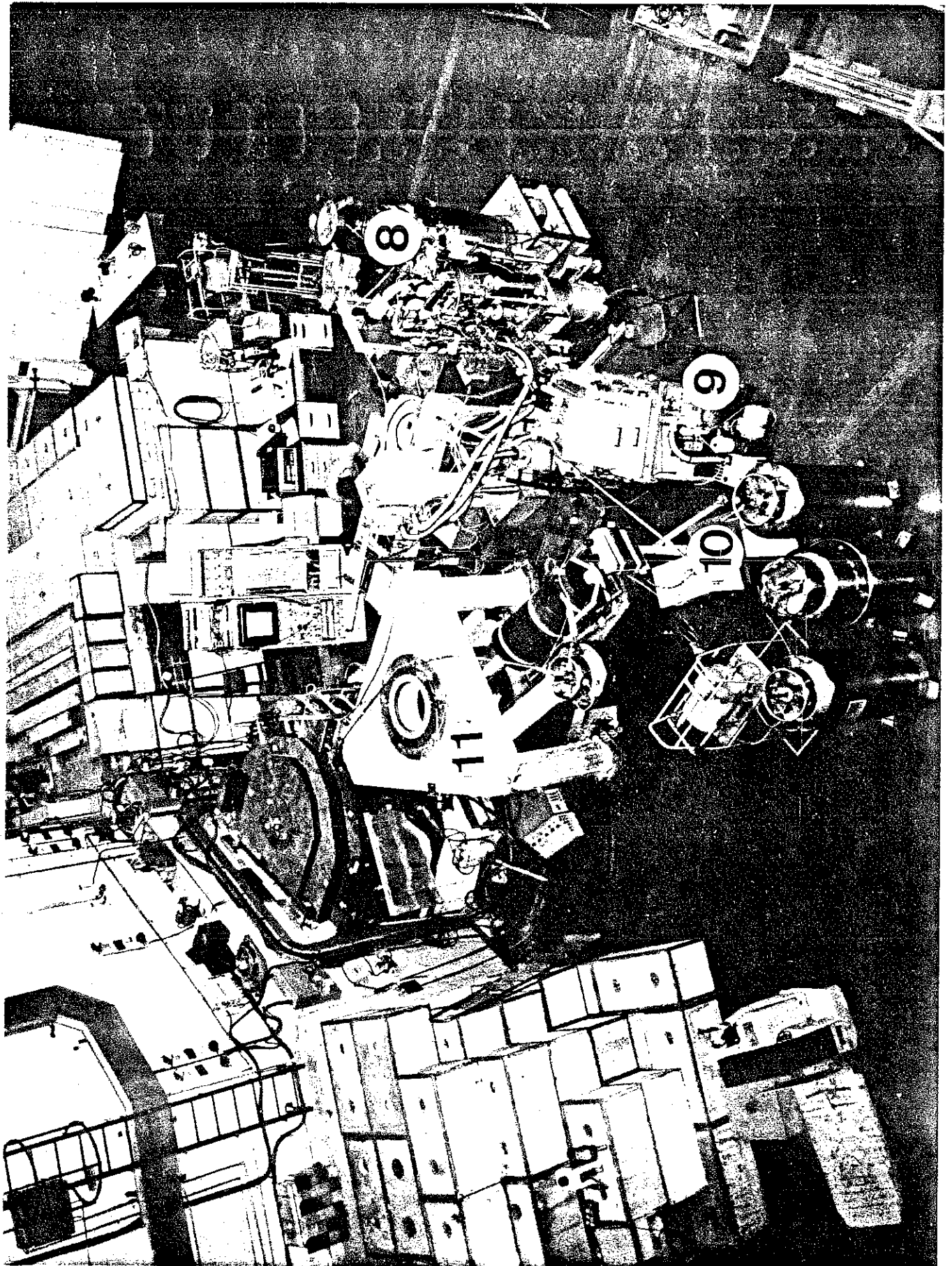
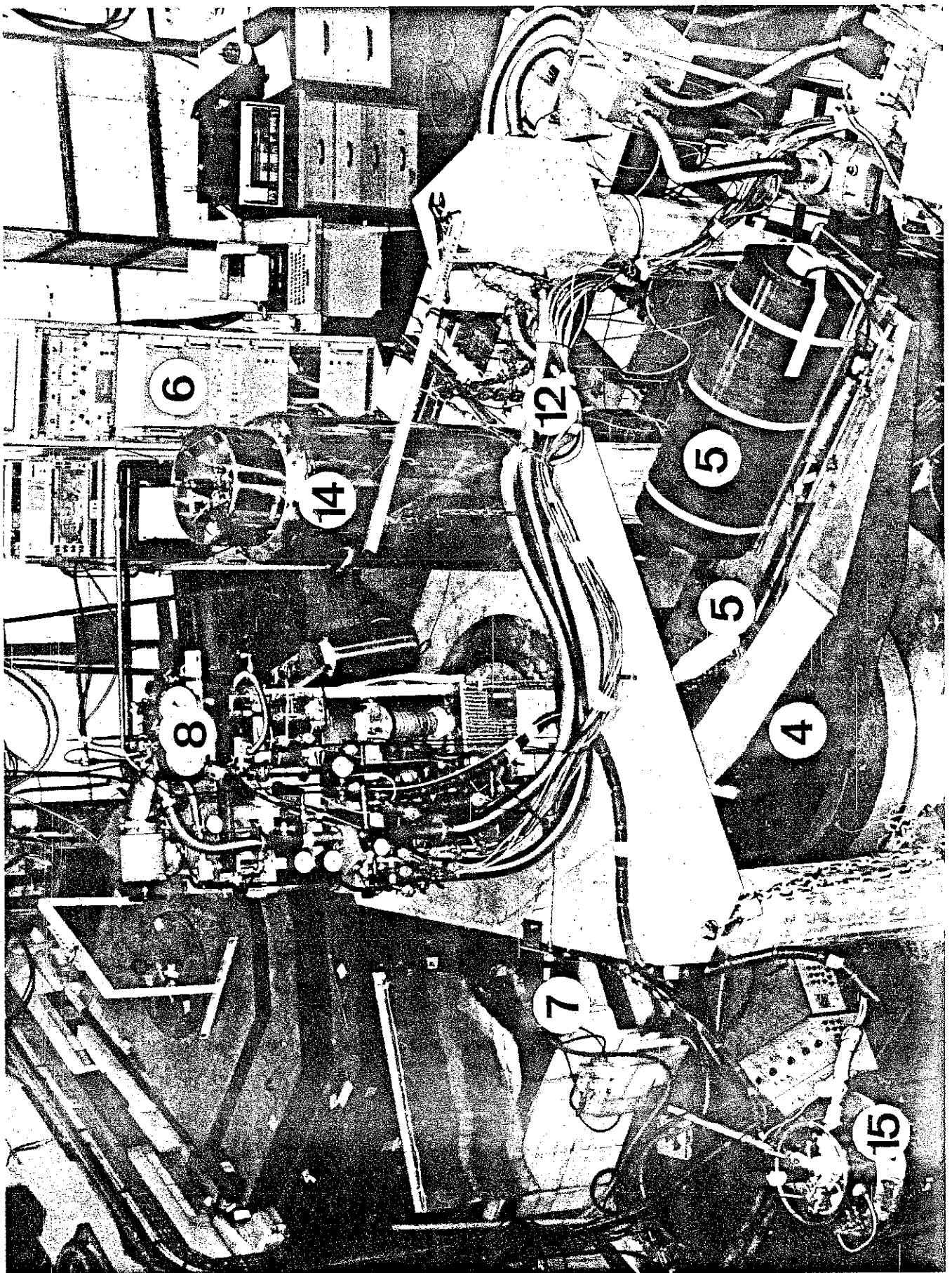


Figure 27 : Dispositif expérimental au réacteur Mélusine du CENG

- | | |
|--|--|
| (1) réacteur | (9) groupe de pompage |
| (2) autres canaux | (10) détecteur de fuite |
| (3) emplacement du monochromateur | (11) dalle de béton |
| (4) goniomètre | (12) tuyaux de pompage |
| (5) compteurs à neutrons | (13) système d'acquisition des données |
| (6) électronique du goniomètre | (14) vase He liq |
| (7) entraînement en rotation du cryostat | (15) vase N ₂ liq |
| (8) cryostat à dilution | |







quadratique moyen $\sigma = \sqrt{N}$. L'efficacité du compteur est bonne ($> 90 \%$). Pour des taux élevés de comptages (dans le faisceau direct par exemple) existe un temps mort au cours duquel l'électronique "oublie" un certain nombre de coups.

Nous avons mesuré ce temps mort τ et trouvé $\tau = 12 \mu s$. Avec des taux de comptage de $N = 10^4$ neutrons/s la correction relative due au temps mort atteint $(\Delta N/N) = N\tau = 12 \%$ alors que l'erreur statistique n'est que de 1% pour 10^4 neutrons comptés.

Les mesures effectuées sur ^3He portent sur des taux de comptage moins élevés $N \sim 10^3$ n/s en raison de l'absorption propre de ^3He dans la cellule et celle occasionnée par les écrans thermiques du cryostat (50%). Les sources d'erreurs presque constantes s'éliminent en faisant des mesures de variation du nombre de coups N en fonction de la densité de ^3He avec des durées suffisantes (1 h par point) pour accumuler une bonne statistique. Finalement, la précision sur le volume molaire que l'on obtient est comprise entre $0,5$ et 1% .

II.2 - MESURES DE TRANSMISSION DES NEUTRONS POLARISÉS SUR L' ^3He SOLIDE POLARISÉ

L'absorption des neutrons par ^3He nous a permis de déterminer le volume molaire du solide dans la cellule. Le refroidissement de ce solide, sa thermalisation en présence des neutrons au-dessous de la transition magnétique a pu être étudiée grâce aux mesures de transmission en neutrons polarisés.

II.2.1 - Expériences de L. Passel et R.I. Schermer (1966) (28)

En mesurant la transmission de neutrons polarisés au travers d'une cible d' ^3He polarisé, il a été établi que la section efficace de capture de la réaction $^3\text{He}(n,p)\text{T}$ résulte d'un état $\vec{J} = \vec{0}$ où

$\vec{J} = \vec{I} + \vec{s}$ est le spin du système composé noyau ($\vec{I}$) + neutron ($\vec{s}$), confirmant ainsi des calculs théoriques sur la possibilité d'un état excité 0^+ de 1^4He associé à cette réaction. Ces expériences ont jeté les bases de l'étude des propriétés magnétiques de 1^3He par les neutrons avec l'intention d'observer le comportement de 1^3He dans des géométries restreintes (zéolites) sans toutefois parvenir à des résultats très intéressants en raison de problèmes de contact thermique entre 1^3He (adsorbé sur le zéolite) et la source froide (désaimantation électronique). Une thermométrie basée sur la mesure de la polarisation nucléaire de Re^{185} dans une matrice de fer par transmission de neutrons polarisés a été élaborée sans offrir la possibilité d'une mesure simultanée des deux polarisations (^3He et Re^{185}).

Nos expériences de transmission de neutrons polarisés sur de 1^3He solide faiblement polarisé s'appuient sur cette dépendance de l'état de spin du système ($n, ^3\text{He}$) associé à la réaction $^3\text{He}(n,p)\text{T}$ pour déterminer la polarisation de 1^3He et tester ainsi son refroidissement et le chauffage occasionné par les neutrons.

Après avoir observé cet effet en transmission sur du solide ^3He refroidi à 35 mK dans un champ de 9 kOe au cours d'une expérience à l'ILL sur l'appareil D5 nous avons poursuivi nos études sur le diffractomètre à neutrons polarisés du CENG dans la pile Mélusine pour faire toutes nos mesures.

II.2.2 - Transmission des neutrons polarisés au travers d'une cible de noyaux polarisés

Lorsque la cible et le faisceau sont polarisés des sections efficaces différentes σ^+ et σ^- caractérisent le système en interaction selon les deux états possibles $I + \frac{1}{2}$ et $I - \frac{1}{2}$. L'expression géné-

rale de la section efficace d'interaction σ de neutrons polarisés sur une cible de noyaux polarisés est donnée par (28) :

$$\sigma = \frac{I}{2I+1} (1-f_N f_n) \sigma^- + \frac{I+1}{2I+1} (1 + \frac{I}{I+1} f_N f_n) \sigma^+$$

où les polarisations de la cible f_N et des neutrons f_n sont données relativement au champ appliqué H_0 par les expressions suivantes :

$$f_N = \frac{\langle I_z \rangle}{I} ; \quad f_n = \frac{N_o^+ - N_o^-}{N_o^+ + N_o^-}$$

où N_o^+ = nombre de neutrons de spin $\vec{s}$ parallèles à $\vec{H}_0$.

N_o^- = nombre de neutrons de spin $\vec{s}$ antiparallèles à $\vec{H}_0$.

Dans le cas de 1^3He où l'interaction est entièrement associée à l'état $I - \frac{1}{2} = 0$ (28), l'expression se simplifie en posant

$$\sigma_o = \frac{I}{2I+1} \sigma_- : \quad \sigma = \sigma_o (1 - f_n f_N)$$

σ_o n'étant autre que la section efficace d'absorption en l'absence de polarisation du faisceau ou de la cible ($f_n f_N = 0$). A la traversée d'une cible polarisée les nombres N^+ de neutrons parallèles au champ et N^- (antiparallèles) diffèrent :

$$N^+ = N_o^+ e^{-\alpha(1-f_N)} \quad (f_n = 1)$$

$$N^- = N_o^- e^{-\alpha(1+f_N)} \quad (f_n = -1)$$

a) 1^3He solide polarisé est un filtre à neutrons

La polarisation initiale du faisceau $f_n^o = \frac{N_o^+ - N_o^-}{N_o^+ + N_o^-}$ est changée à la traversée d'une cible d' 1^3He et devient

$$f_n = \frac{N^+ - N^-}{N^+ + N^-}$$

qui s'écrit :

$$f_n = \frac{f_n^0 + \text{th } \alpha f_N}{1 + f_n^0 \text{th } \alpha f_N}$$

L' ^3He solide polarisé agit comme un filtre à neutrons puisqu'il polarise un faisceau non polarisé ($f_n^0 = 0$) avec une efficacité de polarisation f_n :

$$f_n = \text{th } \alpha f_N$$

Dans la région paramagnétique ($T \gg 10^{-3}$ K) la polarisation de l' ^3He est donnée par la loi de Curie :

$$f_N = \text{th} \left(\frac{\mu H}{kT} \right)$$

L'efficacité d'un filtre à ^3He solide polarisé s'écrit alors

$$f_n = \text{th} \left[\alpha \cdot \text{th} \left(\frac{\mu H}{kT} \right) \right]$$

Il serait possible d'atteindre des efficacités de polarisation très grandes e ~ 100 % avec l' ^3He solide avec les conditions suivantes :

$$* f_N \cong 50 \% \quad \text{soit } H = 7 \text{ T ; } T = 10 \text{ mK } \left(\frac{\mu}{k} = 0,779 \text{ mK/T} \right)$$

$$* \alpha = 5 \quad \text{soit } x = 0,7 \text{ mm d}'^3\text{He à } 24,2 \text{ cm}^3/\text{mole} \\ \text{et à } \lambda = 1 \text{ \AA}$$

En tant qu'analyseur de polarisation cette cible présenterait un avantage essentiel par rapport aux analyseurs classiques qui fonctionnent

en position de diffraction car elle serait utilisable à toute incidence.

b) Mesure de la polarisation de l' ^3He par transmission de neutrons polarisés

Nous avons vu que la possibilité d'obtenir des neutrons polarisés était liée à la différence d'intensité de réflexion sur certains cristaux ferromagnétiques en fonction du signe de l'aimantation. Deux cristaux possèdent cette propriété

- le cristal Heussler Cu_2MnAl sur la raie 111
- le fer cobalt $\text{Fe}_{0,08}\text{Co}_{0,92}$ sur la raie 200

lorsqu'ils sont placés dans un champ magnétique permanent (2 kOe). La polarisation du faisceau diffracté par le cristal :

$$f_n^{\circ} = \frac{N_o^{+} - N_o^{-}}{N_o^{+} + N_o^{-}}$$

est voisine de 98 %.

La polarisation des neutrons qui se conserve dans l'espace en l'absence de gradients de champ trop importants (100 G/cm par exemple) peut être tournée à volonté dans des guides magnétiques où le champ varie très lentement. Le retournement complet des spins a lieu si le champ magnétique est inversé sur une distance petite comparée à celle parcourue par le neutron sur une période de Larmor, soit $80/H$ cm avec H en Gauss. Le flipper qui réalise cette inversion est constitué par une bobine de champ radiofréquence (≈ 350 kHz) voir figure 28, dont l'efficacité de retournement est de l'ordre de 99 %.

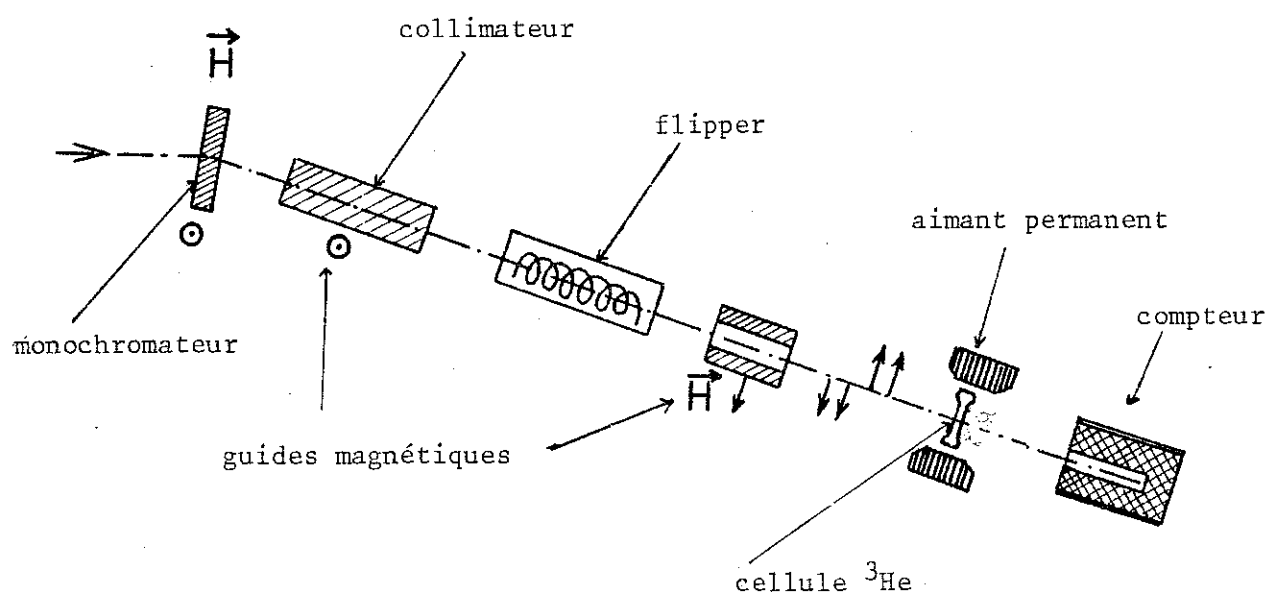


Figure 28 : Dispositif de mesure en neutrons polarisés

Le compteur à neutrons est indifférent à l'état de polarisation des neutrons qu'il détecte mais il est synchronisé avec le flipper. En pratique, l'inversion de polarisation des neutrons a lieu "instantanément" toutes les deux secondes et le nombre de coups obtenu dans chaque configuration est mémorisé. Il est commode de définir pour chacun des deux types de polarisation un taux de comptage :

$$\tau = \frac{\text{nombre de neutrons détectés}}{\text{nombre de neutrons incidents}}$$

A l'issue du comptage on obtient deux taux de comptages différents τ_p et τ_a selon l'orientation parallèle ou antiparallèle de la polarisation du faisceau relativement à celle de la cible. Il existe plusieurs formulations équivalentes qui relient la polarisation de la cible aux taux de comptage τ_a et τ_p . On peut l'exprimer en fonction du rapport $\frac{\tau_p}{\tau_a}$ comme cela est réalisé dans la référence (37). Nous proposons ici une formulation différente à partir de la différence relative des deux taux de comptages appelée efficacité de transmis-

sion notée ϵ . Dans le cas des faibles polarisations de 1^3He ($f_N < 10\%$) le calcul montre (cf annexe 2) que cette efficacité ϵ définie par

$$\epsilon = \frac{\tau_p - \tau_a}{\tau_p + \tau_a}$$

est proportionnelle à la polarisation de 1^3He f_N :

$$\epsilon = \alpha f_N$$

que l'on écrira en fonction d'une température fictive T^*

$$\epsilon = \alpha \frac{\mu H}{k T^*}$$

Nous avons d'abord vérifié cette dépendance à l'occasion d'une expérience à l'ILL sur l'instrument D5, figure 29. Ensuite nous avons testé le refroidissement de 1^3He solide dans la cellule au-dessous de la transition magnétique par la mesure de T^* en neutrons polarisés. Dans ce type d'expérience au-dessous de 10 mK la température réelle est déterminée à partir des mesures d'aimantation réalisées à différents volumes molaires.

