

# THÈSE

présentée à

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

pour obtenir le grade

DOCTEUR-INGENIEUR

par

André SULPICE

Ingénieur I.E.G.

SUJET

REALISATION D'UN MAGNETOMETRE

A HAUTES PERFORMANCES

---

Soutenue le 25 Avril 1984 devant la commission d'Examen

Président

R. PAUTHENET

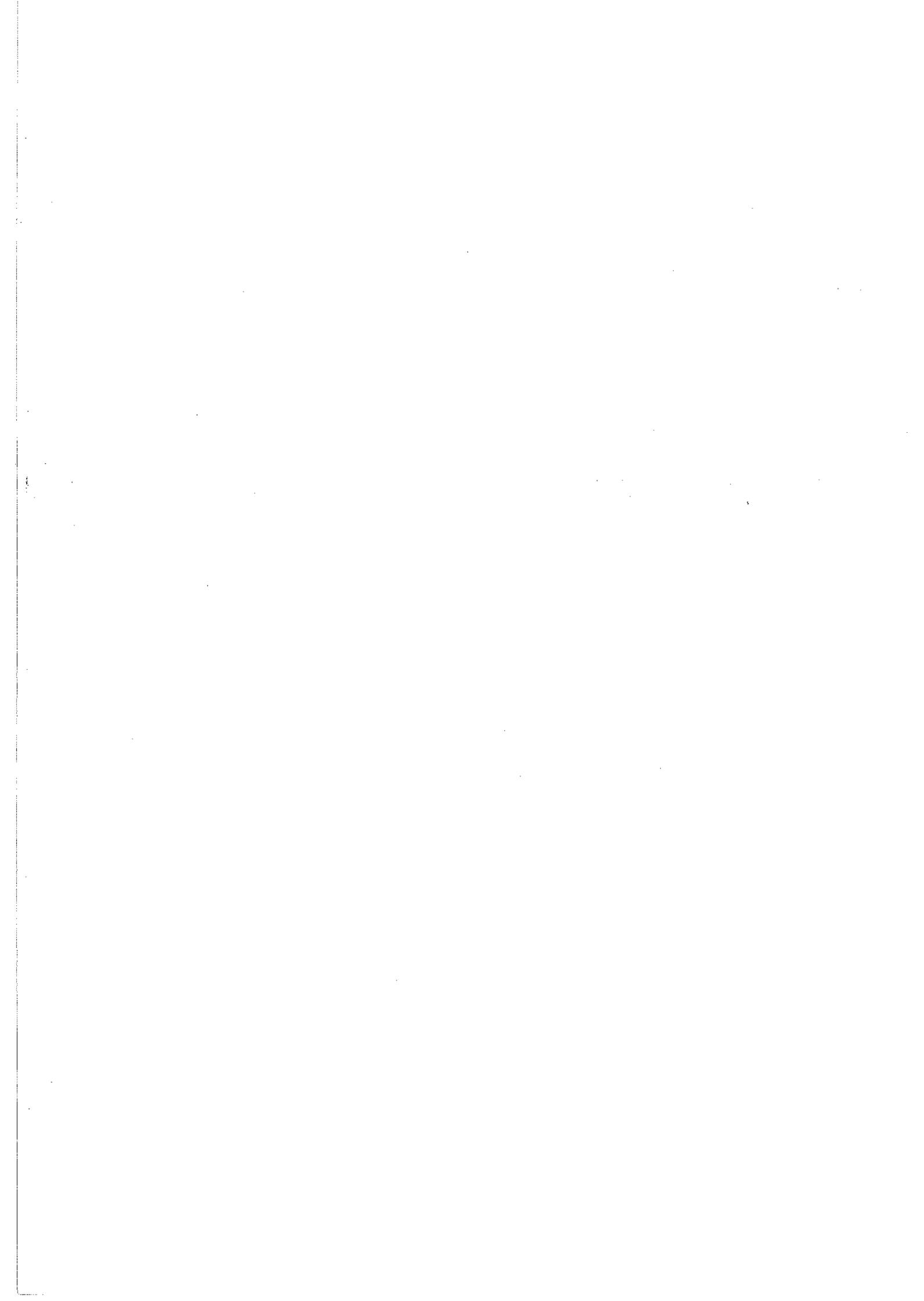
Examineurs

J. L. BRET

J. CHAUSSY

J. GOYER

M. RENARD



## REMERCIEMENTS

Je remercie Monsieur R. TOURNIER de m'avoir accueilli au CENTRE DE RECHERCHES SUR LES TRES BASSES TEMPERATURES du C.N.R.S. à Grenoble que dirige actuellement Monsieur D. THOULOUZE.

J'exprime mes remerciements à Monsieur le Professeur PAUTHENET pour l'honneur qu'il me fait en présidant le jury ainsi qu'à Messieurs J.L. BRET, J. CHAUSSY, J. GOVER et M. RENARD qui ont bien voulu faire partie de la commission d'examen.

Je suis très reconnaissant à Monsieur J. CHAUSSY de m'avoir proposé un sujet aussi intéressant par la diversité des problèmes rencontrés et de m'avoir fait partager son expérience professionnelle en me dirigeant efficacement dans mes recherches.

Ce travail n'aurait pas pu se réaliser sans l'aide continuelle que Monsieur J.L. BRET, le service électronique et Monsieur B. PICOT m'ont apportée. Je les en remercie vivement.

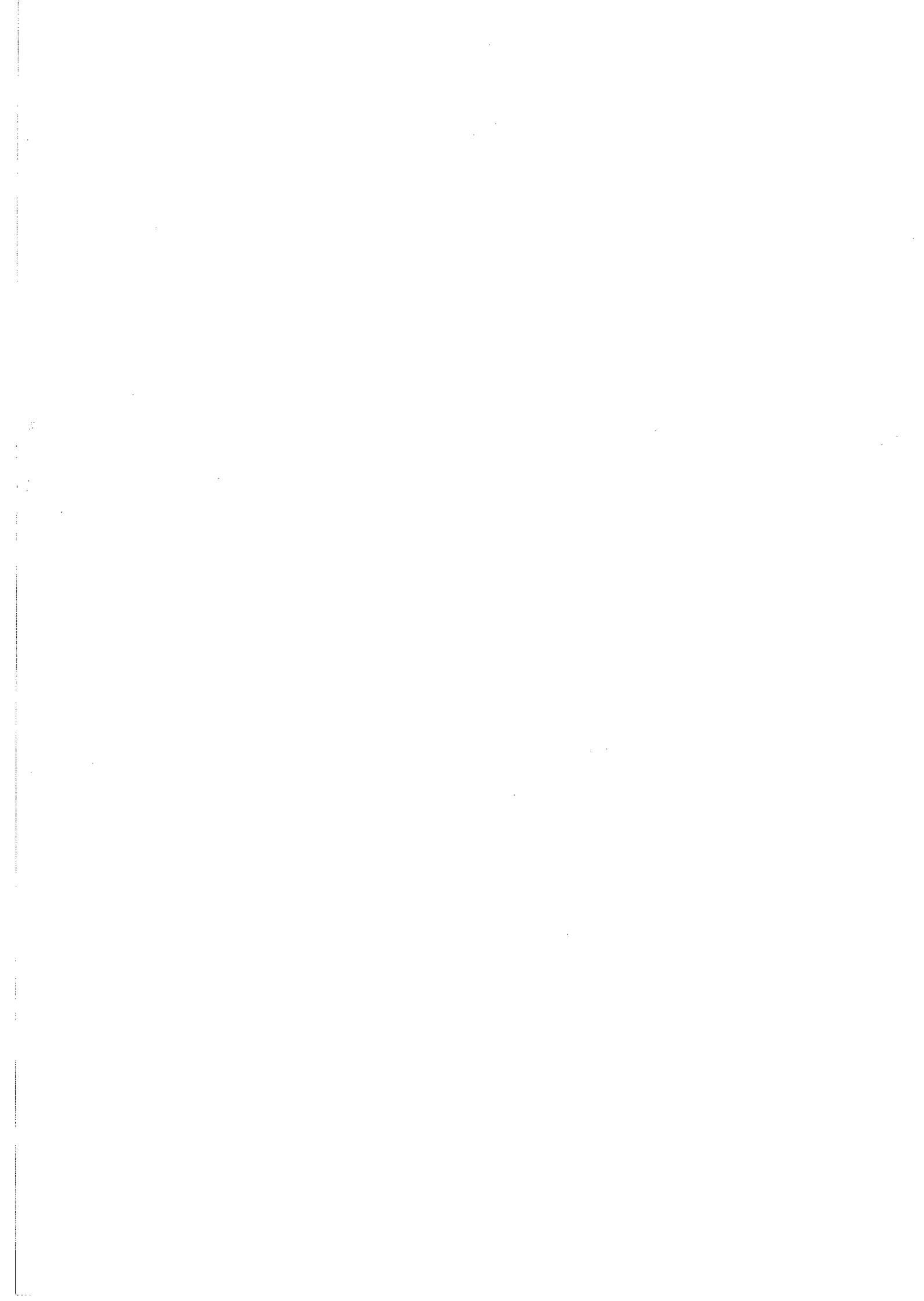
Je tiens à exprimer toute ma reconnaissance à Monsieur P. BROSEMARON. Le soin qu'il a apporté à la construction du magnétomètre, son esprit d'initiative et l'intérêt qu'il a manifesté à l'avancement de ce travail ont souvent été indispensables à la résolution des problèmes rencontrés.

Je remercie tous les chercheurs et les techniciens du laboratoire qui m'ont conseillé et aidé au cours de ce travail.

Je suis très reconnaissant aux membres du CENTRE D'ESSAIS ET DE RECHERCHES SUR LES MATERIAUX D'ALSTHOM ATLANTIQUE à Belfort pour leur étude sur la structure des contacts magnétoformés.

Enfin je remercie Viviane BUTKOVIK et Françoise MAHIEUX qui ont assuré la frappe de ce mémoire dans des conditions souvent difficiles.

---



# S O M M A I R E

	<u>Pages</u>
<u>INTRODUCTION</u>	1
<u>CHAPITRE I - OBTENTION D'UN CHAMP MAGNETIQUE STABLE</u>	3
I.1. Introduction	4
I.2. Réalisation des contacts	5
I.3. Technique de mesure	7
I.4. Procédure expérimentale	10
I.5. Résultats des mesures	19
I.6. Conclusions	26
<u>CHAPITRE II - LE CRYOSTAT</u>	27
II.1. Définition des buts à atteindre	28
II.2. Le cryostat	28
II.3. Le système de déplacement de l'échantillon	34
II.4. Le tableau de vannes	35
II.5. Essais et performances du cryostat	36
<u>CHAPITRE III - LE DETECTEUR</u>	40
III.1. Introduction	41
III.2. La méthode d'extraction	41
III.3. Méthode de mesure de la variation de flux	42
III.4. Le hacheur supraconducteur	45
III.5. Réalisation de la bobine de mesure	51
III.6. Détermination des conditions optimales de fonctionnement du hacheur	53
<u>CHAPITRE IV - ESSAIS ET PERFORMANCES DU MAGNETOMETRE</u>	58
IV.1. Etalonnage du magnétomètre	59
IV.2. Essais en champ magnétique intense	60
IV.3. Mesure à haute température	63
IV.4. Conclusions	63
<u>ANNEXE A - ETUDE D'UN MAGNETOMETRE A FLUXGATE</u>	65
<u>ANNEXE B - ETUDE DU FLUX-CREEP</u>	80
<u>REFERENCES</u>	86



## INTRODUCTION

Les mesures magnétiques en général et d'aimantation en particulier ont toujours été l'un des centres d'intérêt du Centre de Recherche sur les Très Basses Températures.

Depuis quelques années, nous avons assisté à l'émergence de nouvelles recherches exigeant de nombreuses mesures de plus en plus précises et reproductibles sur des échantillons de plus en plus petits. Il a paru nécessaire de mettre au point un nouveau magnétomètre permettant de travailler dans une très large gamme de température avec beaucoup de sensibilité et surtout très rapidement afin de ne pas limiter les études par la durée de l'expérimentation.

Plusieurs améliorations ont dû être apportées aux appareils existants en particulier sur les points les plus importants dans une mesure d'aimantation : stabilité du champ magnétique, cryogénie et système de détection.

Au cours de l'étude des possibilités permettant d'assurer une bonne stabilité du champ magnétique créé par une bobine supraconductrice, j'ai été confronté au problème de la reptation de flux (flux-creep) au sein des matériaux supraconducteurs. Nous avons jugé intéressant d'essayer d'en préciser la compréhension.

La construction du magnétomètre, vu l'importance du travail à réaliser et le soin extrême qu'il fallut y apporter, a demandé beaucoup de temps. Attiré par les mesures dans le domaine du magnétisme, j'ai consacré une partie de ce temps à l'étude d'un fluxgate permettant de faire des mesures absolues de champ magnétique à basse température.

J'ai également commencé à m'intéresser à une étude menée par d'autres chercheurs du laboratoire sur la coexistence de la supraconductivité

et du ferromagnétisme. Durant la période de construction du magnétomètre j'ai entamé une série d'expériences sur ce sujet sur d'autres appareils, ce qui a amélioré ma connaissance des problèmes des mesures magnétiques et m'a fait prendre conscience de l'intérêt soulevé dans le domaine de la théorie du magnétisme et de la supraconductivité par le problème de la coexistence de ces deux états. Cette étude sera poursuivie en utilisant notamment les possibilités du nouveau magnétomètre.