La précision des mesures d'efficacité de transmission est assez bien représentée par la statistique sur les comptages de N^+ et N^- :

$$\Delta\epsilon \cong \sqrt{\frac{1}{N^+} + \frac{1}{N^-}}$$

La précision des mesures de transmission est liée à l'erreur statistique sur les comptages N^+ et N^- . Les erreurs systématiques sur les comptages de N^+ et N^- (bruit, temps mort, variation de flux N_0^+ et N_0^- du réacteur sur une longue période) s'éliminent bien dans la différence

$\tau_p - \tau_a$ mais s'ajoutent par contre dans le dénominateur $\tau_p + \tau_a$. Par conséquent la valeur mesurée de l'efficacité de transmission $\varepsilon = \frac{\tau_p - \tau_a}{\tau_p + \tau_a}$ sera légèrement pessimiste.

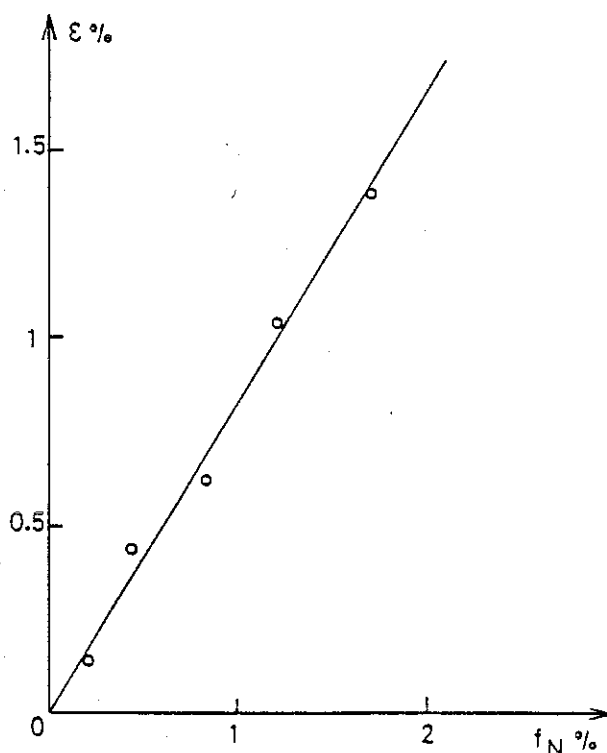


Figure 29 : Efficacité de transmission des neutrons polarisés en fonction de la polarisation de la cible d' ^3He (exp D5).

c) Expérience sur l'appareil D5 à l'ILL : 1er test du refroidissement de l' ^3He solide dans la cellule

Nous avons effectué une série de mesures sur le spectromètre à neutrons polarisés D5 avec une cellule ^3He refroidie jusqu'à 35 mK au moyen d'un réfrigérateur à dilution et polarisée de l'extérieur par l'intermédiaire d'un électro-aimant donnant un champ maximum de 0,9 T. L'environnement expérimental : vibrations, proximité du réacteur à haut flux, rayonnement électromagnétique, ne permettait pas d'atteindre les performances attendues de notre cryostat à dilution ($T_{\min} = 6$ mK). Néanmoins, le refroidissement obtenu de $T = 35$ mK (mesurée par une résistance de carbone sur le cuivre de la cellule) dans un champ de 0,9 T donnait une polarisation de l' ^3He $f_N = 2$ % et constituait un progrès décisif important par rapport aux mesures de Passel et Schermer sur l' ^3He adsorbé sur des zéolites (28).

II.3 - DIFFRACTION DE NEUTRONS POLARISES SUR UNE CIBLE DE NOYAUX POLARISES

Au début des essais de refroidissement, nous avons été amenés à tester les performances de la désaimantation nucléaire du point de vue de l'évolution de la température en fonction des pertes thermiques. Pour ce faire, nous utilisons l'interaction de neutrons polarisés sur une cible de noyaux polarisés mais dans une géométrie différente de celle réalisée avec l' ^3He solide : les neutrons polarisés sont diffractés sur un monocristal de cuivre placé dans un champ permanent de 800 G et en contact thermique avec la cellule ^3He elle-même solidaire de la désaimantation nucléaire (fig. 19).

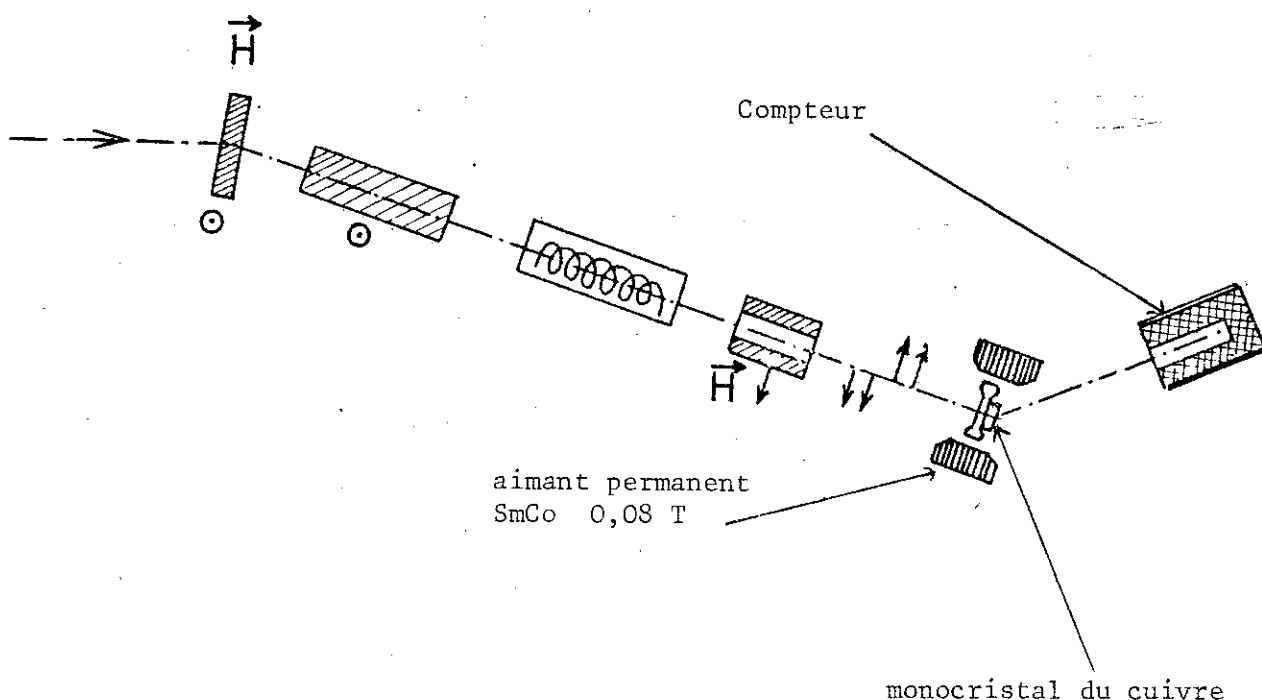


Figure 19 : Dispositif de diffraction avec neutrons polarisés

Le principe de la mesure est basé sur la variation de la longueur de diffusion en fonction des orientations relatives des polarisations nucléaires du cristal de cuivre et des neutrons.

II.3.1 - Amplitude de diffusion

Dans le cas d'un magnétisme purement nucléaire et pour un seul isotope on a (cf. I.3.1) :

$$b = \bar{b} + BI \vec{f}_N \vec{f}_n \quad B = \frac{b^+ - b^-}{2I+1}$$

On a un effet maximum de polarisation en prenant des orientations relatives des vecteurs $\vec{f}_N$ et $\vec{f}_n$ parallèle et antiparallèle. Alors $b = \bar{b} \pm \delta b$ avec

$$\delta b = \left(\frac{b^+ - b^-}{2I+1} \right) I \cdot f_N$$

La polarisation f_N des noyaux est donnée en fonction du champ H et de la température T par la fonction de Brillouin $B_I(x)$:

$$f_N = B_I(x)$$

avec avec $x = \frac{\mu H}{kT}$ μ_n : magnéton de Bohr nucléaire
 et $\mu = g_n I \mu_n$ $g_n I$: moment nucléaire en magnéton de Bohr

Dans la mesure où les polarisations sont faibles on a

$$B_I(x) \approx \frac{I+1}{3I} x$$

et la variation relative de la longueur de diffusion $\frac{\delta b}{b}$ a une expression simple.

$$\frac{\delta b}{b} = \frac{1}{3} \frac{I+1}{2I+1} \cdot \frac{b^+ - b^-}{b} \cdot x$$

Parmi les éléments de la classification périodique pouvant donner lieu à un effet mesurable $\frac{\delta b}{b}$ nous avons choisi le cuivre qui présente l'avantage d'être bon conducteur thermique, peu absorbant aux neutrons et qui n'offre pas de difficultés technologiques d'implantation sur la cellule ^3He . Le cuivre est cependant formé de deux isotopes stables de même spin $I = 3/2$, de moment nucléaire et de longueur de diffusion différents.

La contribution des deux isotopes s'écrit en prenant des moyennes sur les abondances relatives des isotopes :

$$f_N = \frac{\langle g_n I \times B_I \left(\frac{g_n I \mu_N^H}{kT} \right) \rangle}{\langle g_n I \rangle}$$

$$\frac{\delta b}{b} = \frac{1}{3} \frac{I+1}{2I+1} \frac{\langle (b^+ - b^-) g_n I \rangle}{b} \frac{\mu_N^H}{kT}$$

avec les valeurs numériques suivantes :

	⁶³ Cu	⁶⁵ Cu
abondance relative	0,691	0,309
spin nucléaire I	3/2	3/2
moment nucléaire g _n I (en μ _N)	2,226	2,385
amplitude de diffusion $\overline{b}$ (× 10 ⁻¹² cm)	0,67	1,11
b ⁺ -b ⁻ (× 10 ⁻¹² cm)	0,045	0,37

On trouve :

$$\frac{\delta b}{\overline{b}} = 3,38 \cdot 10^{-5} \frac{H}{T} \quad \text{et} \quad f_N = 4,63 \cdot 10^{-5} \frac{H}{T}$$

Dans des conditions expérimentales où H = 0,08 T et T = 10⁻³ K on a les valeurs :

$$\frac{\delta b}{\overline{b}} = 2,70 \cdot 10^{-3} \quad \text{et} \quad f_N = 3,7 \cdot 10^{-2}$$

II.3.2 - Intensité diffractée

Les intensités des raies diffractées par un cristal sont proportionnelles au carré du module de l'amplitude de diffusion. Le calcul des intensités diffractées dans les configurations parallèles et antiparallèles est reporté à l'annexe 3. L'analogie avec les mesures de transmission conduit à définir une différence relative de deux taux de comptage ε_o, appelée polarisation de la raie de Bragg. Pour de faibles polarisations du cuivre, on montre à l'annexe 3 que

$$\epsilon_o = \frac{2\delta b}{\overline{b}}$$

Dans les conditions expérimentales où H = 0,08 T et en posant T_o = 5,4 · 10⁻⁶ K on obtient une relation simple entre la température T du cuivre et la grandeur ε_o mesurée aux neutrons

$$\epsilon_o = \frac{T_o}{T}$$

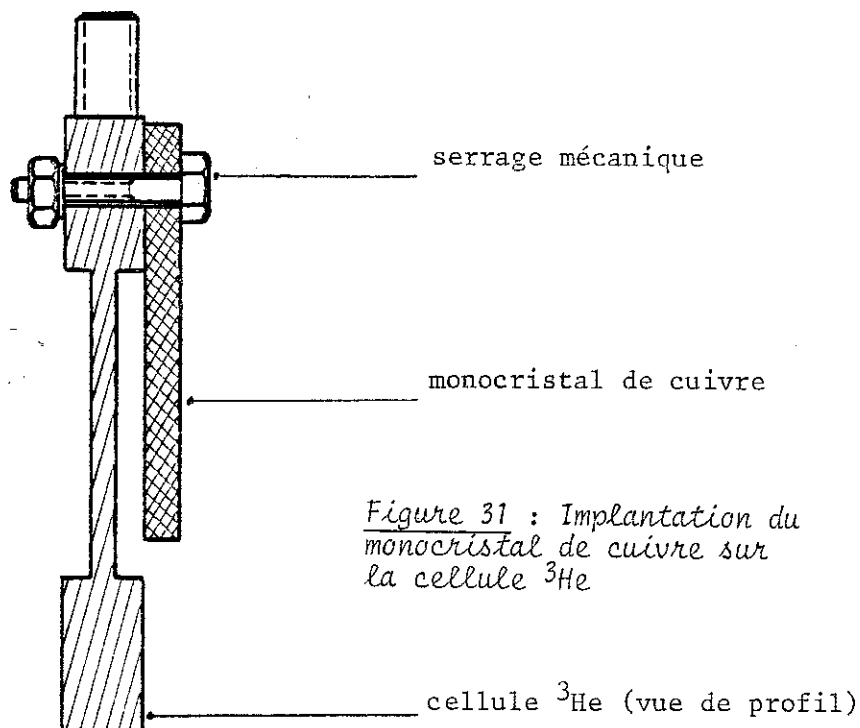


Figure 31 : Implantation du monocristal de cuivre sur la cellule ^3He

II.3.3. - Application à la thermométrie

Au cours des essais de désaimantation nucléaire nous avons rencontré des problèmes de pertes thermiques dont l'origine fut longtemps inconnue mais qui plus tard fut attribuée à une fuite extrêmement petite sur la dilution. Les autres pertes (conduction par l'interrupteur supraconducteur et par les supports) qui sont toujours difficiles à évaluer sont inférieures à celles causées par les neutrons et les γ en provenance du réacteur lorsque le conduit de neutrons est ouvert.

Nous avons mesuré la polarisation ϵ_0 de la raie de Bragg d'un monocristal de cuivre en contact thermique avec la cellule (figure 31). Le refroidissement est assuré par le processus de désaimantation nucléaire (voir II.3.1) avec les conditions initiales et finales suivantes :

	H (T)	T (mK)
initial	6,9	15
final	0,17	0,37

L'évolution au cours du temps de la température se traduit par une variation de la polarisation ϵ_0 représentée à la figure 30.

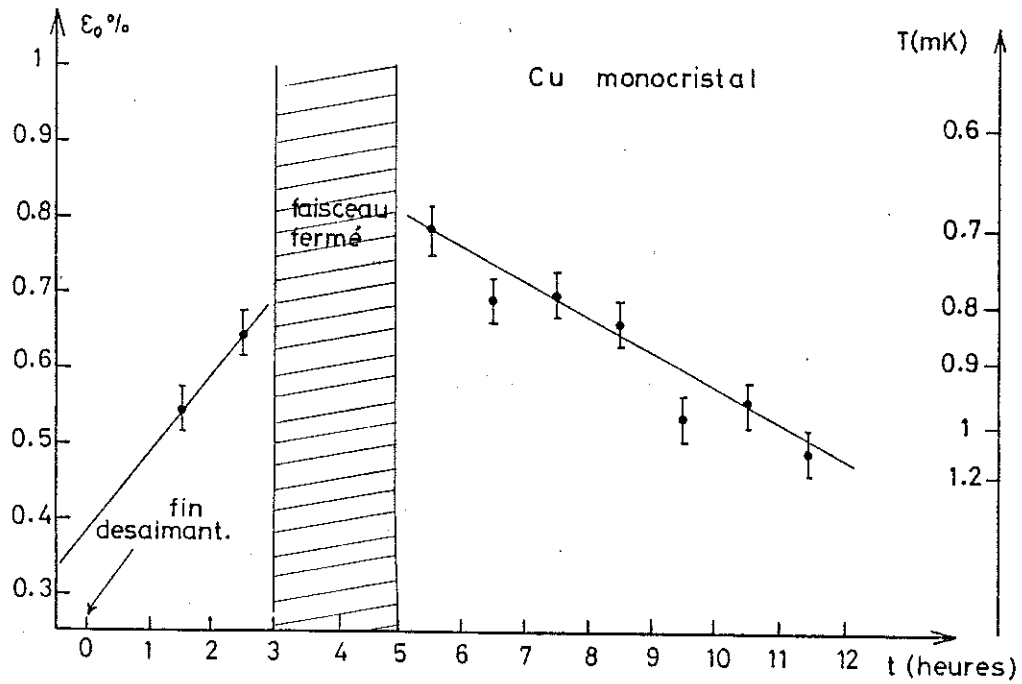


Figure 30 : Réchauffement du monocristal de cuivre

La mesure du réchauffement en fonction du temps observé à la figure 30 permet une estimation des pertes $\dot{Q}$ du système en fonction de l'évolution temporelle $\frac{\Delta \epsilon_0}{\Delta t}$ de la polarisation ϵ_0 . En effet le réchauffement s'écrit :

$$\dot{Q}dt = CdT$$

où $C = \frac{\lambda}{\mu_0} \frac{H_f^2}{T^2}$ est la chaleur spécifique molaire disponible sur la source froide. En remplaçant T par son expression en fonction de $\epsilon_0 = \frac{T_0}{T}$ et en dérivant, il vient :

$$\dot{Q} = - \frac{\lambda}{\mu_0} \frac{H_f^2}{T_0} \dot{\epsilon}_0 \quad (\text{par mole})$$

La dérive $\dot{\epsilon}_0$ que nous mesurons à la figure 30 est $\dot{\epsilon}_0 = -1,33 \cdot 10^{-7} \text{ s}^{-1}$. Dans les conditions de cette expérience, on en déduit une puissance

$$\dot{Q} = 2,3 \text{ nW/mole}$$

avec cette puissance la température la plus basse dans les conditions de cette désaimantation est théoriquement $T_E = 0,37 \text{ mK}$ (voir II.3.1). Le décallage entre cette valeur et la valeur de $0,7 \text{ mK}$ mesurée aux neutrons est dû au mauvais couplage thermique entre le monocristal et la source froide. On peut l'interpréter en terme de résistance de contact R entre deux parois métalliques séparées par un écart de température ΔT .

$$\Delta T = \frac{R}{A} \dot{Q}_0$$

où A est la surface de contact et $\dot{Q}_0$ représente les pertes dues aux neutrons. L'évaluation de $\dot{Q}_0$ demanderait une étude approfondie sur les phénomènes susceptibles de provoquer un chauffage lors de l'ouverture du conduit de neutrons comme dans le cas de l' ^3He . Nous pensons que, compte tenu de la section efficace d'absorption du cuivre à $1,8 \text{ \AA}$ $\sigma = 2,2 \text{ b}$, de l'épaisseur du monocristal (5 mm), du flux incident $N_0 = 10^4 \text{ n/s}$, il y a environ 5000 désintégrations par seconde. Les énergies mises en jeu lors des désintégrations sont de l'ordre du MeV, soit $1,6 \cdot 10^{-13} \text{ J}$. Si on ignore les durées de vie des éléments formés pour compenser la part d'énergie extérieure apportée par les rayonnements γ issus du réacteur on obtient un chauffage maximum de $8 \cdot 10^{-10} \text{ W}$.

Les valeurs : $\Delta T = 0,3 \cdot 10^{-3} \text{ K}$, $A = 5 \text{ mm}^2$, $\dot{Q}_0 = 8 \cdot 10^{-10} \text{ W}$ permettent de déduire une résistance de contact $R \approx 20 \text{ m}^2\text{K/W}$. A titre de comparaison, la résistance de Kapitza de l' ^3He solide que nous avons mesurée à 2 mK est $R_K = 8,5 \cdot 10^5 \text{ m}^2\text{K/W}$ (voir II.3.2). L'implantation du monocristal sur la cellule par simple serrage mécanique conduit à des problèmes de thermalisation analogues à ceux de l'hélium pour lequel on peut disposer de surfaces d'échanges 10^5 fois plus grandes grâce aux poudres métalliques (les rapports $\frac{\Delta T}{\dot{Q}_0}$ sont comparables dans les deux cas).

Le contact thermique du monocristal peut être amélioré par un couplage électronique direct. A chauffage constant, la précision sera augmentée en accroissant la polarisation des noyaux de cuivre : actuellement, dans les conditions où $H = 0,08 \text{ T}$ et $T = 10^{-3} \text{ K}$ il faut compter 8.10^6 neutrons pour avoir une précision relative de 10 % sur la valeur de ϵ_0 ($\epsilon_0 = 5,4.10^{-3}$).

II. 4 - OBSERVATION DE LA TRANSITION MAGNETIQUE DE L' ^3He SOLIDE AVEC LES NEUTRONS POLARISES

Les mesures de polarisation de la raie de Bragg du monocristal de cuivre ont grandement facilité la mise au point de la désaimantation nucléaire en permettant notamment de chiffrer les pentes thermiques sur le système de réfrigération et d'y apporter des remèdes (remplacement du cryostat à dilution, essais d'une autre désaimantation nucléaire plus volumineuse).

Le problème cryogénique qui était préalablement posé dans cette expérience d'ultra basses températures était celui de la thermalisation de l' ^3He solide dans la géométrie de la cellule avec le chauffage parasite apporté par les neutrons. Les expériences de refroidissement de l' ^3He solide jusqu'à 0,5 mK que nous avons réalisées apportent la réponse positive à ce problème. Nous allons tenter d'expliquer schématiquement les phénomènes qui s'opposent au refroidissement de l' ^3He dans la cellule en présence des neutrons.