CHAPITRE I

OBTENTION D'UN CHAMP MAGNETIQUE STABLE

## I. 1 - INTRODUCTION

Lorsque l'on utilise une bobine de cuivre pour établir un champ magnétique, on est confronté au problème de l'évacuation de l'énergie dissipée par effet Joule dans le conducteur. Dans un laboratoire de recherche sur les très basses températures, on peut facilement s'affranchir de cet inconvénient si, à la place du cuivre, on utilise un matériau supraconducteur : cela permet de construire des bobines beaucoup moins encombrantes, à champ égal, que l'on installe dans l'hélium liquide à l'intérieur du cryostat. Théoriquement, la résistance du fil étant nulle, la seule énergie nécessaire pour alimenter un tel montage est celle qui est stockée dans la bobine. Ceci est particulièrement intéressant lorsque, comme ce sera le cas en général pour nos mesures avec le magnétomètre, on travaillera en faisant varier la température de l'échantillon et en gardant le champ magnétique constant.

Cependant, pour que la résolution de nos mesures soit satisfaisante, il est essentiel que cette dernière condition (champ magnétique fixe) soit bien réalisée. Cette stabilité est liée à celle du courant dans la bobine. Les alimentations en courant élevé, de l'ordre de 100 A, n'ont une stabilité que de quelques  $10^{-4}$  sur la journée. De plus, toute connection entre l'intérieur du cryostat et des appareils extérieurs est source de parasites perturbant les mesures. Pour remédier à ces problèmes, on referme les bobines supraconductrices sur elles-mêmes après l'établissement du courant désiré ; on peut alors débrancher l'alimentation, le courant continue à circuler et reste constant pendant un temps théoriquement infini, la résistance de la bobine étant considérée comme nulle. La bobine est dite en mode "court-circuitée". Cette dernière condition est invalidée par la présence de résistances de contact non nulles entre les fils court-circuitant la bobine. On rencontre ici la principale limitation à la stabilité du champ, limitation qui pourrait être repoussée si la résistance des jonctions entre fils était abaissée.

De très bons contacts permettraient de fabriquer des écrans magnétiques destinés à conserver le flux dans une certaine région de l'espace du cryos-

tat, et ce pour de très grandes variations de champ, ce qui n'est pas possible avec des cylindres supraconducteurs massifs. On pourrait ainsi protéger les détecteurs utilisés en magnétométrie près des bobines de champ qui ne supportent pas le champ magnétique ; ceci est le cas du hacheur supraconducteur utilisé dans le magnétomètre ou des dispositifs à effet Josephson. (1,2)

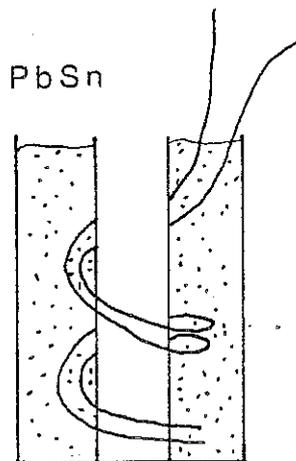
## I. 2 - REALISATION DES CONTACTS

### I. 2.1 Soudure directe

Souder les différents fils supraconducteurs peut être la première idée qui vient à l'esprit, cependant c'est impossible car l'élaboration des fils est une technique extrêmement compliquée où interviennent plusieurs traitements thermiques (3). Le soudage changerait la structure des matériaux et les rendrait impropres à l'utilisation.

### I. 2.2 Contacts utilisés

#### a) Anciens contacts



Jusqu'à présent, au laboratoire, on utilisait une technique consistant à brasser les fils à l'aide de plomb-étain fondu dans un conteneur en cuivre (fig. 1). Les contacts ainsi obtenus ont une résistance de l'ordre de  $10^{-8}$  à  $10^{-9} \Omega$ , ce qui assure une stabilité de quelques  $10^{-5}$  sur la journée.

Fig.11

### b) Contacts magnétoformés

Pour augmenter notablement cette stabilité, il a fallu mettre au point une technique qui amène les brins constituant chacun des fils à relier en contact très étroit, sans être gêné par la présence du cuivre constituant la matrice qui renferme les filaments.

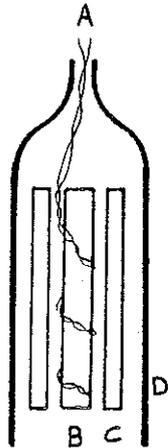


Fig. 12

Les deux fils à relier (A) (fig. 2) sont décuivrés par attaque à l'acide nitrique pour faire apparaître les filaments supraconducteurs qui sont bobinés sur un mandrin (B). On entoure ensuite le tout d'un tube fin (C). Les deux pièces (B) et (C) peuvent être indépendamment en matériau supraconducteur (NbTi) ou non (Cu).

L'ensemble est placé à l'intérieur d'un tube (D) en matériau de bonne conductivité électrique à température ambiante, par exemple du cuivre, afin de permettre le sertissage du système par magnétoformage.

On entoure ensuite ce montage d'une petite bobine de quelques spires dans laquelle on décharge en un temps très court ( $\sim 20 \mu\text{s}$ ) une batterie de condensateurs. L'énergie stockée préalablement dans ces derniers varie entre 1 et 5 kJ. Le champ magnétique pulsé créé par la petite bobine induit des courants de Foucault dans la gaine (D), il exerce sur ces courants une force de Laplace radiale dirigée vers l'intérieur, et écrase ainsi la gaine, réalisant un contact intime à la fois entre les multifilaments et les pièces (B) et (C).

Cette procédure plus simple que la plupart de celle que l'on trouve dans la littérature (4), a fait l'objet de la prise d'un brevet (5).

### I. 3 - TECHNIQUES DE MESURE

Nous voulons déterminer deux propriétés très intéressantes des contacts, d'une part leur résistance, d'autre part le courant maximal qui peut les traverser sans qu'ils transitent de l'état supraconducteur à l'état normal.

En utilisant un femtovoltmètre à hacheur supraconducteur mis au point au laboratoire (6), nous aurions pu mesurer des résistances de l'ordre de  $10^{-17} \Omega$  par une méthode courant-tension, résolution qui paraissait suffisante puisque la résistance prévue des contacts était de l'ordre de  $10^{-12} \Omega$ . Cependant, le courant critique en champ nul prévu étant largement supérieur à 100 A, il n'aurait pas été facile de disposer d'une alimentation en courant continu délivrant quelques centaines d'ampères, ni d'installer dans le cryostat des amenées de courant suffisantes. Nous avons donc décidé d'utiliser une autre technique, celle de la décroissance d'un courant piégé dans une boucle supraconductrice (7) fermée par un contact.

Cette technique, extrêmement simple à mettre en oeuvre, s'est révélée tout à fait satisfaisante.

#### I. 3.1 Principe de la mesure de R

Soit une spire de résistance R et de self inductance L dans laquelle on piège un courant à  $t < 0$  comme indiqué au paragraphe I.3.2.