II.4.1 - Thermalisation de l'³He solide dans la cellule

Nous rappelons brièvement les résultats principaux de la désaimantation nucléaire largement développés dans l'ouvrage de Lounasmaa (3) (voir également l'annexe 1).

L'entropie S_{nc} d'un système de spins nucléaires indépendants $I = 3/2$ et faiblement polarisés reste constante au cours du processus de désaimantation (aux pertes et irréversibilité près).

$$S_{nc} = R \log(2I+1) - \frac{\lambda}{\mu_0} \frac{H^2}{T_{nc}^2} \text{ (par mole)}$$

où $\lambda = \frac{\mu_0}{3k} \cdot N_A \cdot \left(\frac{I+1}{I}\right) (\mu_N)^2$ est la constante de Curie nucléaire par mole de cuivre ($\lambda = 4 \cdot 10^{-12}$ K.m²/mole) et où l'indice nc se rapporte aux noyaux de cuivre. Les valeurs finales (H_f, T_f) sont liées aux valeurs initiales (H_i, T_i) par la relation :

$$\frac{H_i}{T_i} \approx \frac{H_f}{T_f}$$

Le champ H_f est plus élevé que le champ moléculaire du cuivre $b=0,3$ mT pour que la chaleur spécifique du système C_{nc} soit importante :

$$C_{nc} = T_{nc} \left. \frac{\partial S_{nc}}{\partial T_{nc}} \right|_{H_f} = \frac{\lambda}{\mu_0} \frac{H_f^2}{T_{nc}^2} \text{ (par mole)}$$

La réserve d'énergie disponible est

$$\Delta Q = \int_{T_f}^{\infty} C_{nc} dT_{nc} = \frac{\lambda}{\mu_0} \frac{H_i H_f}{T_i} \text{ (par mole)}$$

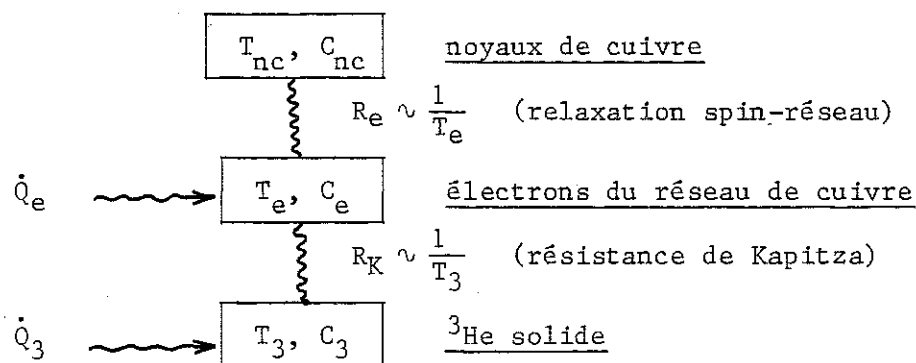
et le temps de réchauffement Δt en fonction des pertes $\dot{Q}$ s'écrit

$$\Delta t = \frac{\lambda}{\mu_0} \frac{H_i H_f}{T_i} \frac{1}{\dot{Q}}$$

Pour fixer les idées, nos conditions expérimentales donnent les valeurs suivantes à ces paramètres

	H Tesla	T mK	
i	6,5	10	$\Delta Q = 3,30 \cdot 10^{-4}$ J/mole
f	0,16	0,3	$t \approx 4$ jours avec $\dot{Q} = 1$ nW/mole

Les phénomènes de transfert thermique entre les noyaux de cuivre et l'échantillon sont couramment représentés par le schéma suivant :



Les électrons qui présentent peu de chaleur spécifique ($C_e/T = 0,7 \cdot 10^{-3} \text{ JK}^{-2}\text{mole}$) se thermalisent à la source froide par couplage spin réseau avec un temps de relaxation $\tau_1 = \frac{\mathcal{K}}{T_E}$. Avec le cuivre ($J = \mathcal{K} \text{ s.K}$) les temps de mise en équilibre sont de l'ordre d'une heure à $T_E = 0,3 \text{ mK}$. La plus basse température atteinte par les électrons est liée aux pertes $\dot{Q}_e$ sur la source froide par la relation (3) :

$$T_E = \frac{T_i}{H_i} H_f \left(1 + \frac{\mu_0 \mathcal{K} \dot{Q}_e}{\lambda H_f} \right)$$

Cette température s'écarte de $T_f = \frac{T_i H_f}{H_i}$ si les pertes $\dot{Q}$ sur le système sont importantes. Dans les conditions de l'expérience précédentes

$$\begin{aligned} T_E &\approx T_f = 0,3 \text{ mK} & (\dot{Q}_e = 1 \text{ nW/mole}) \\ T_E &= 0,5 \text{ mK} & (\dot{Q}_e = 50 \text{ nW/mole}) \end{aligned}$$

L'obstacle majeur au refroidissement de 1^3He solide est la résistance de contact R_K entre solide et paroi métallique. Le transfert d'une puissance $\dot{Q}$ s'accompagne d'un écart de température.

$$\Delta T = \frac{R_K}{A} \dot{Q}$$

où A est la surface d'échange en m^2 .

La théorie basée sur la transmission acoustique des phonons à l'interface hélium-paroi métallique prévoit une variation dramatique de R_K en T^{-3} . D'autres mécanismes de couplage existent qui dépendent certainement de la géométrie. Ainsi, J.P. Harrison (32) prévoit deux types de comportement dans la région des mK :

- * échantillon massif $R_K \propto T^{-2}$
- * géométrie restreinte : poudre métallique $R_K \propto T^{-1}$

II.4.2 - Refroidissement de 1^3He solide à $V_M = 23 \text{ cm}^3/\text{mole}$

Nous avons réalisé des essais de refroidissement sur de 1^3He solide assez dense au-dessous de 1 mK et observé pour la première fois l'effet du chauffage des neutrons sur 1^3He par mesures en neutrons polarisés. La transition magnétique T_N qui varie énormément avec le volume molaire V_M n'a pas été franchie car elle est à la limite des caractéristiques théoriques choisies pour la désaimantation nucléaire.

$$T_N = \left(\frac{V_M}{24,2} \right)^{17 \pm 1} \quad \text{d'après T. Hata (34)}$$

$$T_N = 0,4 \text{ mK à } V_M = 23 \text{ cm}^3/\text{mole}$$

a) Température absolue de $1'^3\text{He}$

La température absolue de $1'^3\text{He}$ dans la cellule est déterminée grâce aux mesures en neutrons polarisés de la façon suivante :

- Le volume molaire du solide est déterminé à partir des mesures d'absorption donnant α .

- La mesure de l'efficacité de transmission ϵ en neutrons polarisés fournit la polarisation f_N du solide ^3He que nous exprimons en terme de température fictive T^* par la relation $f_N = \frac{\mu H}{k T^*}$. La polarisation de $1'^3\text{He}$ est obtenue par l'intermédiaire d'un aimant permanent (SmCo) fournissant un champ $H = 0,08 \text{ T}$:

$$\boxed{\epsilon (\%) = \alpha \cdot \frac{6,4}{T^*}} \quad T^* (\text{mK})$$

- Les mesures récentes d'aimantation de $1'^3\text{He}$ solide à différents volumes molaires en fonction de la température absolue donnent la relation entre T et T^* représentée à la figure 33.

b) Chauffage des neutrons

Nous décrivons qualitativement à la figure 34 une expérience sur de $1'^3\text{He}$ solide dense ($V_M \sim 23 \text{ cm}^3/\text{mole}$) mettant en première évidence l'effet du chauffage des neutrons. A l'issue de la désaimantation on observe que la température de $1'^3\text{He}$ s'équilibre en présence du flux incident de neutrons $N_0 = 5000 \text{ n/s}$. Après la fermeture du faisceau pendant deux heures on constate le refroidissement progressif de $1'^3\text{He}$ au cours de deux comptages de 5 mn espacés d'une heure. Le chauffage occasionné par les neutrons est détaillé en A) et B) (figure 35). Dans cette expérience $1'^3\text{He}$ n'a pas été refroidi au-dessous de sa transition magnétique. Il se réchauffe assez rapidement car il possède peu de chaleur spécifique.

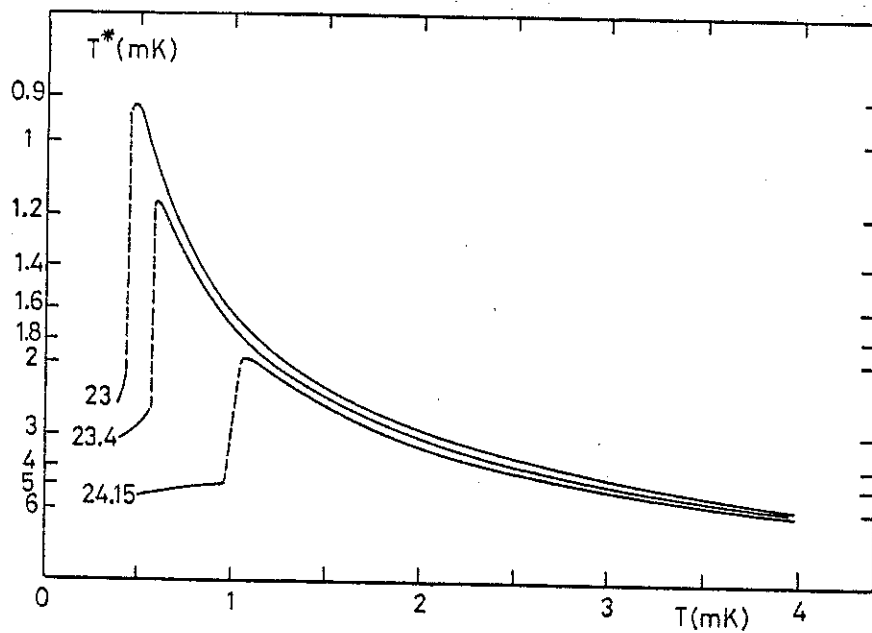


Figure 33 : Relation entre température fictive T^* et température absolue T à différents volumes molaires (établie à partir des mesures d'aimantation de T. Hata (34))

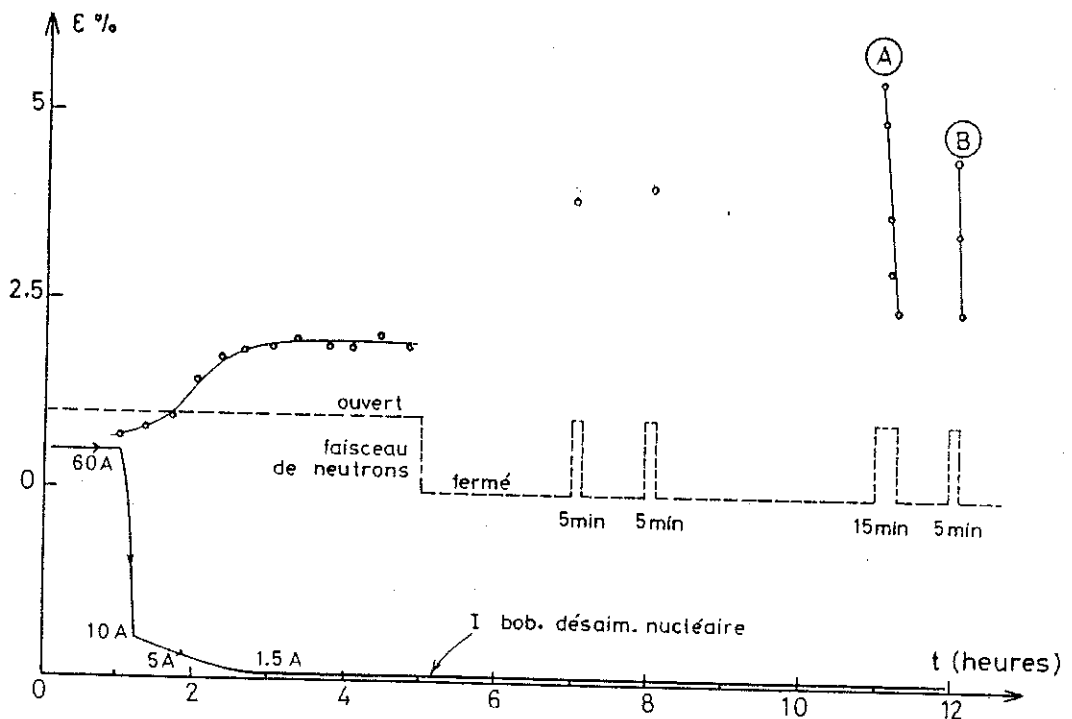


Figure 34 : Refroidissement de $l'^3\text{He}$ en présence des neutrons

- * Processus de désaimantation nucléaire : variation du courant I dans la bobine principale ($H/I = 0,115 \text{ T/A}$)
- * Ouverture et fermeture du faisceau de neutrons : courbe en pointillé
- * Mesure de ϵ en neutrons polarisés : cercles

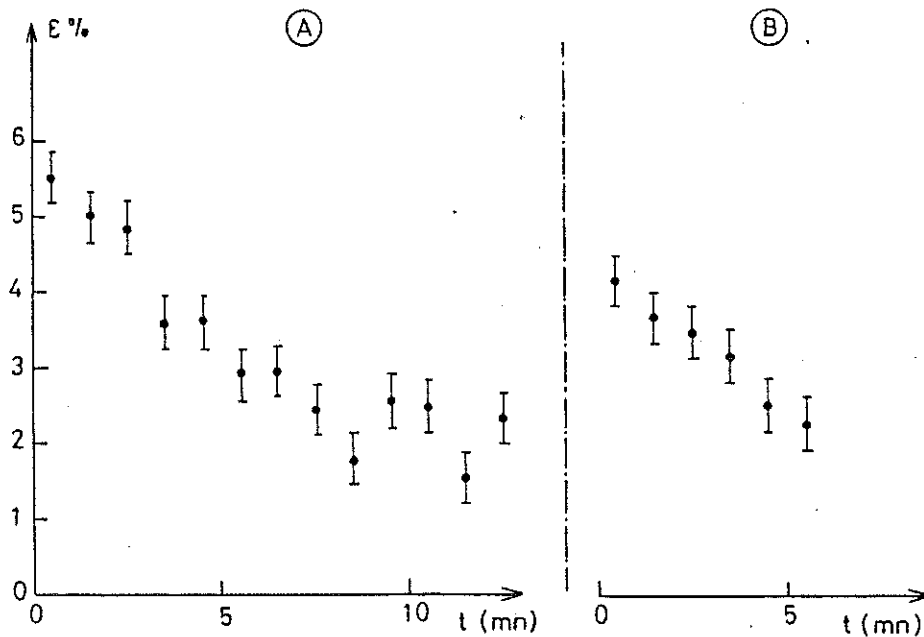


Figure 35 : Réchauffement de l' ^3He par les neutrons

c) Mesure de la résistance de Kapitza

La thermalisation de l' ^3He dans la cellule en présence des neutrons permet d'évaluer la résistance de Kapitza grâce à la mesure directe de la température de l' ^3He . La puissance de chauffage $\dot{Q}_3$ provient du ralentissement partiel des produits de fission dans l' ^3He . L'observation aux neutrons de la transition magnétique (au paragraphe suivant) permet d'estimer qu'une fraction 1/3 de l'énergie des particules chargées est dissipée dans l' ^3He . On montre à la figure 36 qu'un régime d'équilibre est atteint par l' ^3He ($T^*(\infty), T(\infty)$).

A partir des données expérimentales et des valeurs d'équilibre :

$$\begin{array}{lll} V_M = 23,1 \text{ cm}^3/\text{mole} & N_o = 1,1 \cdot 10^4 \text{ n/s} & \epsilon(\infty) = 1,75 \% \\ T_E = 0,3 \text{ mK} & \alpha = 0,83 & T^*(\infty) = 3 \text{ mK} \end{array}$$

La température thermodynamique correspondante de l' ^3He $T(\infty) = 2 \text{ mK}$ est déduite des mesures d'aimantation de T. Hata (34) à la figure 33.

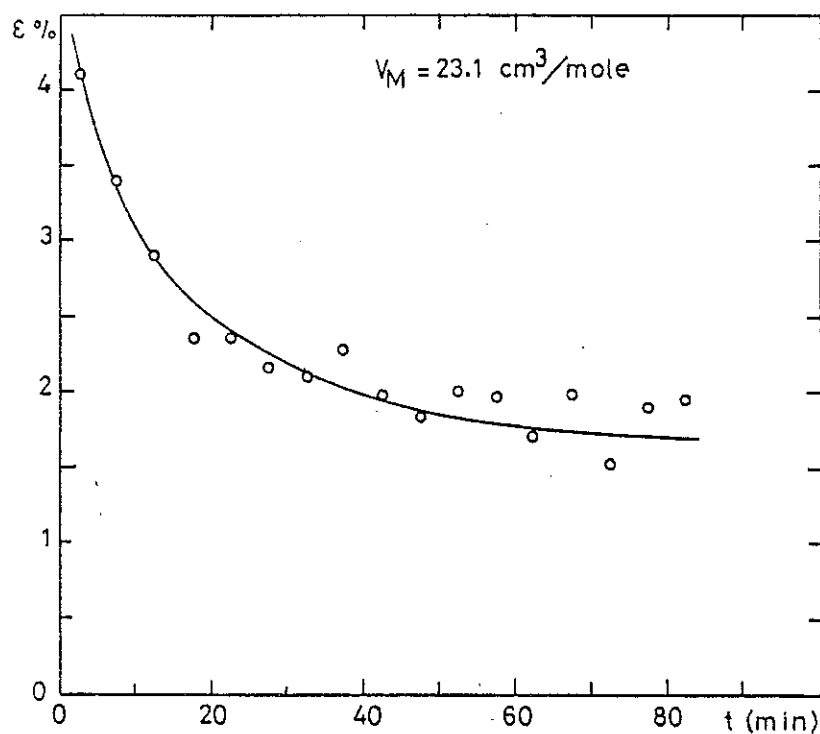


Figure 36 : Thermalisation de l' ^3He en présence des neutrons

La puissance de chauffage apportée par l'absorption des neutrons thermiques sur l' ^3He dans cette expérience est :

$$\dot{Q}_3 = \frac{(e^\alpha - 1) N_0 q_0}{3} = 0,6 \text{ nW}$$

où le facteur 3 tient compte de l'efficacité de ralentissement des particules chargées dans la poudre métallique déduite des mesures de temps de réchauffement. La valeur $q_0 = 1,3 \cdot 10^{-13} \text{ J}$ correspond à l'énergie d'une désintégration.

En prenant une surface d'échange $A = 0,3 \text{ m}^2$ correspondant au volume irradié par le faisceau (compte tenu de la collimation), une valeur de $R_K = 8,5 \cdot 10^5 \text{ m}^2 \text{ K/W}$ peut être calculée. Elle est en bon accord avec la valeur $R_K = 5,2 \cdot 10^5 \text{ m}^2 \text{ K/W}$ récemment mesurée par T. Mamiya (33)

à partir de mesure de temps de relaxation de la pression de 1^3He vers l'équilibre. Il convient de noter que la dépendance en température $R_K \propto T$ proposée par ces auteurs ne correspond pas aux prédictions de J.P. Harrison (32) mais correspond à une dépendance proposée pour les couplages magnétiques.

II.4.3 - Refroidissement de 1^3He solide à $V_M = 24,2 \text{ cm}^3/\text{mole}$

a) Durée de refroidissement de 1^3He au-dessous de T_N

Nos mesures de résistance de Kapitza permettent d'estimer le temps nécessaire à 1^3He solide (n_0 moles dans la cellule) pour franchir la transition magnétique à T_N lorsque les électrons du réseau de cuivre se sont thermalisés à $T_E = 0,3 \text{ mK}$.