Cette spire est parcourue à l'instant  $t = 0$  par un courant  $I_0$  et elle crée en son centre un champ magnétique  $H_0 = \alpha I_0$ , le coefficient  $\alpha$  ne dépendant que de facteurs géométriques. Le courant dans ce système obéit à l'équation différentielle  $L \frac{dI}{dt} - RI = 0$  dont la solution évidente est

$$I = I_0 e^{-\frac{t}{\tau}} \text{ avec } \tau = \frac{L}{R} .$$

Lorsque  $\tau$  est très grand devant la durée de la mesure, comme c'est le cas dans notre expérience, il est légitime d'utiliser l'approximation suivante :  $e^{-\frac{t}{\tau}} = 1 - \frac{t}{\tau}$ . En considérant non plus le courant, mais le champ magnétique au centre de la spire qui est proportionnel à  $I$ , on obtient  $H \approx H_0 (1 - \frac{t}{\tau})$ . Connaissant le champ  $H_0$  à  $t = 0$ , la self  $L$  de la spire et la décroissance du champ au cours du temps, on en déduit immédiatement  $R$ .

Si le fil constituant la spire est supraconducteur, la seule résistance à prendre en compte est celle du contact reliant les extrémités du fil, et c'est justement la résistance que l'on veut connaître.

### I. 3.2 Induction du courant dans la spire

Pour générer le courant initial dans la spire, on utilise une variation de flux induite par une bobine extérieure (fig. 3).

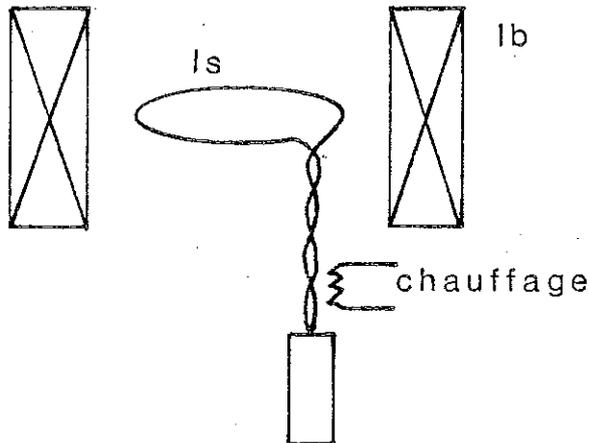


Fig.13

On injecte un courant  $I_b$  dans la bobine extérieure qui crée un flux  $\phi$  dans la spire. On chauffe une petite partie du fil qui devient résistive. Le courant piégé, dépendant des conditions initiales et de la variation de flux, décroît alors avec une constante de temps  $\tau = \frac{L}{R}$ ,  $R$  étant relativement très grand (quelques milliohms),  $\tau$  est de l'ordre de la milliseconde ; au bout de

quelques secondes, le courant résiduel peut être considéré comme nul. On laisse refroidir la spire qui redevient complètement supraconductrice. On coupe alors le courant dans la bobine, la spire voit une variation de flux  $\Delta\phi$  qu'elle cherche à annuler par la création d'un courant  $I_s$ .

Analytiquement, on a  $\Delta\phi = MI_b$  où  $M$  est l'inductance mutuelle entre la spire et la bobine. Le courant induit dans la spire est tel que  $\Delta\phi = LI_s$ . D'où  $I_s = \frac{M}{L} I_b$ .

### I. 3.3 Mesure du courant critique

Considérons le système constitué de la bobine inductrice et de la spire supraconductrice (voir figure 3).

La spire s'oppose aux variations de flux qu'elle voit et par suite l'établissement d'un courant dans la bobine induit un courant en sens inverse dans la spire.

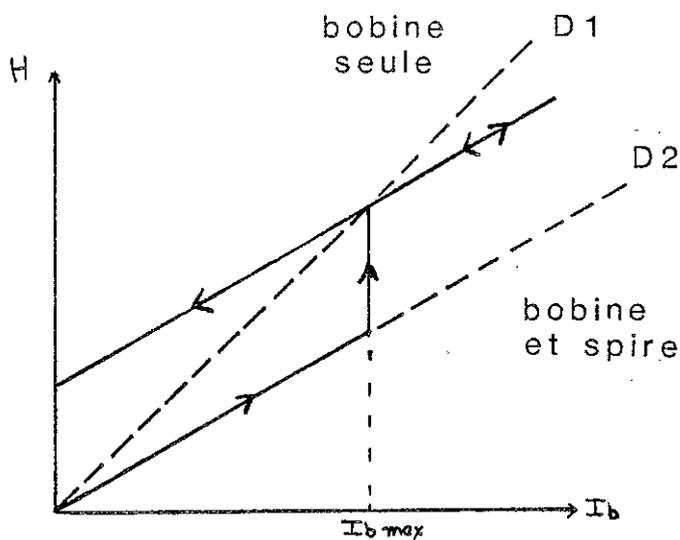


Fig.14

On mesure tout d'abord la caractéristique champ-courant de la bobine seule (droite  $D_1$ , fig.4). Puis, partant d'un courant nul dans la bobine et dans la spire, on mesure le champ au centre du système en fonction du courant  $I_b$  dans la bobine (droite  $D_2$ ) et on compare ces valeurs à celles déterminées avec la bobine seule. La différence de pente

des deux droites  $D_1$  et  $D_2$  est due au champ créé par la spire. Pour une certaine valeur de  $I_b$ , notée  $I_{bmax}$ , on remarque un saut brutal de la valeur du champ créé par le système bobine + spire qui rejoint la courbe de la bobine seule ; en ce point, le courant dans la spire est nul. Si l'on continue à augmenter le courant, on suit à nouveau une droite de même pente que  $D_2$  et l'on remarque encore des transitions identiques. Si, après le premier saut, on baisse le courant, on suit toujours une droite parallèle à  $D_2$ , mais décalée par rapport à celle-ci de la valeur du saut à la transition. Dans ce cas, le courant dans la spire crée un champ dans le même sens que celui de la bobine.

Ces transitions brutales peuvent s'expliquer par le fait que lorsqu'on obtient le courant critique de la spire, une petite portion de cette dernière devient résistive et tout le courant s'annule avant que cette perturbation disparaisse.

Connaissant le rapport entre le courant dans la bobine et celui qui est induit dans la spire, la mesure de  $I_{bmax}$  nous donne la valeur du courant critique de notre spire.