Cette durée t peut être calculée à partir de la chaleur latente molaire de transition Q_0 caractéristique de la transition du premier ordre et des pertes $\dot{Q}_3$ sur 1^3He :

$$t = \frac{n_0 Q_0}{\frac{A}{R_K} (T_N - T_E) - \dot{Q}_3}$$

Les valeurs expérimentales : $n_0 = 4,5 \cdot 10^{-3} \text{ mole}$, $Q_0 = 2,5 \text{ mJ/mole}$, $A = 1 \text{ m}^2$ et l'hypothèse : $\dot{Q}_3 < 0,5 \text{ nW}$ donnent

$$t \approx 4 \text{ heures}$$

b) Observation de la transition magnétique à T_N avec les neutrons

Le passage de la transition magnétique a été observé aux neu-

trons, le faisceau étant ouvert 12 heures après désaimantation. La figure 37 montre le franchissement de la transition, caractérisé au bout d'un temps d'exposition de 50 mn. On remarque que la variation d'efficacité

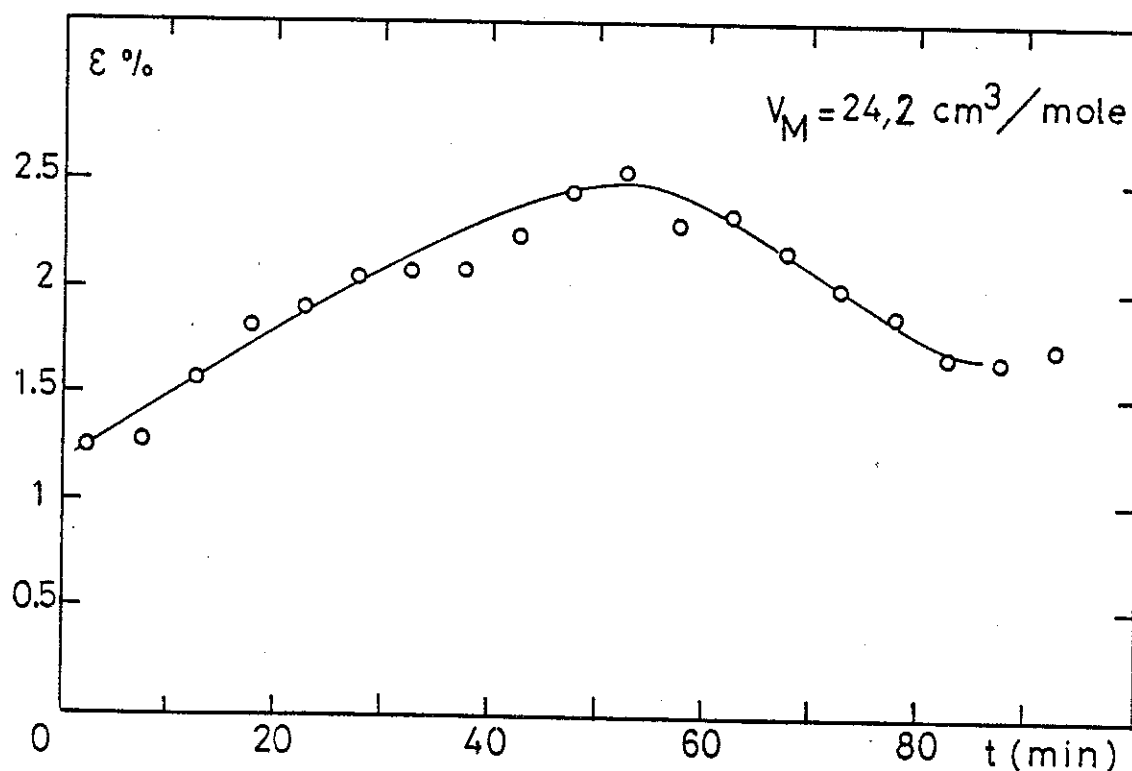


Figure 37 : Observation de la transition magnétique de l' ^3He solide à T_N en neutrons polarisés

de transmission $\Delta\epsilon$ est telle que $\frac{\Delta\epsilon}{\epsilon_{\max}} = \frac{1}{2}$ conformément aux mesures d'aimantation de T. Hata (45). L'interprétation du délai de réchauffement en fonction du temps théorique t_0 calculé au I.1.2 permet de calculer l'efficacité de ralentissement des produits de fission dans la poudre métallique. Le délai théorique t_0 , compte tenu des données expérimentales : $\alpha = 0,8$; $\lambda = 1 \text{ \AA}$, $N_0 = 1,2 \cdot 10^4 \text{ n/s}$ est de $t_0 = 1000 \text{ s}$. La valeur observée de 3000 s prouve que 1/3 seulement de la puissance de chauffage due aux neutrons est absorbée par l' ^3He et contribue au franchissement de la transition.

C O N C L U S I O N

Le but de ce travail était d'étudier les possibilités d'étude de l' ^3He solide par les neutrons pour définir les conditions à réaliser pour observer la structure magnétique de l' ^3He solide. Les résultats obtenus montrent qu'une telle expérience est réalisable puisque :

- 1°) on a pu observer pour la première fois les raies de Bragg d'un cristal ^3He ,
- 2°) on a réussi à refroidir au-dessous de la température d'ordre magnétique une cible d' ^3He irradié dans un flux de neutrons.

Un premier objectif sera d'observer la structure en champ magnétique nul puis de tenter de déterminer la nature de la phase de haut champ magnétique. Au vu des résultats récents de Hata et al (34), il ne semble pas qu'on doive envisager une modification de la structure magnétique sous pression puisque la variation en volume de la température de Néel apparaît monotone.

La simplicité conceptuelle des expériences de transmission conduira à réaliser des mesures de résistance de Kapitza et plus généralement de transfert de chaleur.

Une question fondamentale à laquelle des expériences prochaines pourront répondre est celle du transport de la chaleur au sein même d'un cristal d' ^3He . Par le seul processus de diffusion de spin, on s'attend à une thermalisation rapide (quelques secondes) du cristal, les difficultés rencontrées dans de nombreuses expériences étant alors dues à l'existence d'imperfections cristallines. La réussite

d'un découplage entre la mise en température d'une surface d' ^3He solide et celle du coeur même de l'échantillon peut conduire à un nouveau type de cellule où l'expérience de diffraction ne se ferait que sur un échantillon massif et non plus sur une géométrie restreinte.

D'un point de vue pratique, les expériences faites montrent clairement la facilité de réaliser des polariseurs de neutrons polarisés. Elles ouvrent la voie à toute une gamme d'expériences neutroniques nécessitant des températures inférieures à 10 mK couramment obtenues maintenant par les réfrigérateurs à dilution.

MAGNETIC TRANSITION OF SOLID ^3He OBSERVED BY
POLARIZED NEUTRONS

A. BENOIT *, J. FLOUQUET*, D. RUFIN* AND J. SCHWEIZER*

* Centre de Recherches sur les Très Basses Températures, CNRS,
B.P. 166 X, 38042 GRENOBLE Cédex, FRANCE

* Département de Recherche Fondamentale, C.E.N.G., B.P. 85 X,
38041 GRENOBLE Cédex, FRANCE and Institut Laue-Langevin,
B.P. 156 X, 38042 GRENOBLE Cédex, FRANCE

ABSTRACT

Measurements of the transmission of polarized neutrons through a weakly polarized solid ^3He target are reported. Temperatures down to 0.45 mK have been reached. This permits experimentation on the melting curve below the temperature of the magnetic transition. The Kapitza resistance is estimated.

RESUME

On décrit des mesures de transmission de neutrons polarisés sur une cible d' ^3He solide faiblement polarisée. Des températures de 0.45 mK sont obtenues. Sur la courbe de fusion, ce résultat permet d'envisager de réaliser des expériences neutroniques en dessous de la température d'ordre magnétique. On estime la résistance de Kapitza.

A major contribution to the understanding of the magnetic properties of solid ^3He will be to observe magnetic reflections in a neutron diffraction experiment (1). The first problem is to cool a ^3He solid target in the presence of a neutron beam, since the neutron absorption cross section (σ) of ^3He nuclei is high : $\sigma \sim 3000 \text{ b}$ for a wavelength of $1 \text{ \AA}$ (2).

In the same spirit as Passel and Schermer (3) who have measured the magnetization of absorbed ^3He nuclei on zeolite by studying transmission of a polarized neutron beam, we have set up an experiment with weakly polarized solid ^3He target. Since the susceptibility has been measured previously as a function of the temperature and of the molar volume, these measurements give in situ the temperature of a ^3He solid target in a neutron beam.

CONSIDERATIONS

The basic idea for the experiment is that the neutron capture occurs only for the singlet state built up by the nuclear spin $\vec{I} = 1/2$ and $\vec{s} = 1/2$ of ^3He and of the neutron. The neutron capture may occur only for antiparallel spin components of the neutron and ^3He . If, with respect to the spin component of the neutron, n^+ and n^- is the number of ^3He nuclei of a target of an area S of parallel and antiparallel spin component, the transmission of N_0 neutrons is equal to :

$$N = N_0 \exp - \frac{2n^- \sigma}{S}$$

[The factor 2 takes into account the fact that the absorption cross section is given for random spin orientation]. Using an absorption parameter α defined by

$$\alpha = A \frac{\sigma x}{V}$$

where A, V and x are respectively Avogadro's number, the molar volume and the thickness of the target, N can be written as a function of the ^3He magnetization M normalized to the saturation M_0

$$N = N_0 \exp - \alpha(1 - M/M_0)$$

α can be determined by simple transmission experiments at higher temperatures. The flipping ratio (R) between the normalized number of transmitted neutrons with up and down polarization is given by :

$$R = \exp 2\alpha M/M_0$$

This quantity will lead to a magnetization measurement.

For a given target, α is proportionnal to V^{-1} . The measurement of the neutron transmission at high temperature gives the density of the ^3He solid. By performing experiments at well known conditions, a molar volume gauging can be performed. This has been realized using the pressure versus volume relation of the liquid ^3He phase (4) where the pressure of the target can be measured outside at room temperature.

By observing the change in the neutron transmission with V, the molar volume of the solid phases can be determined. In our experiment, the accuracy reaches 0.5 %. It can be increased using higher count rates.

EXPERIMENT

Using a dilution refrigerator of our own design in conjunction with a copper nuclear demagnetization stage, we are able to achieve very low temperature ($T \sim 0.3$ mK). The experiment was set up on the neutron diffractometer of the Melusine reactor of CEN laboratory of Grenoble. The target is fashioned with 700 Å powder of silver sintered on two copper plates of respective thicknesses 1 mm and 0.3 mm. The target is squeezed between two aluminium pieces. The 800 Oe polarizing field is achieved by a permanent magnet (figure 1).

The curve of the gauging of the molar volume is described in figure 2. Using these data, the pressure is increased in the target up to the chosen density. The volume is continuously measured during the cooling procedure which leads to the solid phase. After a precooling time of 48 hours down to 10 mK, further cooling is achieved with the demagnetization of copper down a final field of 2 kOe. A lowest temperature of 0.3 mK is reached by the lattice of copper. The beam is open after a delay of 12 hours. The number of neutrons falling onto the sample is $N_0 = 1.2 \times 10^4$ n/sec.

RESULTS

According to the strength of the magnetic Grüneisen coefficient, $\Omega_m \sim -17$ (5), the Curie Weiss temperature and the transition temperature decrease with the molar volume. Figure 3 reports, in arbitrary units, the susceptibility data corresponding to the two molar volume measured of 23.1 cm^3 and 24.2 cm^3 .

Figure 4 describes the corresponding flipping ratio as a function of the time of the neutron irradiation. For the

23.1 cm³ experiment, a temperature of the phase boundary was not achieved. A minimum temperature of 0.45 mK is reached corresponding to the temperature T_N of the magnetic transition. For the 24.2 cm³ experiment, which corresponds to the molar volume at the melting curve, the initial increase of the flipping ratio and thus of the susceptibility shows clearly that experiments below T_N can be maintained during a time of $\Delta t = 50$ minutes after the opening of the neutron beam. The factor of 2 observed between the susceptibility measured at $t = 0$ ($T < T_N$) and the susceptibility maximum ($T = T_N$) is in excellent agreement with the thermodynamic measurement of Hata et al. (5). This proves that the temperature of the target is lower than T_N before the opening of the neutron beam.

The heating power $\dot{Q}_{3\text{He}}$ produced by the neutron capture on ³He atoms can be estimated from the results obtained on the melting curve. According to the entropy drop $\Delta S \sim 0.4 R \log 2$ at T_N (6) and the measured time Δt below which the condition $T \leq T_N$ is realized, a value $\dot{Q}(^3\text{He}) = 8 \cdot 10^{-10}$ W is derived through the relation :

$$\dot{Q}(^3\text{He}) = T \frac{\Delta S}{\Delta t}$$

The energy loss $\dot{Q}$ of the charged particles (proton and triton) produced by the nuclear reaction is $\dot{Q} \sim 1.3 \times 10^{-9}$ W. Using tables of atomic stopping cross sections (7), 80 % of this energy may be absorbed in silver. The comparable values of $\dot{Q}(^3\text{He})$ and $\dot{Q}$ may show either parasitic heatings coming along the beam (γ rays, fast neutrons) or an overestimation of the role of the silver powder.

Extrapolating to infinite time, an equilibrium value of $T \sim 2$ mK seems to be reached. Thus, the Kapitza resistance R_K between ^3He and the silver powder can be estimated from the temperature difference δT and the heating $\dot{Q}(^3\text{He})$.

$$\delta T = \frac{R_K}{S} \dot{Q}(^3\text{He}) \quad (S = 0.3 \text{ m}^2)$$

At $T \sim 2$ mK, the derived value of $6 \cdot 10^5 \text{ m}^2 \text{ K/W}$ is in excellent agreement with the determination of $5 \times 10^5 \text{ m}^2 \text{ K/W}$ recently reported by Mamiya et al. (8).

CONCLUSION

The reported results prove the feasibility of the study on solid ^3He by neutrons at very low temperature, notably below T_N . Since Bragg diffraction lines have been observed in similar targets⁽⁹⁾, the probability for observing the magnetic structure is high.

This experiment shows clearly that solid ^3He can be cooled down below 10 mK in a high magnetic field in order to polarize neutrons.

The authors are indebted to the ILL Laue Langevin Institut for performing experiments on the D5 polarized neutron spectrometer. Previous measurements performed on D1B and D4 at ILL and on D₂ at the Siloe reactor of CEN of Grenoble have been very helpfull. We are greatful for the stimulating discussions with and the help of Dr D. Brochier, Dr P. Convert, Dr P. Burlet and Dr J. Rossat Mignod. Two of us (AB and Jf) thank the "Physique des Solides" laboratory of Orsay for allowing us to use a dilution refrigerator previously built in Orsay.

REFERENCES

- 1) See D.D. OSHEROFF, M.C. CROSS and D.S. FISHER, Phys. Rev. Lett. 44 (1980), 792.
- 2) J.Als.NIELSEN and O. DIETRICH, Phys. Rev. B133 (1964), 925.
- 3) L. PASSEL and R.I. SCHERMER, Phys. Rev. 150 (1966), 149.
- 4) E.R. GRILLY, J.Low Temp. Phys. 4 (1971), 615.
- 5) T. HATA, S. YAMASAKI, Y. TANAKA, T. KODAMA and T. SHIGI, Physica 107B (1981), 201.
- 6) W.P. HALPERIN, F.B. RASMUSSEN, C.N. ARCHIE and R.C. RICHARSON, J. Low Temp. Phys. 31, 617 (1978).
- 7) W. WHALING, Handbuch der Physik (Springer Verlag), Ed. By S. Flugge, XXXIV (1958), 193.
- 8) T. MAMIYA, A. SAWADA, H. FUKUYAMA, Y. HIRAO and Y. MASUDA, Physica 108B (1981), 847.
- 9) D. RUFIN, thèse Grenoble unpublished (1982).

FIGURE CAPTIONS

Fig. 1 : View of the low temperature experimental set up.

MC, S, CD, CC, H_D , H_P and T are respectively the mixing chamber filled up with silver sintered powders, the superconducting switch, the copper demagnetization stage, the compensating coils, the demagnetization magnet, the polarizing permanent magnet and the target.

Fig. 2 : Observed check of the linearity of $\text{Log } N_O/N$ versus the inverse of the molar volume V . The full circles are the values measured for the volumes of the liquid phases. The open circle shows how, in the solid phase, the volume is deduced from the measurement of $\text{Log } N_O/N$.

Fig. 3 : Temperature variation of the susceptibility χ . In full and dashed lines respectively for $V = 24.2 \text{ cm}^3$ and 23.1 cm^3 . (see reference 5)

Fig. 4 : Time dependence of the flipping ratio measured for $V = 24.2 \text{ cm}^3$ (full circle) and for $V = 23.1 \text{ cm}^3$ (open circle). The time origin corresponds to the opening of the neutron beam.

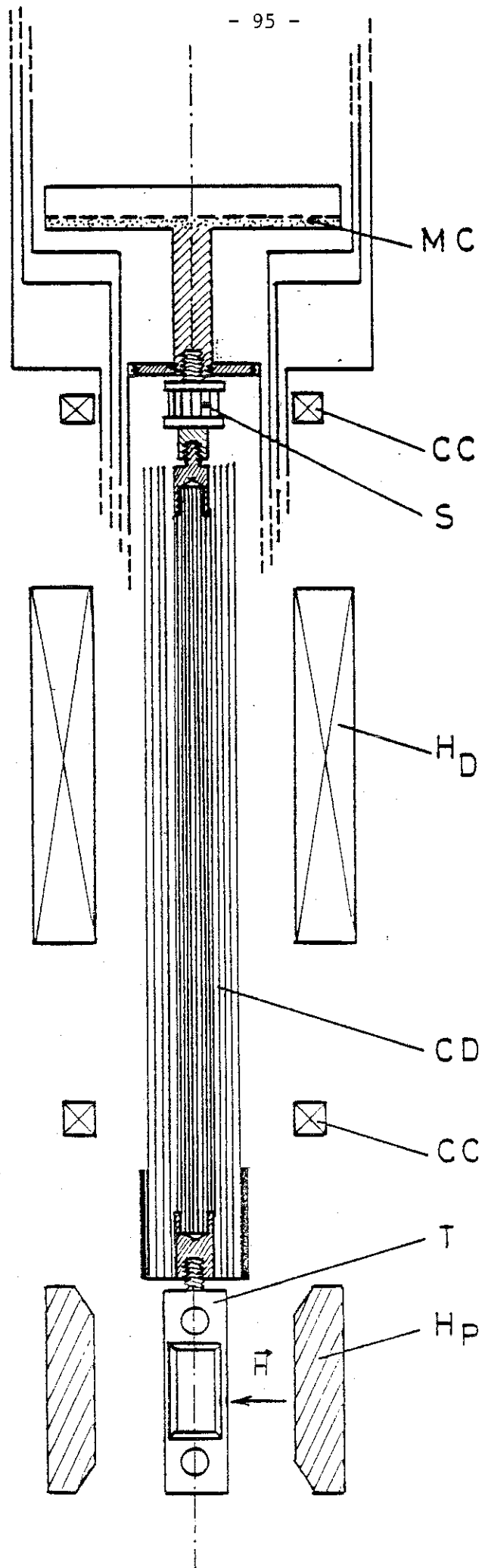
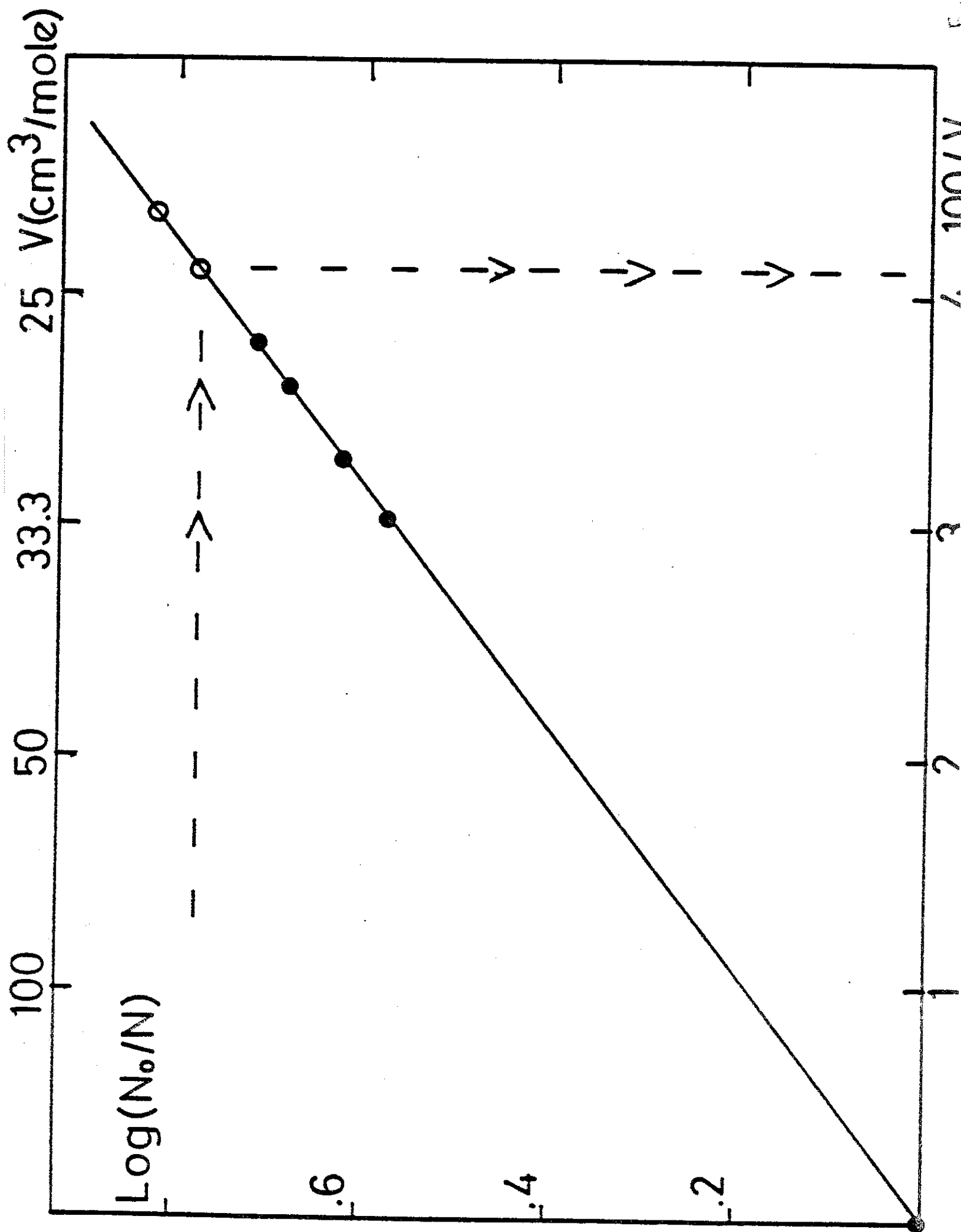


Fig.1



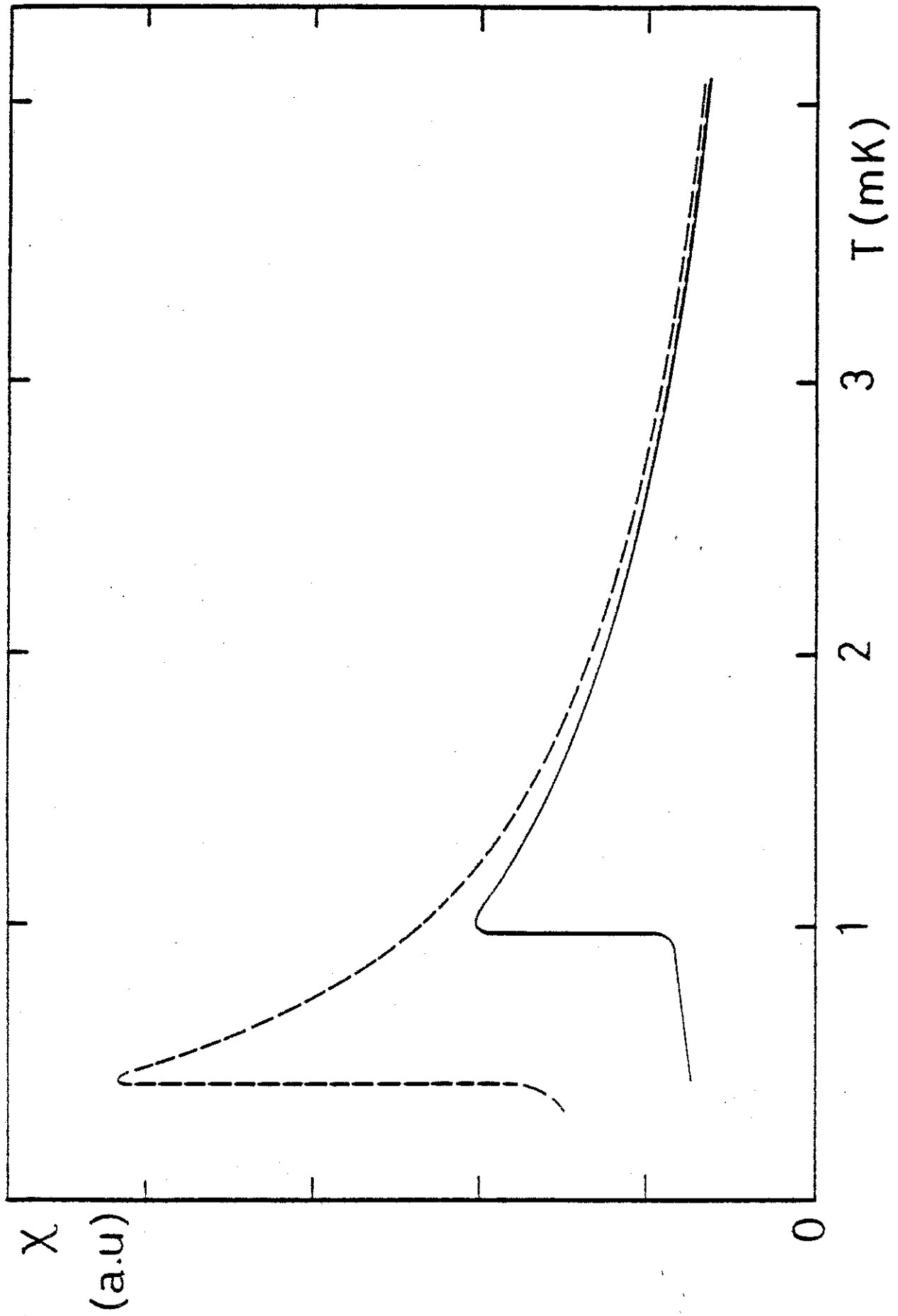
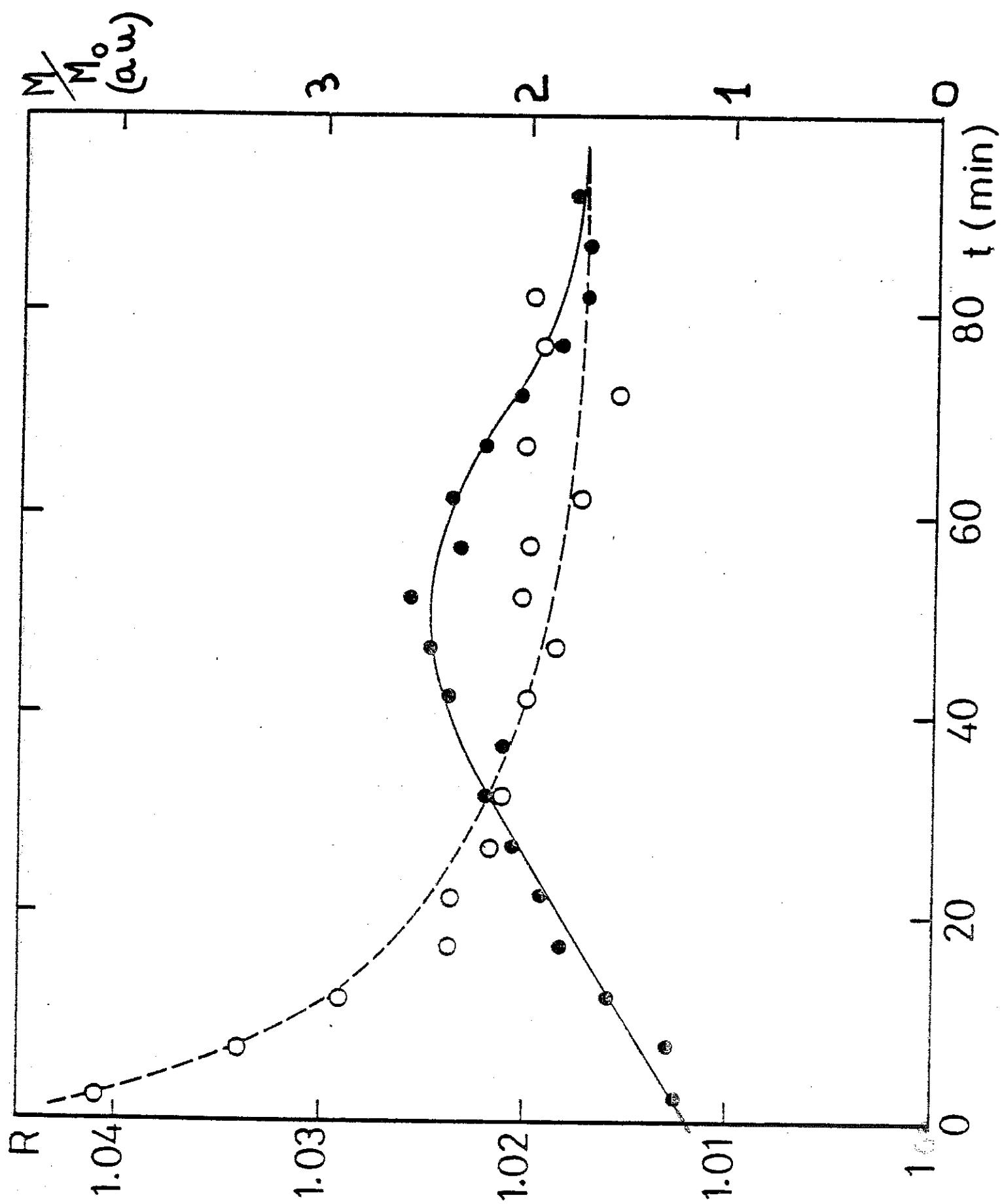


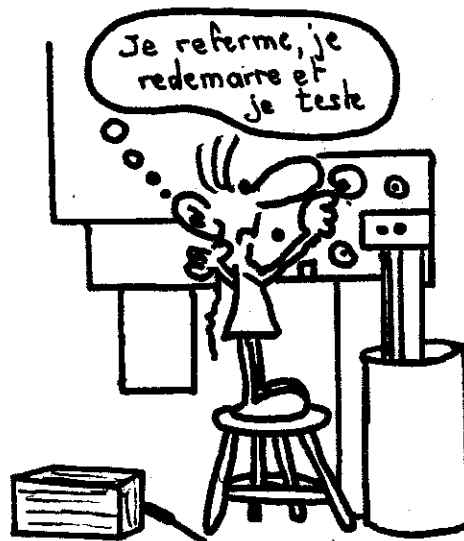
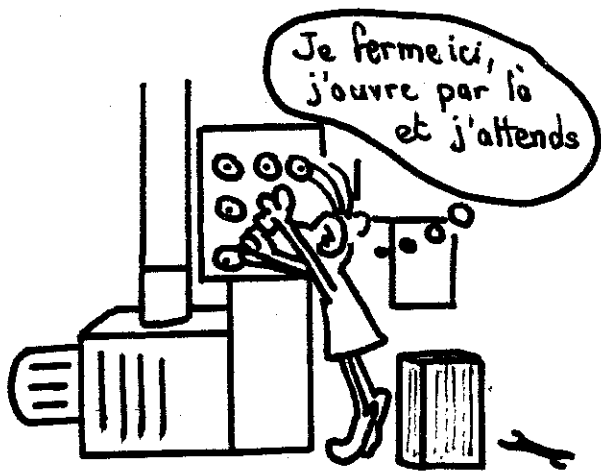
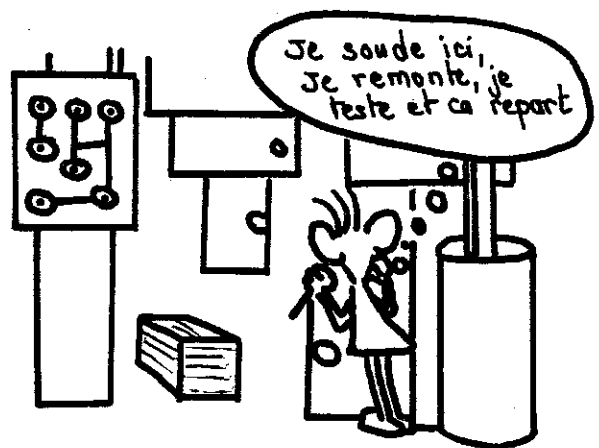
Fig 3



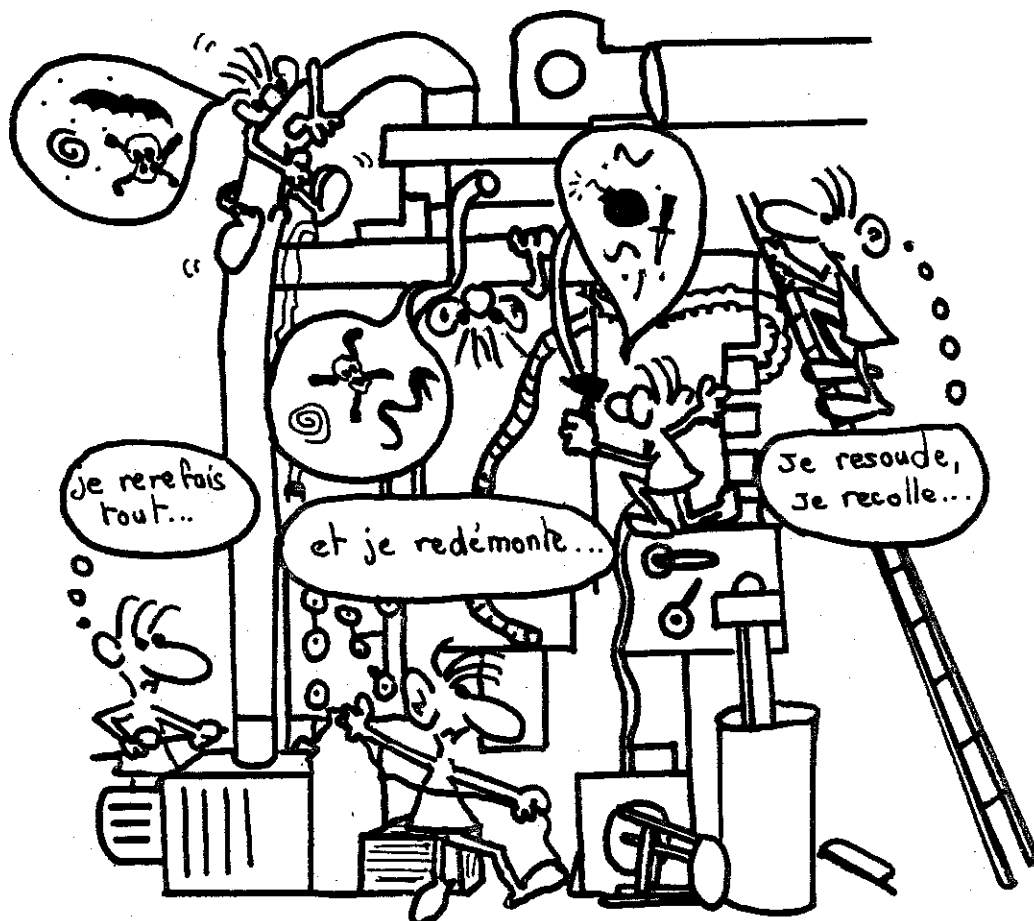
REFERENCES

- 1 - W.P. Halperin, F.B. Rasmussen, C.N. Archie et R.C. Richardson,
J. Low Temp. Phys. 31, 617 (1978).
- 2 - D.D. Osheroff, R.C. Richardson et D.M. Lee
Phys. Rev. Lett. 28, 885 (1972).
- 3 - O.V. Lounasmaa : Experimental principles and methods below 1 K
Academic Press Inc. London (1974).
- 4 - D.J. Thouless, Proc. Phys. Soc. 86, 893 (1965).
- 5 - M. Roger et J.M. Delrieu, Phys. Lett. 63A, 309 (1977).
- 6 - T.C. Prewitt, et J.M. Goodkind, Phys. Rev. Lett. 39, 1283 (1977).
- 7 - R.B. Kummer, R.M. Mueller et E.D. Adams
J. Low Temp. Phys. 27, 379 (1977).
- 8 - T.C. Prewitt et J.M. Goodkind, Phys. Rev. Lett. 44, 1699 (1980).
- 9 - H. Godfrin, G. Frossati, B. Hébral et D. Thoulouze
J. Phys. 41, C7-275 (1980).
- 10 - P. Pak et F.B. Rasmussen, Physica 108B, 849 (1981).
- 11 - D.D. Osheroff, M.G. Cross et D.S. Fisher,
Phys. Rev. Lett. 44, 792 (1980).
- 12 - J. Schweizer, D5 and the Polarisation Analysis, ILL 81 SC 325
(1981).
- 13 - J. Als. Nielsen et O. Dietrich, Phys. Rev. B133, 925 (1964).
- 14 - W. Whaling, Handbuch der Physik (Spring Verlag) ed. S. Flugge,
XXXIV, 193 (1958).
- 15 - D. Wayne Green, J.N. Cooper et J.C. Harris
Phys. Rev. 98, 466 (1955).
- 16 - W.P. Halperin, F.B. Rasmussen, C.N. Archie, et R.C. Richardson
J. Low Temp. Phys. 31, 617 (1978).
- 17 - Mesure effectuée par MM. Passier et Ginoux que je remercie au
laboratoire d'adsorption et de réaction de gaz sur solides,
ENSEE BP 44, 38401 Saint-Martin-d'Hères.

- 18 - G.E. Bacon : Neutron diffraction, Ed. Clarendon Press, Oxford (1975).
- 19 - G.C. Squires : thermal neutron scattering, Ed. Cambridge University Press, London (1978).
- 20 - Alfimenkov, Joint Institut of Nuclear Research, Dubna URSS (1980).
- 21 - A. Guinier : Théorie et technique de la radio-cristallographie, Ed. Dunod, Paris (1964).
- 22 - V.J. Minkiewicz et T.A. Kitchens, Phys. Rev. 8, 1513 (1973).
- 23 - S.C. Fain et D. Lazarus, J. Applied Physics 41, 1451 (1970).
- 24 - S.M. Heald et R.O. Simmons, Rev. Sci. Inst. 48, 316 (1977).
- 25 - B.A. Fraars, S.M. Heald et R.O. Simmons, J. Crystal Growth 42, 370 (1977).
- 26 - D.G. Henshaw, Phys. Rev. 109, 328 (1958).
- 27 - J.H. Vignos et H.A. Fairbank, Phys. Rev. Lett. 6, 265 (1961).
- 28 - L. Passel et R.I. Schermer, Phys. Rev. 150, 149 (1966).
- 29 - R.H. Sherman et F.J. Edeskuty, Annals of Physics 9, 522 (1960).
- 30 - E.R. Grilly, J. Low Temp. Phys. 4, 615 (1971).
- 31 - J.C. Wheatley : The helium liquids. Ed. Academic Press 308 (1975).
- 32 - J.P. Harrison, J. Low Temp. Phys. 37, 467 (1979).
- 33 - T. Mamiya, A. Swada, H. Fukuyama, Y. Hirao et Y. Masuda, Physica 108B, 847 (1981).
- 34 - T. Hata, S. Yamasaki, Y. Tanaka, T. Kodama et T. Shigi, Physica 107B, 201 (1981).
- 35 - W. Reese et W.A. Steyert, Rev. Sci. Inst. 33, 43 (1962).
- 36 - Réalisé sur l'appareil de magnétoformage du laboratoire Louis Néel avec la collaboration de MM. Guillot et Ferrari.
- 37 - A. Benoit, J. Flouquet, D. Rufin, J. Schweizer, soumis à J. Phys. Lett.



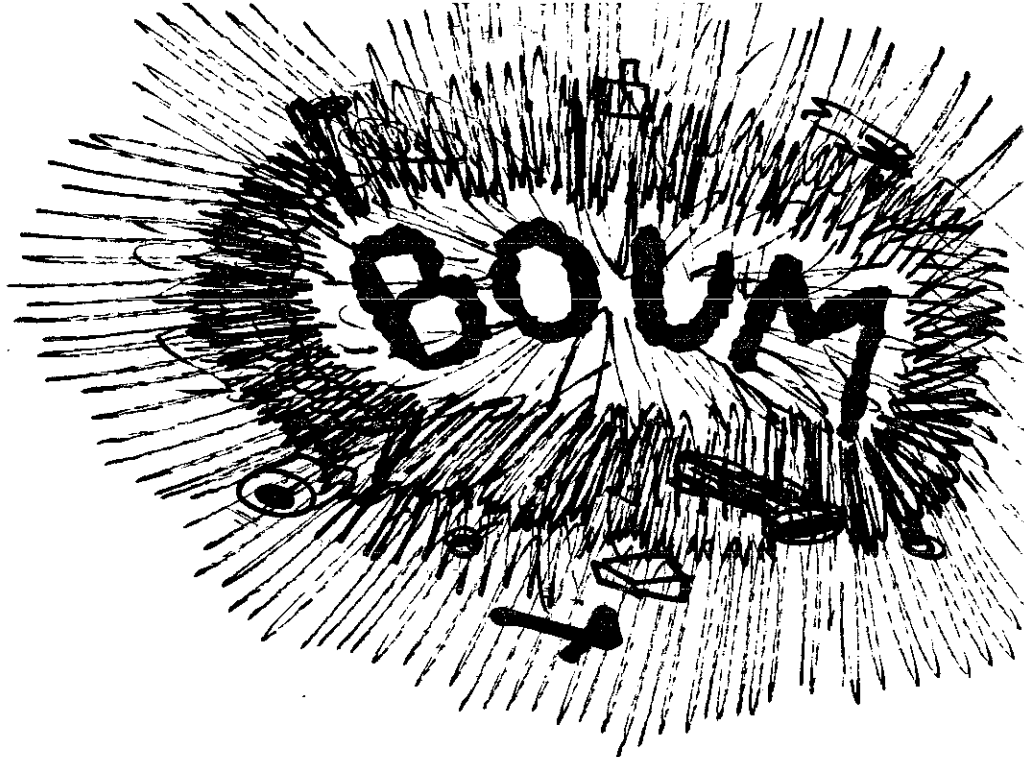
.... les
mois
passèrent..



Je resoude, Je recolle...

.... des
années plus
tard.....

C'est réparé, tout
marche.
Je vais rédiger ma
thèse et laisser
exploser mon
génie créateur



qu'est ce que
c'est, on a frappé?



On dirait que la
brume se dissipe, je
vais aller traire la vache



?

Ça me rappelle...
Ça me rappelle...
???



Ya des choses
qui nous dépassent
.....