#### I. 4 - PROCEDURE EXPERIMENTALE

##### I. 4.1 Montage

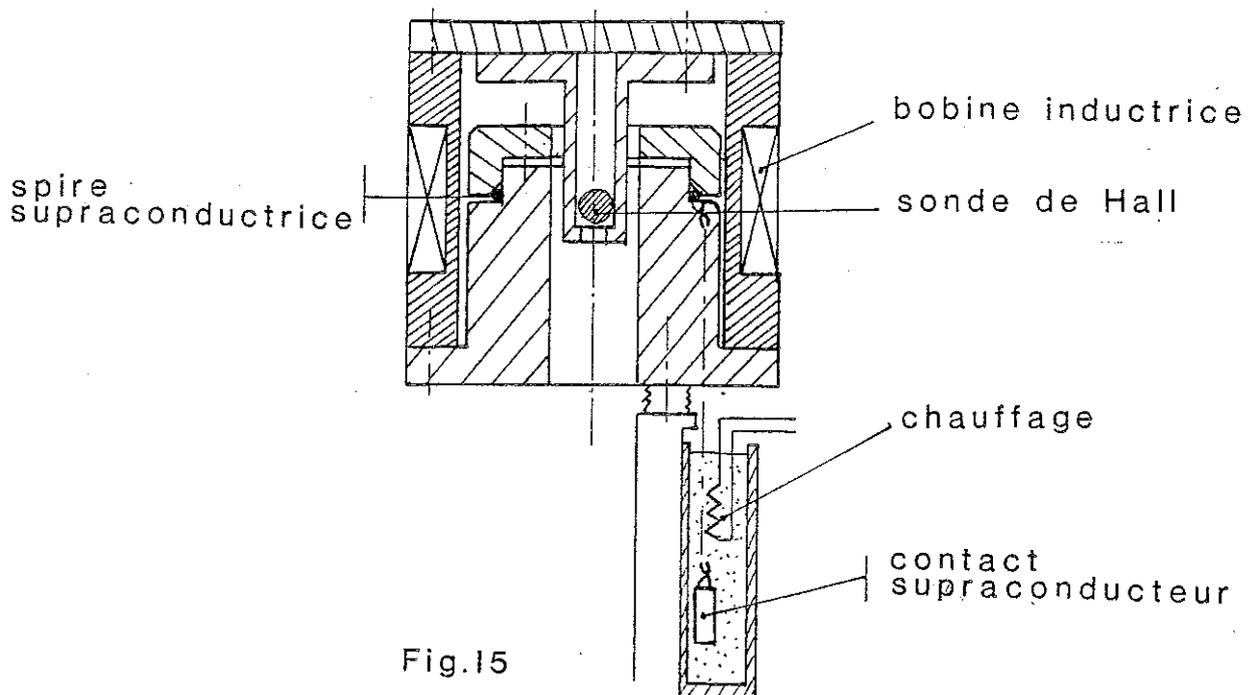


Fig.15

On a réalisé une bobine de 255 spires de rayon intérieur 20 mm, d'épaisseur 2,6 mm et de longueur 20 mm. Le calcul numérique du coefficient  $\frac{H}{I}$  de la bobine donne au centre 68,14 Oe/A.

Avec le fil supraconducteur bouclé par un contact, on réalise une spire de 25 mm de diamètre que l'on place dans le plan central de la bobine. Ce montage effectué, on trouve (mesures décrites au paragraphe 1.4.6.) :

- ~ 4,19  $\mu$ H comme mutuelle inductance entre la spire et la bobine,
- ~ 0,12  $\mu$ H comme self-inductance de la spire.

D'où  $\frac{I_s}{I_b} \sim 33,4$  comme rapport du courant induit dans la spire sur le courant injecté dans la bobine.

Au centre une sonde à effet Hall LHGA 321 de Lake Shore mesure le champ. Compte tenu de notre appareillage, la meilleure intensité d'injection est 10 mA. On a alors une sensibilité de 910,5 nV/Oe. On a essayé d'autres sondes plus sensibles mais dont le niveau de bruit plus élevé gênait beaucoup plus les mesures.

On a résolu le problème du chauffage localisé d'une partie de la spire en installant le contact, une extrémité de la spire et une résistance de chauffage dans un petit conteneur en araldite que l'on remplit ensuite de billes de verre microscopiques. Seule une petite quantité d'hélium liquide se trouve ainsi dans le tube et elle est très facile à chauffer et à vaporiser.

#### I. 4.2 Mesure du champ H au centre du montage

Dans un premier temps, on a envisagé de mesurer le champ au centre de la bobine et de la spire par une méthode d'extraction d'une bobine de mesure. Cette technique présentait plusieurs inconvénients, notamment :

- la réalisation de la bobine était difficile étant donné le faible volume dont on disposait et la sensibilité souhaitée,
- les mesures n'auraient pu être faites que de façon discontinue. Nous avons donc préféré utiliser une sonde à effet Hall.

Pour injecter le courant dans la sonde et mesurer la tension de Hall qui apparaît à ses bornes nous avons utilisé un détecteur multifonction basse impédance mis au point au laboratoire dont le principe est présenté sur la fig. 6. (8)