.... des choses
qui nous échappent



A N N E X E 1

TECHNIQUES DE REFRIGERATION

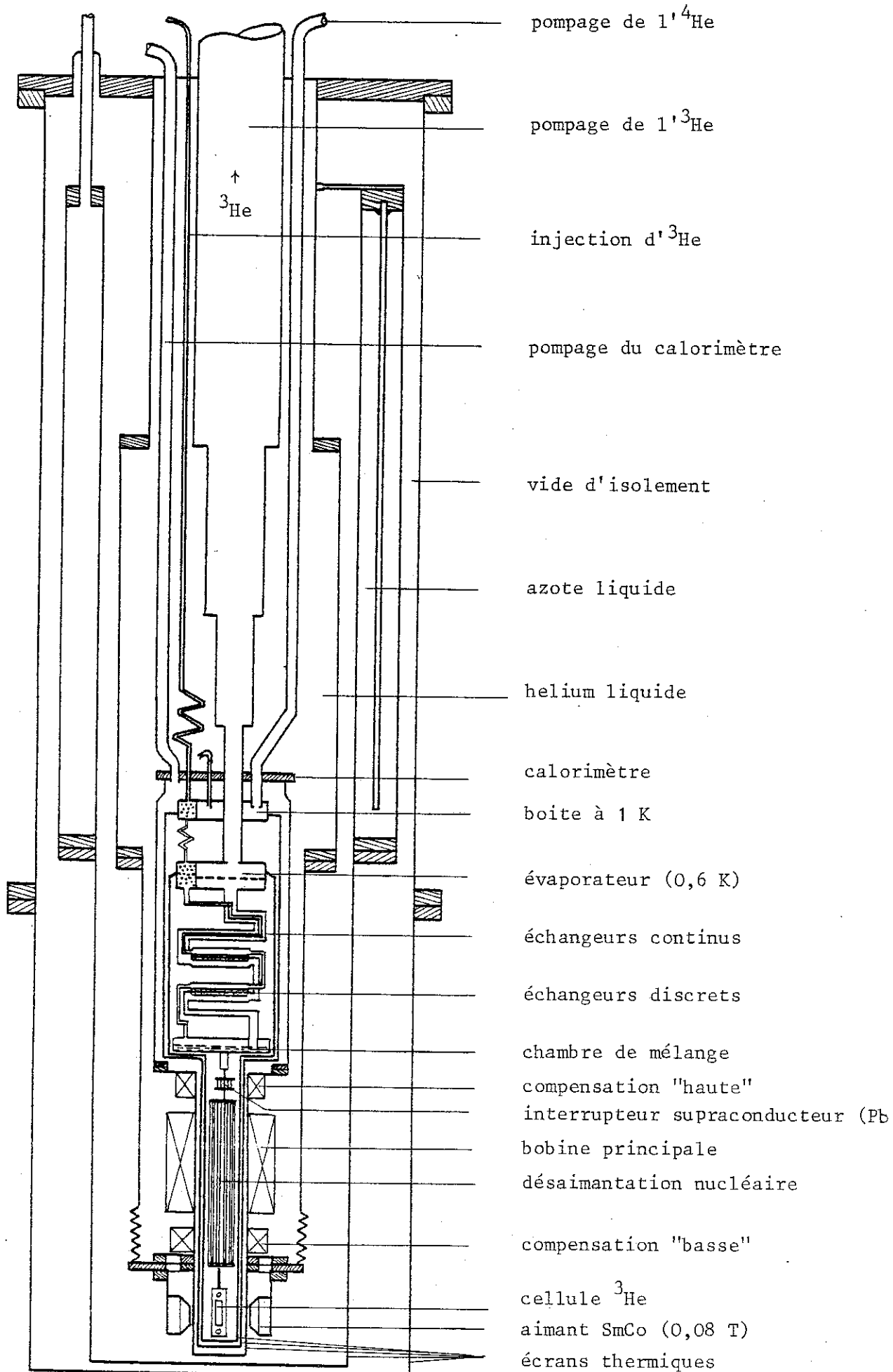
Les recherches entreprises ces dix dernières années dans les domaines d'intérêt des très basses températures qui sont 1^4He , 1^3He et leurs mélanges, ont entraîné un progrès considérable dans les techniques de réfrigération : réfrigérateur à dilution, effet Pomeranchuk, désaimantation nucléaire qui ont fait l'objet de nombreuses thèses et publications (voir O.V. Lounasmaa, ref. 13).

Notre système de refroidissement se compose d'un cryostat à dilution muni d'une désaimantation nucléaire à l'extrémité de laquelle se trouve la cellule ^3He (figure 37).

Des essais sur le spectromètre D1B à l'ILL ont été faits jusqu'à 50 mK dans un appareil à dilution mis au point par M. Caussignac qui, à partir de l'ambiante, permet d'atteindre 50 mK au bout de quatre heures.

Une grande partie de nos expériences s'est déroulée sur un réfrigérateur à dilution à échangeurs en poudre de cuivre fabriqué au laboratoire de Physique des Solides d'Orsay. Nous avons rencontré

Figure 37 : Cryostat à dilution + désaimantation nucléaire



des difficultés avec une fuite extrêmement petite sur la dilution qui se déclarait après 3 jours en moyenne de fonctionnement aux plus basses températures. Nous avons utilisé parallèlement un autre réfrigérateur fabriqué au CRTBT avec notamment des échangeurs argent. C'est avec celui-ci que l' ^3He solide a été refroidi jusqu'à 0,5 mK par désaimantation nucléaire. Nous avons également rencontré des problèmes de fuite avec cet appareil au niveau de la chambre de mélange. L'ensemble dilution + désaimantation nucléaire étant assez compact, la chambre de mélange se trouve dans une région où le champ magnétique est assez inhomogène et atteint, après compensation, 1 à 2 % du champ nominal (voir figure 38).

Nous employons des métaux peu conducteurs comme le laiton pour limiter le chauffage créé par les courants de Foucault. Mais la structure de ce métal est telle que des précautions doivent être prises au niveau de l'usinage et des traitements thermiques pour éviter des risques de porosité. La chambre de mélange contient 100 g de poudre d'argent frittée 30 mm à 300°C sous hélium sur un substrat de cuivre préalablement argenté. On peut ménager quelques entailles radiales sur le volume de cuivre et de fritté exposés aux courants de Foucault qui se développent lors de la variation du champ magnétique pendant la désaimantation. La puissance de chauffage P apportée sur un volume cylindrique de hauteur h , de rayon R et de résistivité ρ par une variation temporelle $\dot{B}$ du champ étant donnée par la formule

$$P = \frac{\pi}{8} \cdot \frac{hR^4 \dot{B}^2}{\rho}$$

Sans les entailles, cette puissance parasite peut atteindre 20 nW avec les valeurs : $h = 3$ mm, $R = 44$ mm, $\dot{B} = 0,1$ T/h et $\rho = 2 \cdot 10^{-10}$ Ω m qui sont celle de notre système.

La puissance thermique P_0 dont on dispose à la température T sur la dilution dépend essentiellement du débit de pompage n de 1^3He sur l'évaporateur : $\dot{Q} = 85 \text{ nT}^2$. La plus basse température accessible (liée à la qualité des échangeurs et aux pertes thermiques) se situe vers 5 mK.

Pour fixer les idées à $T = 10$ mK avec notre montage où $\dot{n} = 3 \cdot 10^{-4}$ mole/s la puissance théoriquement disponible serait de 2,5 μ W. Les performances de refroidissement sont en fait limitées par la résistance de Kapitza R_K donc par la surface d'échange A offerte dans le fritté et que nous estimons à plus de 50 m^2 (la surface spécifique de la poudre utilisée étant meilleure que 0,5 m^2/g).

La capacité de refroidissement réelle à $T = 10$ mK est donc deux fois moins grande si on tolère un écart de température $\Delta T = 1$ mK à l'interface fritté mélange et si l'on prend une valeur pessimiste de $\Delta T^3 R_K = 4 \cdot 10^{-2} \text{ K}^4 \text{m}^2/\text{W}$ puisqu'alors

$$\dot{Q} = \frac{\Delta T}{R_K} = 1,25 \text{ } \mu\text{W}$$

Le refroidissement de la désaimantation nucléaire en champ qui constitue notre domaine d'intérêt est d'autant plus difficile que la chaleur spécifique des n moles de cuivre $C = \frac{\lambda}{\mu} \frac{H^2}{T^2}$ aimantée augmente comme T^{-2} . La résistance de Kapitza variant comme T^{-3} ajoute encore un obstacle au refroidissement du cuivre. Même en supposant une conduction thermique idéale dans l'interrupteur supra on arrive à des délais de refroidissement qui varient comme T^{-5} .

Le prérefroidissement de $1'^3\text{He}$ est mesuré grâce aux neutrons en tenant compte du champ permanent appliqué de 0,08 T et du champ de fuite de la bobine qui est pratiquement perpendiculaire et de même module sur champ maximum. Après 48 h de prérefroidissement la température de $1'^3\text{He}$ est d'environ 10 mK.

b) L'interrupteur supraconducteur est formé d'un ensemble de 50 fils de plomb (99,999 %) de diamètre 0,5 mm et de longueur 7 mm soudés étain sur deux couronnes de cuivre (voir figure 37). La tenue mécanique est réalisée par une vis intérieure en carbone graphité $\phi = 4$ mm et par un ruban de fibre de verre de 15 mm de largeur, collé sur la périphérie des deux rondelles.

Le rapport $\frac{S}{L} = \frac{1}{700}$ m est élevé avec néanmoins une section des fils petite pour éviter les risques de flux piégé ou de chauffage par courant de Foucault. Le courant dans la compensation haute est ajusté pour permettre le décrochement du shunt peu après le début de la désaimantation.

* Etat normal ($H \gtrsim 0,1$ T) : la puissance transmise $\dot{Q}_n$ s'accompagne d'un écart de température T tel que

$$\dot{Q}_n = K_n \frac{S}{L} \cdot \Delta T \quad \text{où } K_n \text{ est la conductivité thermique dans l'état normal}$$

D'après Lounasmaa p. 246 (3) à $T = 15$ mK : $K_n = 5$ W/Km

$$\dot{Q}_n / \Delta T = 7 \text{ } \mu\text{W/mK}$$

* Etat supraconducteur : La conductivité thermique à l'état supraconducteur est donnée à la température T(K) en fonction du rapport $K_n/K_s = 50/T^2$ (35). Les pertes thermiques $\dot{Q}_s$ apportées par le plomb seulement sont très faibles lorsque l'écart de température entre la

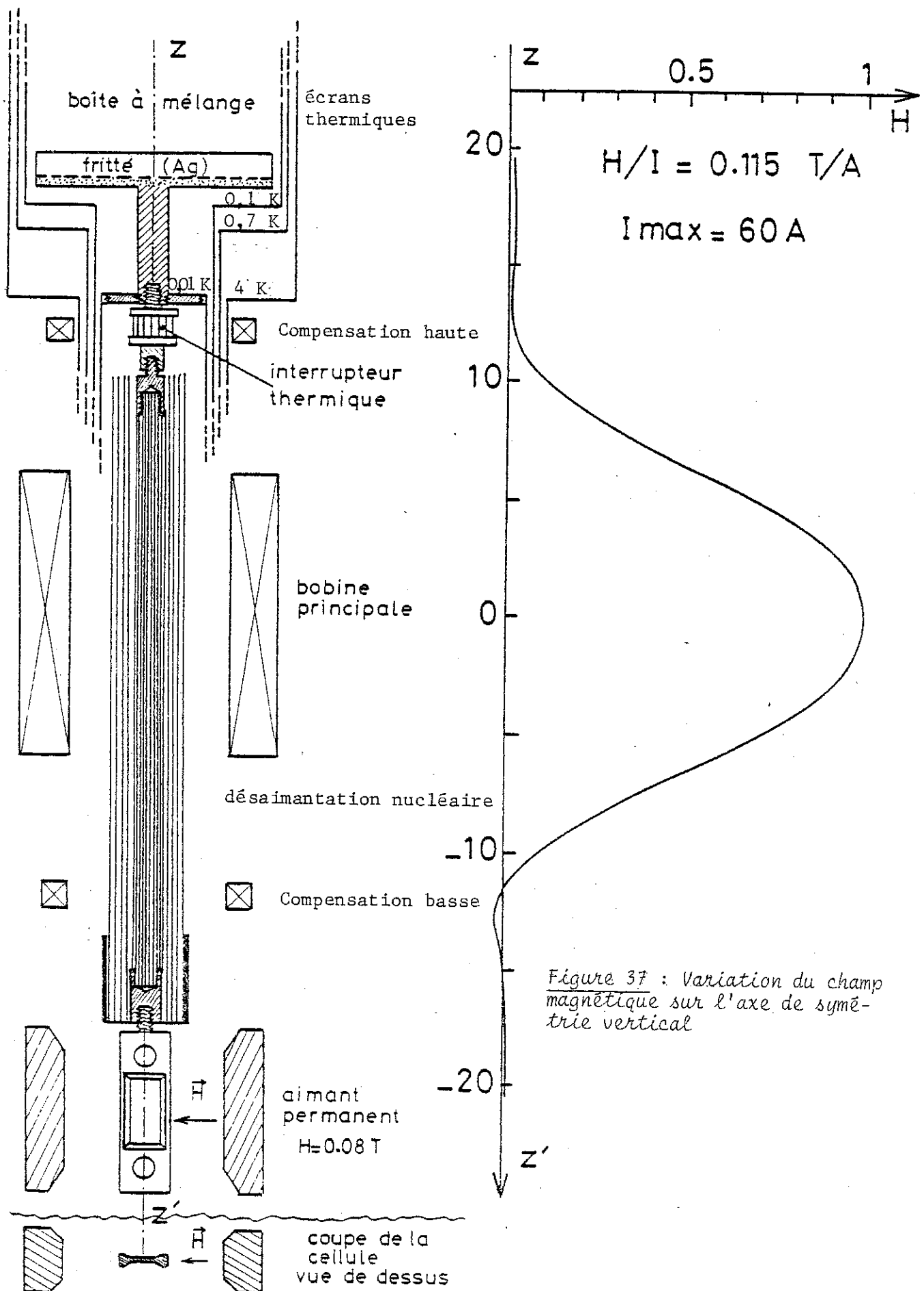


Figure 37 : Variation du champ magnétique sur l'axe de symétrie vertical

désaimantation nucléaire froide ($T = 0 \text{ K}$) et la chambre de mélange est $T = 10 \text{ mK}$:

$$\dot{Q}_s = \frac{7 \cdot 10^{-6}}{5 \cdot 10^5} \times 10 = \underline{1,4 \cdot 10^{-10} \text{ W}}$$

c) Désaimantation nucléaire

Nous avons réalisé deux types de désaimantation nucléaire comprenant 5 et 10 moles de cuivre effectives. Nous avons essayé des techniques originales de fabrication pour le second dispositif que nous décrivons ici.

La désaimantation nucléaire est constituée d'une partie centrale vissée à l'interrupteur supra et qui est réunie à une seconde partie extérieur plus importante jouant le rôle de "réserve d'entropie".

* La partie centrale assurant en quelque sorte le transfert thermique avec la chambre de mélange est formée de fils de cuivre ordinaire de 0,1 mm initialement non isolés. Les extrémités de la tresse centrale de 10 mm de diamètre ont été serties dans des pièces de cuivre par magnétoformage, nous permettant ainsi d'obtenir un bon contact thermique.

Cette technique consiste à décharger un banc capacitif de quelques Farad chargé sous haute tension (10 kV) dans une bobine de fils de cuivre enroulée sur la bague entourant la partie à sertir. En plus de l'effet de serrage provoqué par la pression magnétique lors de la décharge s'ajoute un phénomène de recuit dû au chauffage par courants de Foucault (36).

L'ensemble a été ensuite recuit pendant 5 heures à 600°C sous un vide primaire avec une fuite calibrée en oxygène. Le rapport

de résistivité à cette partie a été mesuré et vaut 270. L'isolation électrique de l'ensemble a ensuite été réalisée par imprégnation de Stycast 1260.

* La partie externe est formée de fils de cuivre émaillés de 0,35 mm de diamètre dénudés sur 30 mm et sertis dans la partie basse par magnétoformage sur la partie intérieure. L'ensemble de la désaimantation ($h = 253$ mm $\phi = 29$ mm) comporte 20 moles de cuivre environ dont 10 participent effectivement à la désaimantation. Les fils (~ 4000) extérieurs ont une résistivité chacun de 0,4 m Ω sur leur longueur à 4 K et un rapport de résistivité de 140 sans toutefois avoir été recuits. Le contact thermique avec le point bas de la tresse a encore été amélioré par soudure au faisceau d'électrons (CENG).

Des mesures de résistivité électrique à 4 K permettent de calculer la conductivité thermique des différentes parties en utilisant la loi de Wiedemann-Franz

$$K = \sigma \mathcal{L} T \text{ où } \mathcal{L} = 25 \cdot 10^{-9} \text{ W}\Omega/\text{K}^2$$

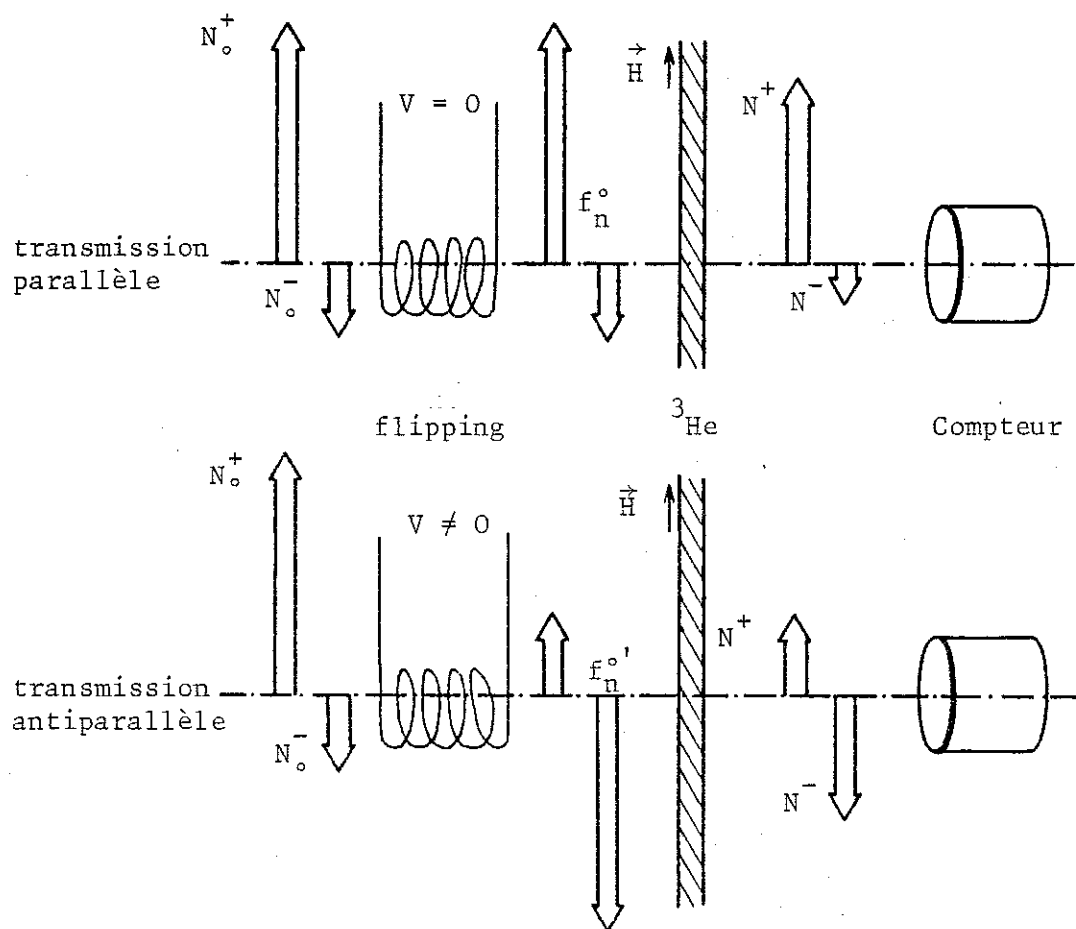
qui relie la conductivité thermique K (en W/m.K) à la conductivité électrique σ (en $\Omega^{-1} \text{m}^{-1}$) expérimentalement facile à mesurer (et qui ne varie dans le cuivre qu'au-dessous de 4 K)

	$\frac{L}{S} (\text{m}^{-1})$	$R (4,2 \text{ K}) (\Omega)$	$\sigma (\text{m}^{-1} \Omega^{-1})$	$K (\text{W/m.K}^2)$
Tresse centrale (avec pièce en cuivre)	3200	$0,34 \cdot 10^{-6}$	10^{10}	250 T
Tresse extérieure 4000 fils 35/100	465	$0,11 \cdot 10^{-6}$	$4,5 \cdot 10^9$	45 T

Conclusion : Les techniques assez rudimentaires mises en oeuvre pour réaliser deux ensembles cryostat à dilution + désaimantation nucléaire nous ont permis de refroidir 1' ^3He solide dans une géométrie restreinte jusqu'à 0,5 mK. Les difficultés rencontrées ont été au niveau des fuites sur la dilution et sont peut-être une conséquence du nombre important de cycles thermiques que nous avons infligés à notre appareillage au cours des deux années d'expériences (à raison d'un cycle par semaine au moins).

A N N E X E 2

Transmission de neutrons polarisés au travers d'une cible de noyaux polarisés.



DEFINITION

N_o^+ est le nombre de neutrons incidents dont le spin est parallèle à $\vec{H}$.

N_o^- est le nombre de neutrons incidents dont le spin est antiparallèle à $\vec{H}$.

A la traversée de la cible d' ^3He , les quantités N_o^+ et N_o^- deviennent respectivement N^+ et N^- :

$$\begin{aligned} N^+ &= N_o^+ e^{-\alpha(1-f_N)} \\ N^- &= N_o^- e^{-\alpha(1+f_N)} \end{aligned}$$

TRANSMISSION PARALLELE

La polarisation du faisceau incident sur la cible étant

$$f_n^o = \frac{N_o^+ - N_o^-}{N_o^+ + N_o^-} ,$$

les neutrons transmis N^+ et N^- sont détectés par le compteur. Le taux de comptage en transmission parallèle et par définition

$$\tau_p = \frac{N^+ + N^-}{N_o^+ + N_o^-}$$

$$\tau_p = e^{-\alpha} [\text{ch} \alpha f_N + f_n^o \text{sh} \alpha f_N]$$

TRANSMISSION ANTIPARALLELE

La polarisation du faisceau étant renversée, la nouvelle polarisation est

$$f_n^{o'} = -\phi f_n^o$$

Le taux de comptage correspondant à cette nouvelle configuration est

$$\tau_a = e^{-\alpha} [\cosh \alpha f_N - \phi f_n^{\circ} \sinh \alpha f_N]$$

EFFICACITE DE TRANSMISSION

La différence relative des deux comptages précédents est équivalente à la quantité :

$$\epsilon = \frac{\tau_p - \tau_a}{\tau_p + \tau_a} \quad : \text{efficacité de transmission}$$

$$\epsilon = \frac{(1+\phi) f_n^{\circ} \tanh \alpha f_N}{2 + (1-\phi) f_n^{\circ} \tanh \alpha f_N}$$

APPROXIMATION

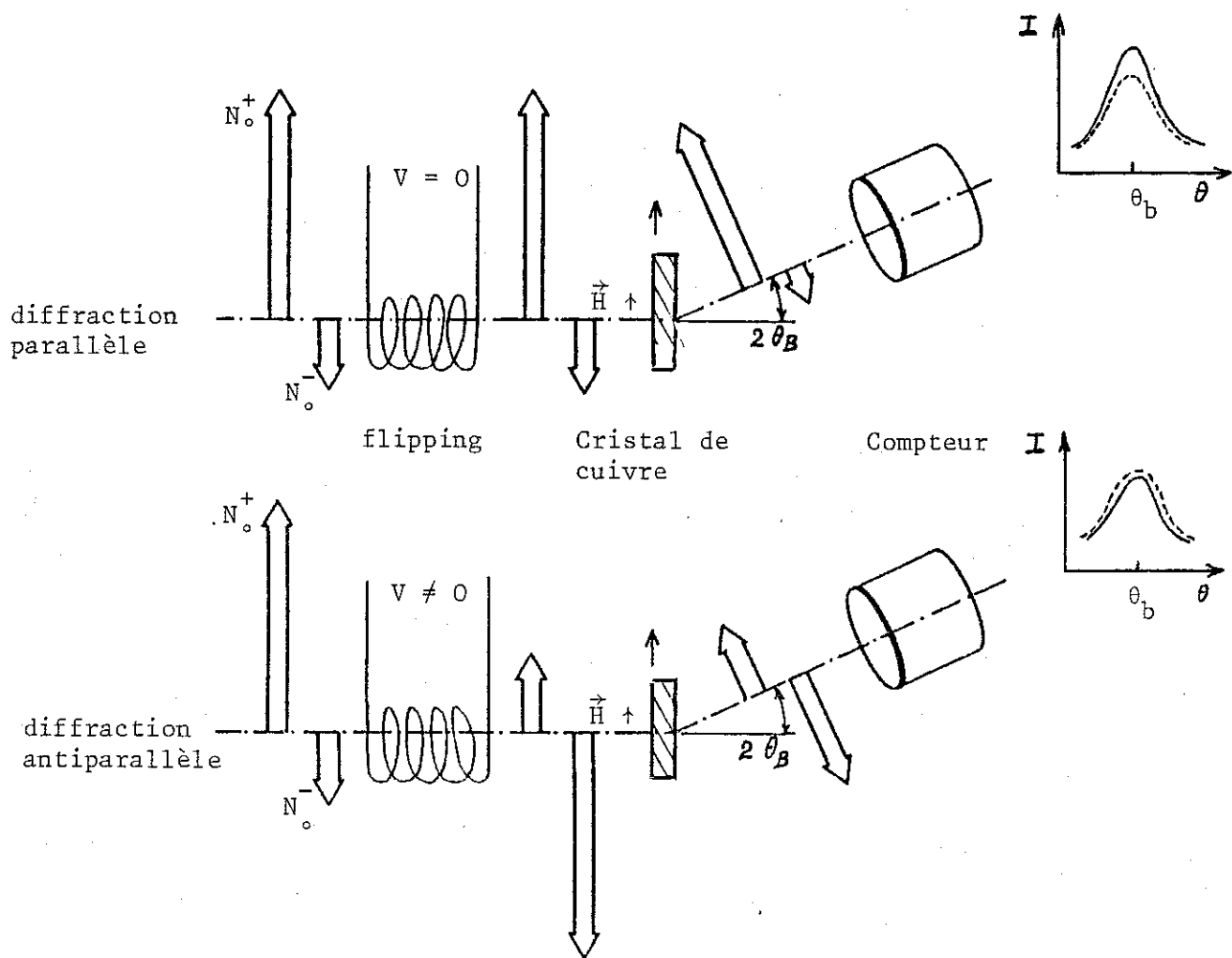
Expérimentalement $f_n^{\circ} = 1$; $\phi \approx 1$.

Pour une cible faiblement polarisée

$$\epsilon \approx \alpha f_N$$

ANNEXE 3

Diffraction de neutrons polarisés par un cristal polarisé



Soit N_o^+ le nombre de neutrons incidents sur le monocristal dont le spin est parallèle à $\vec{H}$.

Soit N_o^- le nombre de neutrons incidents sur le monocristal dont le spin est antiparallèle à $\vec{H}$.

Soit I^+ l'intensité de diffraction dans la raie de Bragg associée aux neutrons N_o^+ on a :

$$I^+ = CN_o^+(b+\delta b)^2$$

où

C est une constante

b = amplitude de diffusion

δb = effet de la polarisation

Soit I^- l'intensité de diffraction dans la raie de Bragg associée aux neutrons N_o^- on a :

$$I^- = CN_o^-(b-\delta b)^2$$

DIFFRACTION PARALLELE

La polarisation initiale du faisceau incident sur le monocristal est :

$$f_n^o = \frac{N_o^+ - N_o^-}{N_o^+ + N_o^-}$$

La contribution des neutrons N_o^+ et N_o^- donne une intensité de diffraction $I^+ + I^-$ mesurée au compteur.

Soit $I_p = \frac{I^+ + I^-}{N_o^+ + N_o^-}$, le taux de comptage en diffraction parallèle.

On a :

$$I_p = C(b^2 + (\delta b)^2 + 2b\delta b f_n^o)$$

DIFFRACTION ANTIPARALLELE

La nouvelle polarisation du faisceau incident sur le monocristal est

$$f_n^{\circ'} = -\phi f_n^{\circ}$$

Le taux de comptage en diffraction antiparallèle est :

$$I_a = C [b^2 + (\delta b)^2 - 2b\delta b\phi f_n^{\circ}]$$

POLARISATION DE LA RAIE DE BRAGG

$$\text{Soit } \epsilon_o = \frac{I_p - I_a}{I_p + I_a} : \text{polarisation de la raie de Bragg}$$

La définition de ϵ_o est équivalente à la différence relative des deux comptages mesurés par le compteur dans les configurations $\uparrow\uparrow$ et $\uparrow\downarrow$.

$$\epsilon_o = 2 \frac{\delta b}{b} \times \left[\frac{\frac{1}{2}(1+\phi f_n^{\circ})}{1 + \left(\frac{\delta b}{b}\right)^2 + \frac{\delta b}{b} f_n^{\circ}(1-\phi)} \right]$$

Expérimentalement $f_n^{\circ} \cong 1, \phi \cong 1$

Pour un cristal faiblement polarisé $\frac{\delta b}{b} \ll 1$

et

$$\epsilon_o \cong \frac{2\delta b}{b}$$

MESURE SIMULTANEE DES POLARISATIONS DU CUIVRE ET DE L' ^3He

L'étude du refroidissement de ^3He dans la cellule et l'évolution des pertes thermiques nous a amené à installer un deuxième compteur pour déterminer simultanément les polarisations de ^3He et

du cuivre. La nouvelle géométrie du dispositif de polarisation représenté à la figure 31 sera celle utilisée pour la recherche des raies magnétiques de 1^3He solide (en neutrons polarisés).

- le compteur en transmission indiquant la température de 1^3He par mesure de susceptibilité magnétique dans le champ de 0,08 T
- l'autre compteur étant utilisé en position de diffraction sur les réflexions recherchées.

1^3He solide agissant comme un filtre à neutrons modifie très légèrement les polarisations des raies de Bragg du cuivre, indépendamment de la position du cristal (en avant ou en arrière de 1^3He).

DIFFRACTION PARALLELE

A l'issue de la transmission par 1^3He des neutrons de polarisation initiale

$$f_n^{\circ} = \frac{N_o^{+} - N_o^{-}}{N_o^{+} + N_o^{-}}$$

il y a $N^{+} = N_o^{+} e^{-\alpha(1-f_N)}$ neutrons de spin parallèle à $\vec{H}$
 $N^{-} = N_o^{-} e^{-\alpha(1+f_N)}$ neutrons de spin antiparallèle à $\vec{H}$.

La contribution des neutrons N^{+} et N^{-} diffractés par le monocristal donne une nouvelle intensité de diffraction $I^{+} + I^{-}$ mesurée par le compteur. Le taux de comptage en diffraction parallèle est

$$\tau_p = \frac{I^{+} + I^{-}}{N_o^{+} + N_o^{-}}$$

$$\tau_p = C e^{-\alpha} \left[(b^2 + (\delta b)^2) (c h \alpha f_N + f_n^{\circ} s h \alpha f_N) + 2 b \delta b (s h \alpha f_N + f_n^{\circ} c h \alpha f_N) \right]$$

DIFFRACTION ANTIPARALLELE

La nouvelle polarisation du faisceau incident sur 1^3He étant $f_n^{\circ'} = -\phi f_n^{\circ}$, le taux de comptage en diffraction antiparallèle est

$$\tau_a = Ce^{-\alpha} | (b^2 + (\delta b)^2) (\text{ch}\alpha f_N - \phi f_n^{\circ} \text{sh}\alpha f_N) + 2b\delta b (\text{sh}\alpha f_N - \phi f_n^{\circ} \text{ch}\alpha f_N) |$$

POLARISATION DE LA RAIE DE BRAGG

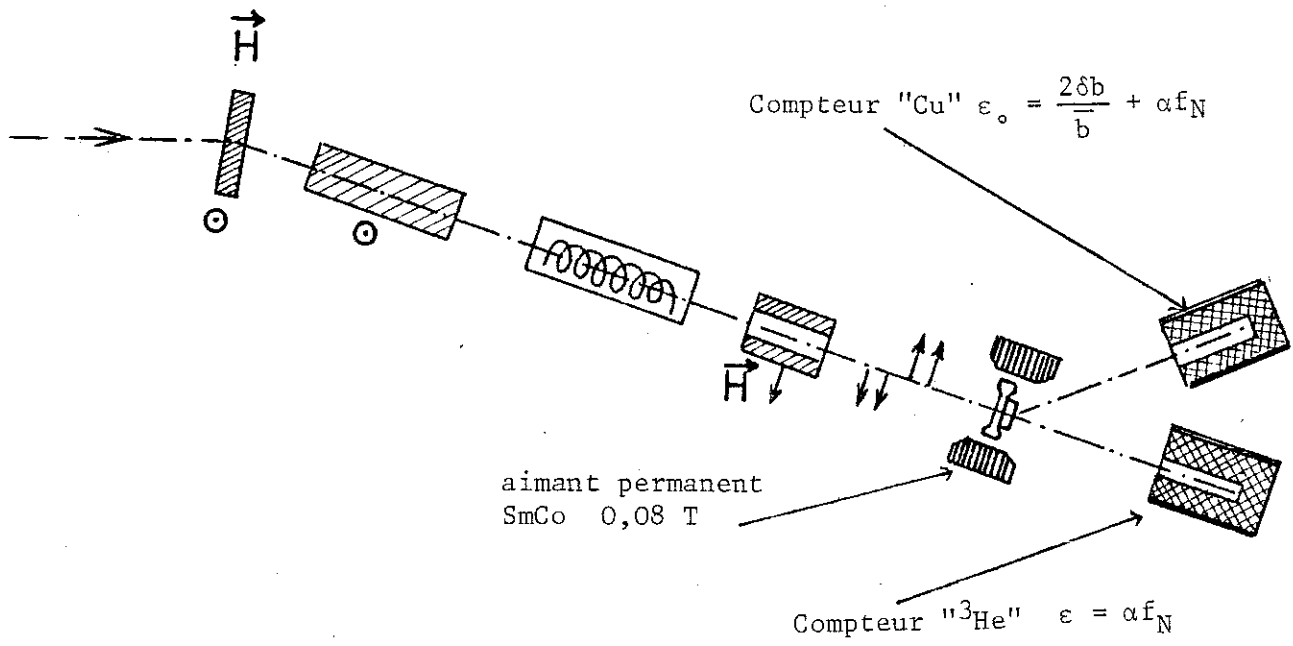
La nouvelle polarisation $\epsilon'_0 = \frac{I_p - I_a}{I_p + I_a}$ s'écrit exactement

$$\epsilon'_0 = \frac{\frac{f_n^{\circ}(1+\phi)}{2} \left[2 \frac{\delta b}{b(1+(\frac{\delta b}{b})^2)} + \text{th}\alpha f_N \right]}{1 + (\frac{1-\phi}{2}) f_n^{\circ} \text{th}\alpha f_N + \frac{2\delta b}{b(1+(\frac{\delta b}{b})^2)} \left[\text{th}\alpha f_N + (\frac{1-\phi}{2}) f_n^{\circ} \right]}$$

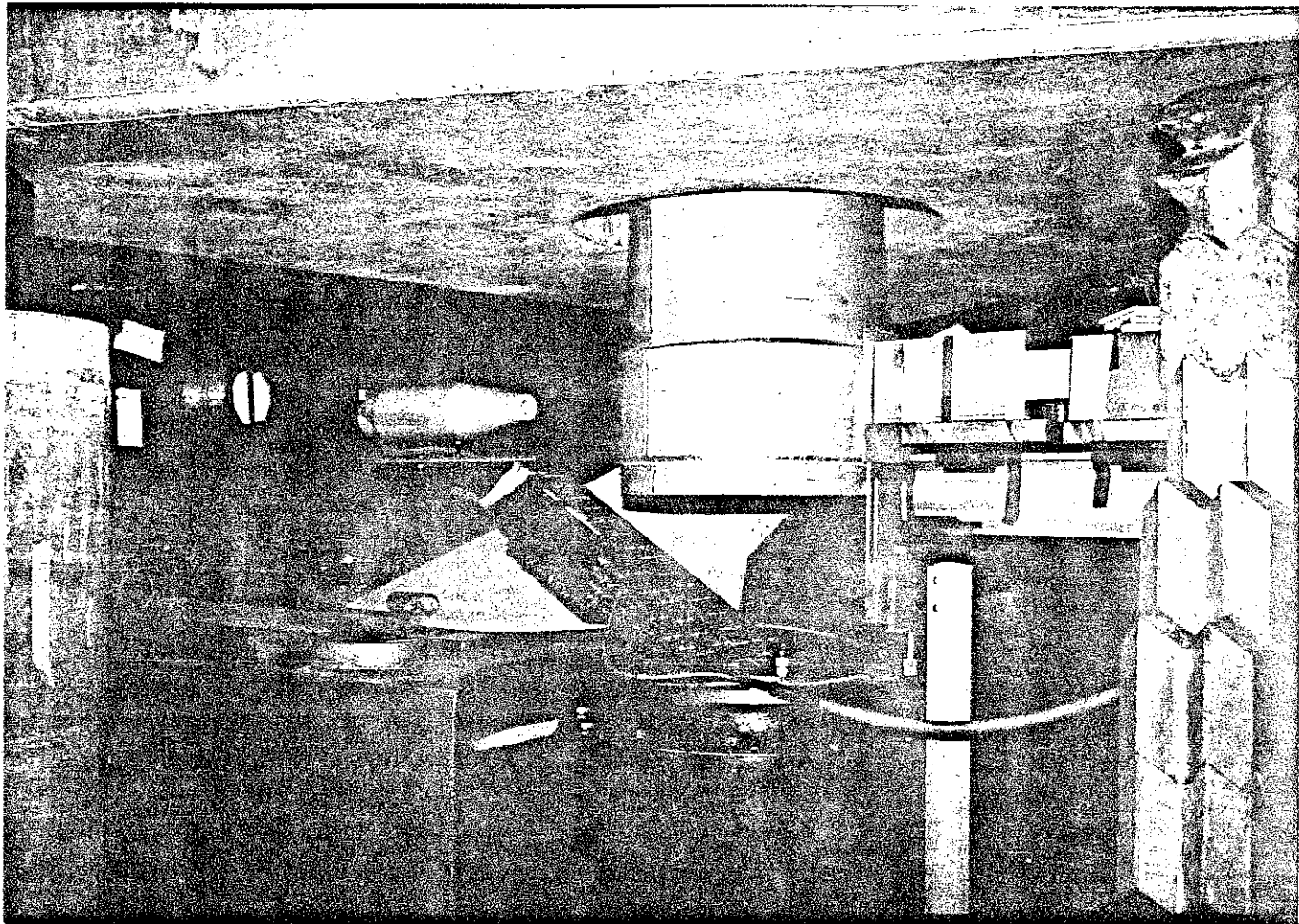
Dans le cadre de nos expériences où les polarisations du cuivre et de 1^3He sont faibles, où ϕ et f_n° sont très voisins de l'unité l'expression se simplifie heureusement.

$$\epsilon'_0 = 2 \frac{\delta b}{b} + \alpha f_N$$

Les efficacités s'ajoutent comme on pouvait le penser, la mesure de l'efficacité $\epsilon = \alpha f_N$ de 1^3He n'étant pratiquement pas affectée par la présence du monocristal sur le faisceau.



Mesure simultanée des polarisations
du cuivre et de l' ^3He



A N N E X E 4

Possibilité d'un spectre de poudre d' ^3He à D1B

L'intensité diffractée par une poudre cristalline sur une réflexion hkl est donnée par la formule suivante (Bacon p. 112 (18)) :

$$\frac{N}{N_0} = \frac{CSx\rho' j N_c^2 F_{hkl}^2 e^{-2W} A_{hkl}}{\rho \sin\theta_b \sin 2\theta_b}$$

où N est le nombre de neutrons reçus par le compteur, N_0 le flux de neutrons incidents irradiant le volume $S.x$ de l'échantillon, C une constante d'appareil, $\frac{\rho'}{\rho}$ le compactage de la poudre (rapport de la densité de l'échantillon ρ' à la densité théorique ρ), j la multiplicité des raies, N_c le nombre de mailles élémentaires par unité de volume, F_{hkl}^2 le facteur de structure par maille élémentaire, e^{-2W} le facteur de Debye-Waller, A_{hkl} la correction d'absorption et θ_b l'angle de la réflexion hkl à la longueur d'onde utilisée.