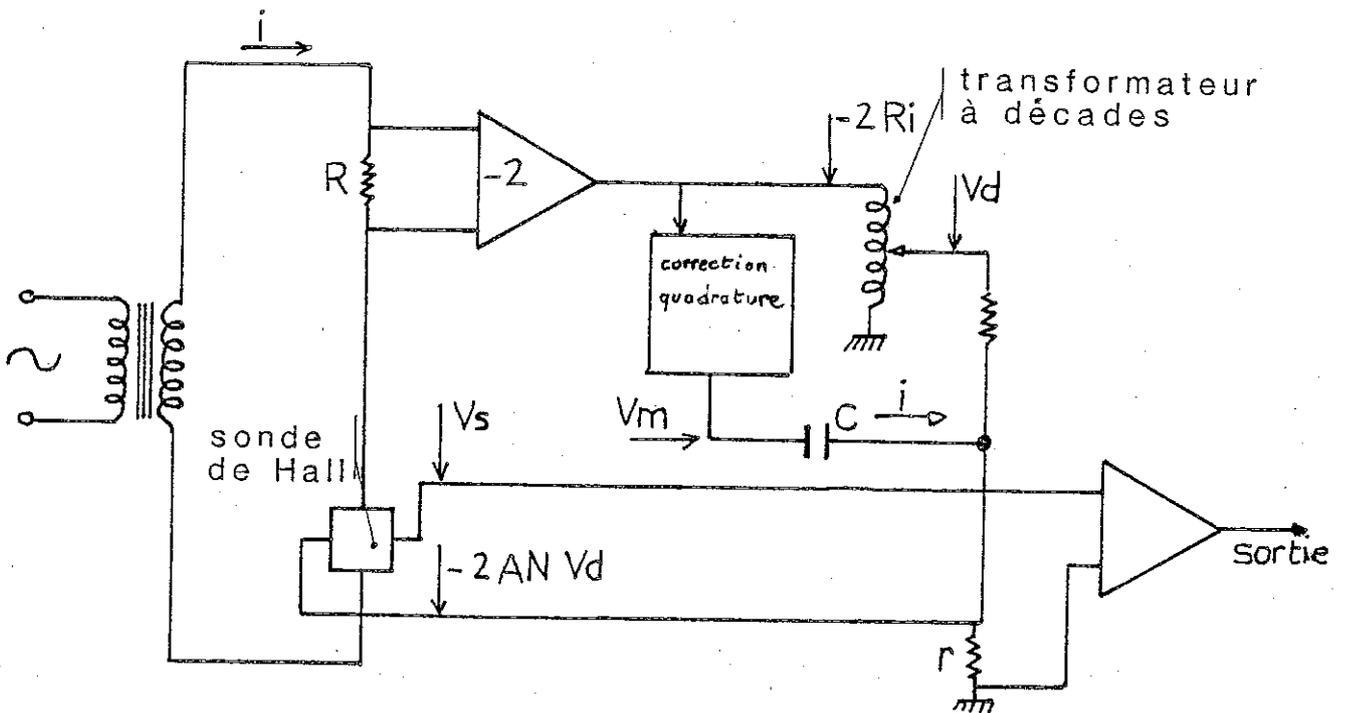


Fig.16

On injecte un courant alternatif  $i$  dans la sonde et dans une résistance de référence  $R$ . Le système électronique sert à comparer la tension  $V_M$  aux bornes de la sonde à celle aux bornes de la résistance modifiée à l'aide d'un diviseur de tension alternative à transformateur à décades. Les différents coefficients des amplificateurs sont choisis de telle façon que, connaissant  $R$ , on puisse lire facilement la tension  $V_H$  sur les décades du diviseur lorsque le pont est équilibré. Ce signal de sortie est ensuite traité par une détection synchrone qui fournit une

tension continue proportionnelle au déséquilibre entre les tensions  $V_H$  et  $NRi$ . On peut enregistrer ce signal continu en fonction du temps et connaître à tout instant le champ au centre du montage. Pour cela, il a fallu procéder à l'étalonnage de la sonde après son installation. Le rapport  $H/I$  de la bobine utilisée a été déterminé par une méthode de calcul numérique utilisée couramment au laboratoire. Ensuite, nous avons tracé la courbe représentant la tension de Hall pour un champ variant de 0 à 40 kOe. Il est apparu que cette fonction est linéaire dans toute cette zone et la sensibilité de la sonde est de 910,5 nV/Oe pour un courant d'injection de 10 mA, ce qui est tout à fait compatible avec les valeurs données par le constructeur.

Il faut aussi remarquer que la connaissance précise de la valeur absolue de la sensibilité de la sonde n'est pas nécessaire, car dans toutes nos mesures, nous n'utilisons que les variations du champ magnétique au centre du montage.

#### I. 4.3 Mesure de la résistance

En champ nul, on chauffe la spire quelques secondes pour annuler le courant résiduel qui aurait pu être piégé auparavant, et on mesure le signal  $V_0$  à la sortie de la sonde de Hall ( $V_0$  est la somme du faux-zéro de la sonde et du signal dû au champ ambiant). Ensuite, on crée un champ  $H$  en faisant circuler un courant  $I_0$  dans la bobine. La sonde de Hall nous donne l'image de ce champ auquel est superposé le champ dû au courant induit dans la spire. On chauffe cette dernière quelques instants jusqu'à voir une variation brusque du signal, ce qui indique une décroissance brutale du courant au moment de la transition. On laisse refroidir la spire et on baisse lentement le courant  $I_b$  jusqu'à l'annuler. La sonde génère alors une tension  $V_s + V_0$  dépendant du courant  $I_s$  que l'on a piégé dans la spire. On observe alors sur un enregistreur la décroissance de la tension de Hall telle que :

$$V(t) = V_0 + V_s e^{-\frac{t}{\tau}} \text{ ou, approximativement } V(t) \simeq V_0 + V_s \left(1 - \frac{t}{\tau}\right).$$

L'observation se poursuit sur un intervalle de temps  $\Delta t$  de quelques heures. On a, en valeur absolue  $\frac{\Delta V}{V_s} \approx \frac{\Delta t}{\tau}$  avec  $\tau = \frac{L}{R}$ .

On est amené à prendre de nombreuses précautions expérimentales. Au cours des premiers essais, on mesurait des décroissances très rapides dans les premières minutes qui ralentissaient au cours du temps, mais sans suivre une loi exponentielle propre à un circuit L-R. Nous avons alors mis en évidence un phénomène de traînage magnétique (flux-creep) qui a fait l'objet d'une étude développée dans un autre chapitre. Ce traînage est éliminé par injection, après avoir piégé le champ, d'un courant alternatif d'amplitude décroissante qui stabilise les vortex piégés dans la spire. Les valeurs exactes de la fréquence ( $\sim 0,01$  Hz), de l'amplitude initiale ( $\sim 2$  A) et de la vitesse de décroissance ne sont pas critiques, mais une fréquence trop élevée ou une amplitude initiale trop grande font transiter la spire et l'expérience est à reprendre au départ.

#### I. 4.4 Atténuation du bruit parasite

Pour augmenter la sensibilité de la mesure, on est amené classiquement à éliminer le bruit qui se superpose au signal de la sonde. Ce bruit a deux composantes, l'une de période courte (quelques secondes), l'autre de période longue (la journée).

##### a) Toutes composantes confondues

Au moment de la conception du montage, un écran en plomb cylindrique a été prévu pour entourer complètement la bobine et la spire dans le but de s'affranchir des fluctuations du champ magnétique terrestre. Ce cylindre, lorsqu'il est supraconducteur, conserve le flux magnétique interne et isole le volume intérieur des variations du champ externe. (9,10) Cependant, il présente l'inconvénient de changer la carte de champ magnétique habituel de la bobine d'induction car il annule également les variations de flux interne créées par le courant que l'on envoie

dans la bobine. Cet écran est le siège d'un courant qui génère un champ magnétique de sens contraire à celui de la bobine et qui s'oppose au champ au centre (11).

Expérimentalement, au cours de l'étalonnage de la sonde de Hall en fonction du courant dans la bobine d'induction, on a observé deux régimes (fig. 7). Le premier, pour un courant dans la bobine inférieur

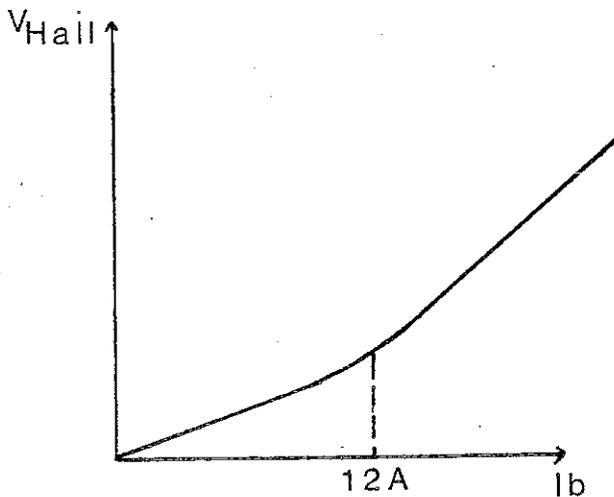


Fig.17

à 10 A, présente une sensibilité relativement faible de la sonde en fonction du courant ( $25,5\ \mu\text{V/A}$ ). Le deuxième, pour un courant supérieur à 14 A, présente une sensibilité beaucoup plus grande, de l'ordre de  $58,8\ \mu\text{V/A}$ . Or, 10 ou 14 ampères dans la bobine induisent au niveau de l'écran un champ magnétique qui est de l'ordre de grandeur du champ critique du plomb. Au-

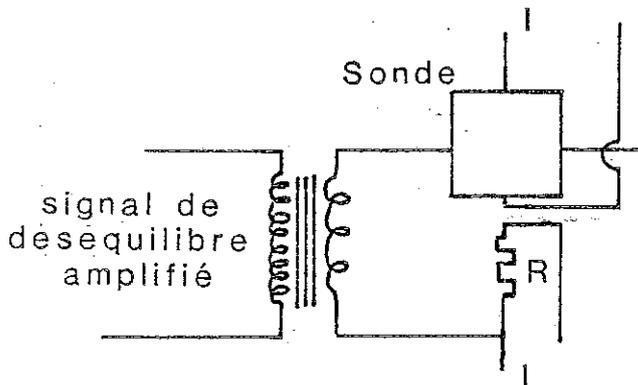
dessus de 14 A, l'écran n'est plus efficace, il ne compense plus les variations de flux générées par la bobine et la sensibilité apparaît alors beaucoup plus forte. Le rapport entre  $25,5$  et  $58,8\ \mu\text{V/A}$  s'accorde bien avec les calculs de Todd I. Smith (11). Après avoir enlevé l'écran, on a trouvé une sensibilité linéaire entre 0 et 60 A dans la bobine, et on a pu faire le calcul des  $910,5\ \text{nV/Oe}$  déjà cités. On s'est également aperçu que le bruit de la mesure était semblable à celui mesuré précédemment, car la détection synchrone filtre les fréquences parasites : on a donc renoncé à utiliser cet écran.

On avait prévu également un écran en  $\mu$  métal (métal à haute perméabilité

magnétique) à la température ambiante autour de la queue du cryostat. Il s'est révélé inutile et on y a renoncé.

b) Composante de période courte

Cette composante ne semblant pas provenir de variations du champ magnétique local (à cause de l'inutilité de l'écran en plomb), on a pensé qu'elle pourrait être due à des parasites arrivant sur les fils amenant le signal de la sonde à l'extérieur. On a installé un amplificateur dans l'hélium liquide dans le but de diminuer l'influence de ces parasites (fig. 8).



Rapport transformation  
2500/56

$R = 0,1222 \Omega$

Cette valeur de  $0,1222 \Omega$  oblige à multiplier toutes les tensions lues sur le diviseur inductif par 1,222.

Fig.18

Le bruit de la mesure s'est trouvé divisé par 15, ce qui est appréciable, mais on a remarqué alors des variations très brusques du signal se produisant de temps en temps, du même ordre de grandeur que le bruit dans le montage précédent, ce qui empêchait de profiter des avantages de l'amplificateur dans l'hélium et on a abandonné cette technique.

c) Composante de période longue

Au bout de quelques jours d'observation, il est apparu que la variation parasite à long terme du signal semblait suivre à peu près les changements

de température de la salle d'expérimentation. On constatait une composante négative le soir et au cours de la nuit (baisse de la température ambiante) et une composante positive le matin et au cours de la journée (réchauffement de la pièce). On a donc essayé d'éviter les variations thermiques du système de détection électronique. En régulant approximativement la température de la pièce, nous avons un peu amélioré les mesures, sans toutefois supprimer complètement ces dérives, sans doute faute d'un système de régulation tout à fait efficace.

#### I. 4.5 Mesure du courant critique

Pour obtenir un courant suffisamment élevé dans la spire, de l'ordre de 1000 A, nous devons injecter jusqu'à 40 A dans la bobine d'induction. Nous avons donc utilisé une alimentation de bobine supraconductrice employée de façon courante au laboratoire. Cependant, notre montage n'a pas tout à fait le même comportement qu'une bobine supraconductrice ordinaire et il a fallu modifier l'alimentation en conséquence.

La vitesse de variation du courant dans une bobine est imposée en général par l'affichage de la tension à ses bornes. Notre bobine étant très petite, sa self-inductance est très faible, et on ne peut pas imposer la valeur de  $\frac{dI}{dt}$  de cette façon. Nous avons donc dû utiliser un tiroir supplémentaire réglant le temps de montée indépendamment de la tension aux bornes de la bobine.

Il a fallu également éliminer toutes les sources de parasites qui ne sont pas gênants lorsqu'on utilise une grosse bobine, mais qui dans notre cas faisaient transiter la spire de façon tout à fait aléatoire.

De plus, on s'est aperçu que la vitesse de montée avait beaucoup d'importance : une variation trop rapide diminue beaucoup le courant maximal dans la spire. Cependant, on ne peut pas aller trop lentement pour ne pas allonger inutilement la durée de l'expérience. Après plusieurs essais, il est apparu qu'une variation de 0,3 A/mn dans la bobine, ce qui

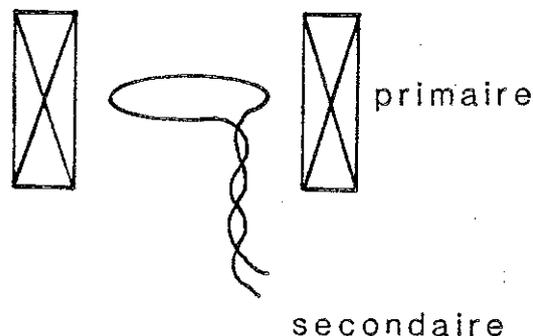
correspond à 10 A/mm dans la spire, était un bon compromis.

Lorsqu'on a piégé un courant à 4,2 K et que l'on baisse la température, on conserve le courant inchangé. En revanche, si on baisse d'abord la température, on s'aperçoit que le courant maximal piégeable dans la spire est beaucoup plus faible, ce qui est assez surprenant au premier abord, car on s'attendait à ce que le comportement du supraconducteur soit plutôt meilleur à basse température. On a étudié ce phénomène souvent observé par les utilisateurs de bobines supraconductrices dans la partie concernant le flux creep.