L'échantillon est constitué par l'hélium solide et le cuivre polycristallin de la cellule dont la raie $|||$ va nous servir de référence pour le calcul de l'intensité d'autres raies. Les valeurs numériques utilisées correspondent aux conditions expérimentales réalisées à D1B :

$$\lambda = 2,52 \text{ \AA} \quad N_0 = 10^6 \text{ n/s.cm}^2 \quad S = 3 \text{ cm}^2$$

	Cuivre (111)	³ He (110)	⁴ He (100)	⁴ He (101)
Réseau	cfc	bcc	hc	hc
nombre d'atomes par maille	4	2	2	2
V _M cm ³ /mole	7,11	24,2	19,5	19,5
θ _b degré (λ = 2,52 Å)	37,1	24,4	26,0	29,6
b ² barn	0,608	0,336	0,09	0,09
$\left \sum_{\text{maille}} \exp 2i (hx+ky+lz) \right ^2$	16	4	1	1
j	8	12	6	12
$\frac{Ahkl}{\sin \theta_b \sin 2\theta_b}$	1,66	2,42	2,28	2,02
e ^{-2W}	1	0,15	0,12	0,07
<u>Prévisions pour un spectre d'³He solide</u>				
x _{mm}	1,8	0,05		
$\frac{N}{N_{\text{Cu}}}$	1	1,38.10 ⁻³		
N (n/s) pic Bragg	2,7 (mesuré)	3,7.10 ⁻³ (calc.)		
temps d'apparition (F.C = 0,12 n/s)	0,3 s	10h		
<u>Prévisions pour un spectre d'⁴He solide</u>				
x _{mm}	1,8		10	10
$\frac{N}{N_{\text{Cu}}}$	1		0,11	0,11
N (n/s) pic Bragg	7,3 (mesuré)		0,8 (calculé)	0,8 (calculé)
temps d'apparition (F.C = 0,3 n/s)	0,02 s		2 s	2 s

L'expression du facteur de Debye-Waller est donnée au I.3.2c

$$e^{-2W} = \exp\left[70,6 \frac{\sin^2 \theta}{\lambda^2} (\text{\AA}^2)\right]$$

On estime qu'une raie émerge du fond continu F.C. lorsque le signal S correspondant au maximum d'intensité au milieu de la raie est tel que :

$$S > 2\sqrt{F.C.}$$

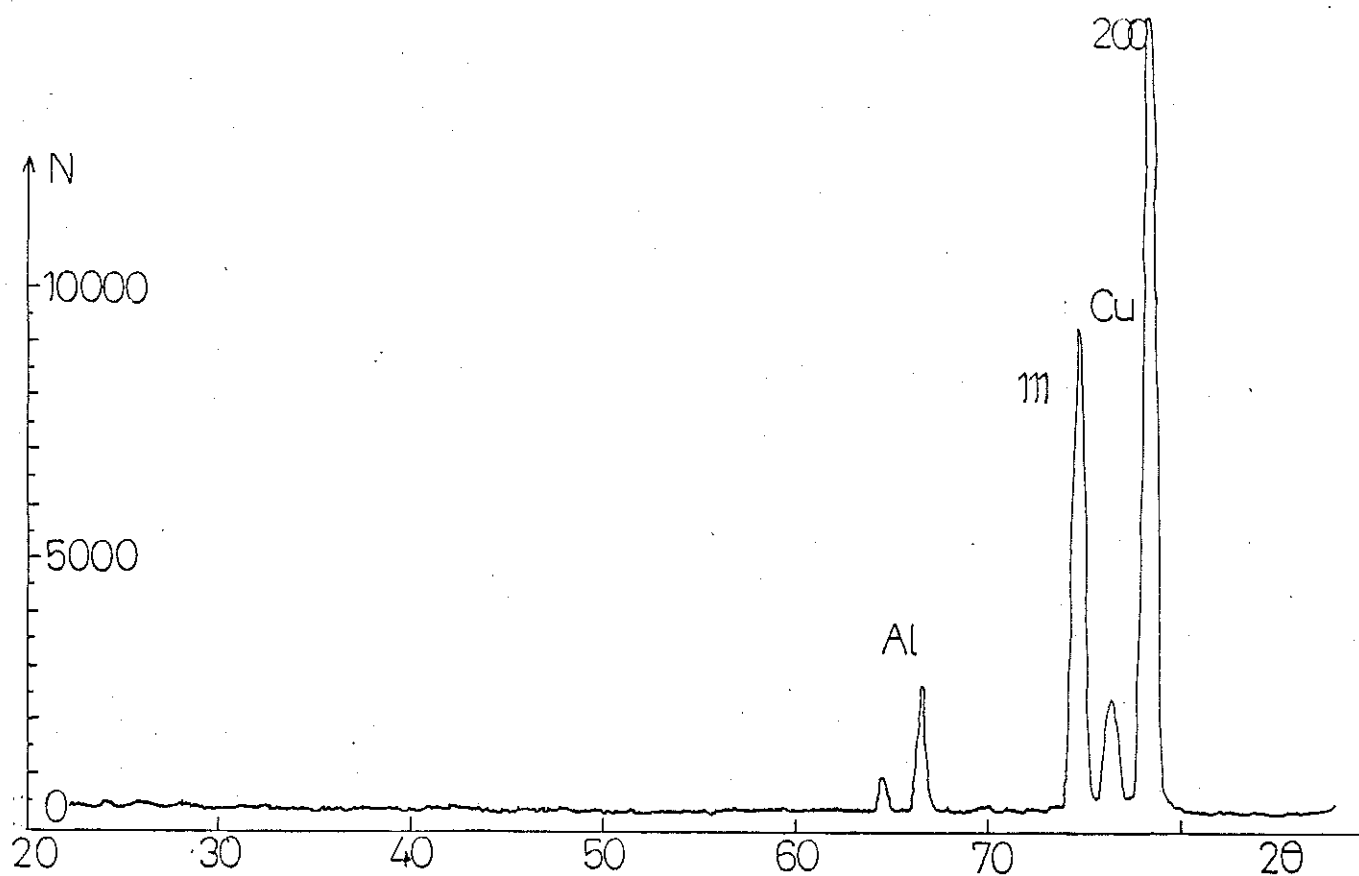


Figure 38 : Spectre de diffraction réalisé à D1B (durée 60 mn)

A N N E X E 5

Tableau de valeurs numériques

Calculated Properties of Melting ^3He , 0.02–0.32 K

T , K	P_m , atm	$-dP_m/dT$, atm/K	ΔV_m , cm ³ /mole	V_l , cm ³ /mole	V_s , cm ³ /mole	β_l , 10 ⁻³ atm ⁻¹	β_s , 10 ⁻³ atm ⁻¹
0.32	28.931	0.00	1.242	26.181	24.939	5.69	6.38
0.30	28.945	1.35	1.246	26.183	24.937	5.69	6.37
0.28	28.987	2.75	1.250	26.181	24.930	5.69	6.34
0.26	29.058	4.24	1.255	26.175	24.920	5.67	6.31
0.24	29.158	5.85	1.260	26.164	24.904	5.66	6.27
0.22	29.290	7.58	1.265	26.148	24.883	5.64	6.19
0.20	29.460	9.47	1.271	26.128	24.857	5.61	6.11
0.18	29.672	11.53	1.276	26.101	24.825	5.58	6.03
0.16	29.924	13.84	1.281	26.068	24.787	5.55	5.95
0.14	30.222	16.25	1.287	26.029	24.742	5.51	5.87
0.12	30.575	18.98	1.291	25.983	24.692	5.46	5.79
0.10	30.984	21.96	1.296	25.930	24.634	5.41	5.73
0.08	31.450	25.27	1.300	25.867	24.567	5.36	5.65
0.06	31.998	29.00	1.304	25.796	24.492	5.30	5.57
0.04	32.615	33.15	1.307	25.714	24.407	5.22	5.48
0.02	33.327	37.85	1.309	25.621	24.312	5.14	5.38

d'après E.R. Grilly (30)

Measured Properties of Melting ^3He , 0.3–1.8 K

T , K	P_m , atm	dP_m/dT , atm/K	ΔV_m , cm ³ /mole	V_l , cm ³ /mole	V_s , cm ³ /mole	α_l , 10 ⁻³ K ⁻¹	α_s , 10 ⁻³ K ⁻¹	β_l , 10 ⁻³ atm ⁻¹	β_s , 10 ⁻³ atm ⁻¹
1.80	67.68	42.1	0.940	22.425	21.486	5.15	6.12	2.76	2.68
1.70	63.54	40.7	0.961	22.681	21.721	4.58	5.80	2.94	2.86
1.60	59.54	39.1	0.982	22.949	21.967	3.95	5.48	3.13	3.06
1.50	55.72	37.4	1.004	23.225	22.222	3.27	5.16	3.33	3.27
1.40	52.06	35.6	1.026	23.513	22.487	2.50	4.83	3.55	3.50
1.30	48.64	33.6	1.048	23.804	22.756	1.54	4.48	3.77	3.74
1.20	45.44	31.5	1.070	24.100	23.030	0.25	4.10	4.00	4.00
1.10	42.38	29.3	1.092	24.408	23.316	-1.05	3.69	4.25	4.28
1.00	39.58	26.9	1.114	24.712	23.599	-2.32	3.24	4.50	4.57
0.90	36.95	24.1	1.136	25.022	23.886	-3.60	2.76	4.74	4.87
0.80	34.70	21.1	1.157	25.308	24.152	-4.77	2.25	4.99	5.17
0.70	32.76	17.9	1.176	25.573	24.397	-5.77	1.70	5.20	5.46
0.60	31.12	14.3	1.194	25.811	24.618	-6.60	1.15	5.40	5.71
0.50	29.90	10.1	1.212	26.003	24.792	-7.13	0.61	5.56	5.96
0.40	29.13	4.8	1.228	26.135	24.907	-7.47	0.15	5.66	6.26
0.32	28.93	0.0	1.241	26.181	24.939	-7.78	-0.16	5.69	6.38
0.30	28.94	-1.3	1.245	26.183	24.937	-7.95	-0.24	5.69	6.37
0.28	28.99	-2.7	1.249	26.181	24.930	-8.20	-	5.69	6.34

$$\alpha = \frac{1}{V} \left(\frac{\partial V}{\partial T} \right)_P$$

$$\beta = \frac{1}{P} \left(\frac{\partial P}{\partial T} \right)_V$$

l : liquide

s : solide

m : "melting"

TABLE II. Experimental parameters for normal Fermi liquid He^3 as $T \rightarrow 0$.

	P (bar)												
	0	3	6	9	12	15	18	21	24	27	30	33	34-36
$\frac{V}{n}$ (cm ³ /mol)	36.84	33.87	32.07	30.76	29.71	28.86	28.13	27.56	27.06	26.58	26.14	25.71	25.54
$\frac{C}{nRT}$ (K ⁻¹)	3.00	3.22	3.43	3.61	3.78	3.95	4.10	4.24	4.37	4.51	4.64	4.78	4.85
c_1 (m/s)	182.9	227.5	259.7	285.9	308.0	327.1	345.0	360.5	375.1	389.3	403.0	415.9	421.7
T^* (K)	0.359	0.305	0.277	0.256	0.238	0.224	0.212	0.205	0.198	0.191	0.185	0.179	0.177
ηT^2 (poise mK ²)	1.834	1.73	1.63	1.54	1.46	1.38	1.30	1.22	1.14	1.06	0.99	0.92	0.88
κT (erg/sec cm)	34.8	29.7	25.8	22.7	20.3	18.4	16.7	15.3	14.0	12.9	11.9	11.0	10.7

d'après J.C. Wheatley (31)

Properties on the Melting Curve Below 0.1 K

T, K	P_i bar	$P - P_A$ bar	dP/dT , bar/K	s_l/R	s_s/R	Δv_i , cm ³ /mole	v_i , cm ³ /mole	α_n , 10 ⁻³ K ⁻¹	κ_n , 10 ⁻³ bar ⁻¹
0.100	31.3127	-3.0292	-21.68	0.3536	0.6929	1.301	25.926	-11.32	5.19
0.095	31.4229	-2.9190	-22.52	0.3400	0.6929	1.302	25.911	-10.16	5.18
0.090	31.5375	-2.8044	-23.38	0.3261	0.6929	1.303	25.896	-9.06	5.16
0.085	31.6564	-2.6855	-24.26	0.3119	0.6929	1.305	25.880	-8.03	5.15
0.080	31.7799	-2.5620	-25.17	0.2973	0.6928	1.306	25.864	-7.07	5.13
0.075	31.9079	-2.4340	-26.10	0.2823	0.6928	1.307	25.847	-6.18	5.11
0.070	32.0407	-2.3012	-27.06	0.2669	0.6928	1.308	25.829	-5.35	5.10
0.065	32.1784	-2.1635	-28.04	0.2509	0.6927	1.309	25.811	-4.58	5.08
0.060	32.3212	-2.0207	-29.07	0.2345	0.6926	1.310	25.792	-3.88	5.06
0.055	32.4691	-1.8728	-30.12	0.2175	0.6926	1.311	25.773	-3.24	5.04
0.050	32.6224	-1.7195	-31.21	0.2000	0.6925	1.311	25.753	-2.66	5.02
0.045	32.7813	-1.5606	-32.32	0.1820	0.6923	1.312	25.733	-2.14	5.00
0.040	32.9458	-1.3961	-33.47	0.1634	0.6921	1.312	25.711	-1.68	4.98
0.035	33.1161	-1.2258	-34.65	0.1444	0.6918	1.313	25.690	-1.28	4.96
0.030	33.2923	-1.0496	-35.85	0.1249	0.6913	1.313	25.667	-0.93	4.94
0.025	33.4746	-0.8673	-37.06	0.1049	0.6906	1.313	25.644	-0.64	4.92
0.020	33.6629	-0.6790	-38.25	0.0845	0.6892	1.314	25.620	-0.41	4.89
0.015	33.8571	-0.4848	-39.38	0.0638	0.6864	1.314	25.596	-0.22	4.87
0.010	34.0564	-0.2855	-40.22	0.0427	0.6786	1.314	25.571	-0.10	4.84
0.005	34.2569	-0.0850	-39.33	0.0214	0.6432	1.314	25.547	-0.02	4.82
0.003	34.3331	-0.0088	-36.14	0.0129	0.5842	1.314	25.537	0.00	4.81

d'après W.P. Halperin (1)

	%	I	V _M	K	λ	Ce/T	k/T	μ	σ _a	σ _c	σ _i
³ He	100	1/2	24,2	—	6,34	—	—	2,13	5330	4,8	1,2
²⁷ Al	100	5/2	9,97	1,83	6,64	1,35	550	3,64	0,235	1,54	1,3.10 ⁻³
⁶³ Cu	69,1	3/2	7,1	1,28	3,83	0,695	1300	2,22	4,5	5,64	2.10 ⁻³
⁶⁵ Cu	30,9	3/2	7,1	1,25	4,40	0,695	1300	2,38	2,3	15,48	0,23
¹⁰⁷ Ag	51,4	1/2	10,3	11	0,0017	0,646	10	0,11	35	8,66	1,3
¹⁰⁹ Ag	48,6	1/2	10,3	11	0,023	0,646	10	0,13	89	2,32	3,7

% : abondance
 I : spin nucléaire
 V_M : volume molaire cm³/mole
 K : constante de Korringa s.K
 λ : constante de Curie nucléaire en 10⁻¹² Km³/mole
 Ce/T : chaleur spécifique de réseau par Kelvin en 10⁻³ JK⁻²
 k/T : conductivité thermique par Kelvin en W.m⁻¹.K⁻²
 μ : moment nucléaire en μ_N
 σ_a : section efficace d'absorption à 1,8 Å en barn (1 barn = 10⁻²⁴ cm⁻²)
 σ_c : section efficace de diffusion cohérente en barn
 σ_i : section efficace de diffusion incohérente en barn

$$\lambda = N_A \left(\frac{I+1}{I} \right) (\mu_N)^2 \frac{\mu_o}{3k}$$

Propriétés thermodynamiques et neutroniques
de quelques matériaux utilisés en très basse température

Symbol	Constant	Value	SI ^(b)	Units	cgs
$a_0 = \hbar^2/m_e e^2$	First Bohr radius	5.2917706 44	10^{-11} m		10^{-9} cm
$1/\alpha = \hbar c/e^2$	Fine structure constant	137.03604 11 ^(a)			
c	Speed of light in vacuum	2.997924580 12	10^8 m s ⁻¹		10^{10} cm s ⁻¹
$c_1 = 2\pi\hbar c^2$	First radiation constant	3.741832 20	10^{-16} W m ²		10^{-5} erg cm ² s ⁻¹
$c_2 = \hbar c/k$	Second radiation constant	1.438786 45	10^{-2} m K		cm K
e	Elementary charge	4.803242 14			10^{-10} esu
e/c		1.6021892 46	10^{-19} C		10^{-20} emu
$2e/h$	Josephson frequency-voltage ratio	4.835939 13	10^{14} Hz V ⁻¹		
e/m_e	Charge-to-mass ratio of the electron	5.272764 15			10^{17} esu g ⁻¹
$e/m_e c$		1.7588047 49	10^{11} C kg ⁻¹		10^7 emu g ⁻¹
$F = N_A e/c$	Faraday constant	9.648456 27	10^4 C mol ⁻¹		10^3 emu mol ⁻¹
γ_p	Gyromagnetic ratio of proton	2.6751987 75	10^8 s ⁻¹ T ⁻¹		10^4 s ⁻¹ G ⁻¹
γ_p'	Gyromagnetic ratio of proton (uncorrected for diamagnetism of H ₂ O)	2.6751301 75	10^8 s ⁻¹ T ⁻¹		10^4 s ⁻¹ G ⁻¹
G	Gravitational constant	6.6720 41	10^{-11} m ³ kg ⁻¹ s ⁻²		10^{-8} cm ³ g ⁻¹ s ⁻²
h	Planck constant	6.626176 36	10^{-34} J s		10^{-27} erg s
$\hbar = h/2\pi$		1.0545887 57	10^{-34} J s		10^{-27} erg s
h/e	Quantum of magnetic flux	1.3795215 36			10^{-17} erg s esu ⁻¹
$\hbar c/e$		4.135701 11	10^{-15} J s C ⁻¹		10^{-7} erg s emu ⁻¹
$k = R/N_A$	Boltzmann constant	1.380662 44	10^{-23} J K ⁻¹		10^{-16} erg K ⁻¹
$\lambda_{C,e} = \hbar/m_e c$	Compton wavelength of electron	2.4263089 40	10^{-12} m		10^{-10} cm
$\lambda_{C,p} = \hbar/m_p c$	Compton wavelength of proton	1.3214099 22	10^{-15} m		10^{-13} cm
$\lambda_{C,n} = \hbar/m_n c$	Compton wavelength of neutron	1.3195909 22	10^{-15} m		10^{-13} cm
$M_e = N_A m_e$	Electron rest mass	5.4858026 21	10^{-4} u		10^{-4} u
$M_H = N_A m_H$	Mass of hydrogen atom	1.007825037 10 ^(c)	u		u
$M_\mu = N_A m_\mu$	Muon rest mass	0.11342920 26	u		u
$M_n = N_A m_n$	Neutron rest mass	1.008665012 37	u		u
$M_p = N_A m_p$	Proton rest mass	1.007276470 11	u		u
$M_{\pi^\pm} = N_A m_{\pi^\pm}$	Rest mass of charged pion	0.1498300 14 ^(d)	u		u
$M_{\pi^0} = N_A m_{\pi^0}$	Rest mass of neutral pion	0.1448871 42 ^(d)	u		u
$\mu_B = \hbar e/2m_e c$	Bohr magneton	9.274078 36	10^{-24} J T ⁻¹		10^{-21} erg G ⁻¹
μ_e/μ_B	Magnetic moment of electron in Bohr magnetons	1.0011596567 35			
μ_μ	Muon magnetic moment	4.490474 18	10^{-26} J T ⁻¹		10^{-23} erg G ⁻¹
$\mu_N = \hbar e/2m_p c$	Nuclear magneton	5.050824 20	10^{-27} J T ⁻¹		10^{-24} erg G ⁻¹
N_A	Avogadro constant	6.022045 37 ^(a)	10^{23} mol ⁻¹		10^{23} mol ⁻¹
R	Ideal gas constant	8.31441 26	J mol ⁻¹ K ⁻¹		10^7 erg mol ⁻¹ K ⁻¹
$R_\infty = m_e e^4/4\pi\hbar^3 c$	Rydberg constant for infinite mass	1.097373177 83 ^(a)	10^7 m ⁻¹		10^5 cm ⁻¹
$r_e = e^2/m_e c^2$	Classical electron radius	2.8179380 70	10^{-15} m		10^{-13} cm
σ	Stefan-Boltzmann constant	5.67032 71	10^{-8} W m ⁻² K ⁻⁴		10^{-5} erg cm ⁻² s ⁻¹ K ⁻⁴
$u = 1/N_A$	Mass unit, unified mass scale	1.6605655 86	10^{-27} kg		10^{-24} g

$$1 \text{ year (sidereal)} = 365.25636 \text{ days} = 3.1558150 \times 10^7 \text{ s}$$

erg	eV	s ⁻¹	cm ⁻¹	deg K	g	u	cal
1 erg	6.241460×10^{11}	1.5091661×10^{26}	5.034038×10^{15}	7.24290×10^{15}	$1.1126500 \times 10^{-21}$	6.700429×10^2	2.390057×10^{-8}
$1.6021892 \times 10^{-12}$	1 eV	2.4179696×10^{14}	8.065479×10^{13}	1.160450×10^4	$1.7826759 \times 10^{-33}$	1.0735355×10^{-9}	3.829324×10^{-23}
6.626176×10^{-27}	4.135701×10^{-15}	1 s ⁻¹	3.335642×10^{-11}	4.79927×10^{-11}	7.372615×10^{-48}	4.439822×10^{-24}	1.583694×10^{-34}
$1.9864774 \times 10^{-16}$	1.2398520×10^{-4}	2.997924×10^{10}	1 cm ⁻¹	1.438786 45	$2.2102539 \times 10^{-37}$	$1.3310250 \times 10^{-13}$	4.747795×10^{-11}
1.380662×10^{-16}	8.61735×10^{-5}	2.083649×10^{10}	6.95030×10^{-1}	1 deg K	1.536193×10^{-37}	9.25103×10^{-14}	3.29986×10^{-11}
8.987552×10^{20}	5.609545×10^{32}	1.3563709×10^{47}	4.524367×10^{36}	6.50960×10^{36}	1 g	6.022045×10^{23}	2.148077×10^{13}
1.4924418×10^{-3}	9.315016×10^8	2.2523426×10^{23}	7.513007×10^{12}	1.080961×10^{13}	$1.6605655 \times 10^{-24}$	1 u	3.567021×10^{-11}
4.184000×10^7	2.611427×10^{19}	6.314351×10^{33}	2.106241×10^{23}	3.030430×10^{23}	4.655328×10^{-14}	2.803460×10^{10}	1 cal