#### I. 4.6 Mesure de M et L

Des méthodes de calcul numérique peuvent nous donner les valeurs de M et L pour des configurations précises (12). Cependant, si les résultats trouvés pour M s'accordent bien avec l'expérience, il n'en est pas de même pour L, ce qui est dû à la forme compliquée de la spire qui n'est pas un cercle parfait. On a donc fait les mesures de ces quantités car la connaissance de L est indispensable pour déduire la résistance de la spire de la valeur de la constante de temps de la décroissance du courant dans la boucle.

Pour connaître M, on utilise simplement un pont de mesure de mutuelle inductance mis au point au laboratoire (13) et des fils de différents diamètres non bouclés sur eux-mêmes auxquels on donne une géométrie aussi sem-



blable que possible à celle des boucles dans les expériences réelles (fig. 9). Les valeurs trouvées, autour de 4  $\mu$ H, ont été très proches de celles données par le calcul.

Fig.19

Pour la mesure de L, on ne peut pas utiliser un circuit LC résonnant classique car L est trop petite ( $\sim 10^{-7}$  H) ce qui imposerait l'utilisation de capacités ou de fréquences beaucoup trop grandes. On a donc utilisé une autre technique utilisant le montage précédent.

On fait passer un courant de 1 A dans la bobine, on mesure le champ au centre, on connaît donc  $H_B(1)$ , champ créé par la bobine pour 1 A. On fait passer ensuite 1 A dans la spire et on obtient de la même façon  $H_S(1)$ . On remplace alors la spire d'essai par une boucle supraconductrice fermée par un contact. On envoie 1 A dans la bobine et on annule le courant dans la spire en chauffant une petite partie de cette dernière. Ensuite, on annule le courant dans la bobine et on mesure le champ  $H_S(I_S)$  dû au courant  $I_S$  induit dans la spire par la variation de flux :  $H_S(I_S) = I_S H_S(1)$ .

Sachant que  $\frac{I_S}{I_B} = \frac{M}{L}$ , on tire  $L = M \frac{H_S(1)}{H_S(I_S)}$

Par cette méthode, on a mesuré  $L = 1,2 \cdot 10^{-7}$  H, alors que le calcul nous donnait  $L = 7 \cdot 10^{-8}$  H.

## I. 5 - RESULTATS DES MESURES

### I. 5.1 Anciens contacts

Pour apprécier la validité de notre méthode de mesure, nous avons étudié les contacts réalisés auparavant dont on connaissait la résistance. Pour faire ces contacts décrits au paragraphe 2, on ne peut pas enlever le cuivre qui entoure le supraconducteur car l'alliage de plomb-étain qui sert d'élément de soudure ne mouille pas le niobium-titane. Le cuivre n'étant pas supraconducteur, on introduit une résistance non négligeable dans le circuit.

On peut essayer de calculer cette résistance en supposant, ce qui est évidemment approximatif, que le fil est constitué d'une âme de niobium-titane entourée de cuivre (fig. 10).

Pour une longueur de fil  $L$ , la résistance de la gaine de cuivre est

$$R = \frac{\rho}{L} \frac{1}{2\pi} \int_{r_1}^{r_2} \frac{dr}{r}$$

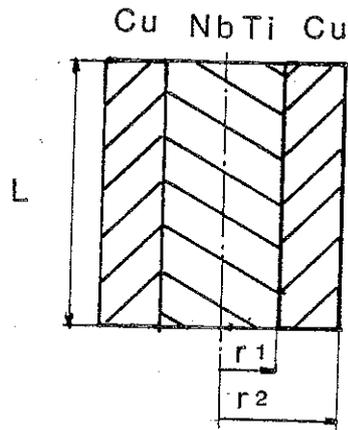


Fig.110

Pour les fils de 0,43 mm de diamètre extérieur, contenant 40 % de NbTi et de 50 cm de long, enroulés dans du plomb-étain dont la résistance est nulle, on trouve que le cuivre introduit entre les âmes supraconductrices une résistance de l'ordre de  $3 \cdot 10^{-11} \Omega$ .

La mesure de la résistance réelle nous montre deux régimes :

- à faible courant et sans champ magnétique, on trouve  $6 \cdot 10^{-11} \Omega$ ,
- à fort courant ou en champ intense, on trouve  $2 \cdot 10^{-9} \Omega$ .

Dans le second cas, le champ ou le courant fait transiter le plomb-étain à l'état normal, et il faut en plus tenir compte de cette nouvelle résistance introduite dans le circuit. Cette dernière valeur est compatible avec celles mesurées par ailleurs dans des conditions telles que le plomb-étain était résistif, par d'autres chercheurs du laboratoire (14).

#### 1.5.2. Contacts magnétoformés

L'étude des contacts magnétoformés a porté sur plusieurs spires bouclées de caractéristiques différentes. On désirait tester l'influence du diamètre du fil, de la nature de l'âme et du tube intérieur du contact, et de l'énergie déchargée dans la bobine de champ pulsé. Les différents contacts sont décrits dans le tableau ci-dessous.

Chaque mesure se déroulait sur une demi-journée. Le signal de la sonde de Hall était typiquement de 200  $\mu\text{V}$ . Compte tenu du bruit et des dérives thermiques, la sensibilité optimale était  $\frac{\Delta V}{V} = 10^{-5}$ . Au cours d'une expérience de  $5 \cdot 10^4$  s, la constante de temps mesurable est de  $5 \cdot 10^9$  s. La self de la bobine étant de  $10^{-7}$  H, notre résolution maximale est de  $2 \cdot 10^{-17} \Omega$ .

Nous n'avons jamais pu mettre en évidence la résistance d'une boucle à contact magnétoformé, la décroissance éventuelle du signal due à la dissipation d'énergie dans le contact étant toujours inférieure au bruit de la mesure. La résistance de chacun des contacts étudiés est donc inférieure à  $2 \cdot 10^{-17} \Omega$ .

	Ame	Tube	Diamètre conducteur (mm)	P soudure (kJ)	I <sub>max</sub> (T=4,2K) A
A	Cu	Cu	0,6	1	800
B	Cu	Cu	0,4	2	375
C	Nb	Nb	0,4	2	240
D	Cu	Cu	0,6	2	660
E	Nb	Nb	0,6	1	730
F	Nb	Nb	0,6	1,5	600
G	Nb	Nb	0,6	2	500
H	Nb	Nb	0,6	4	480
I	Cu	Nb	0,6	2	490
J	Nb	Nb	0,6 + 0,4	2	
Jbis	Nb	Cu	0,6 + 0,4	2	

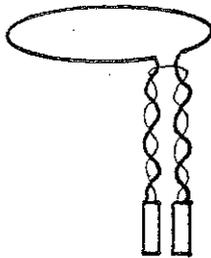


Fig.111

Les contacts J et Jbis ont été réalisés sur une seule spire constituée de deux fils de diamètres différents (fig.11). Cette mesure nous intéressait car une bobine supraconductrice de grande dimension est en général constituée de plusieurs fils qui ne sont pas de même diamètre. Un des fils formait la boucle de mesure, l'autre fil étant bien torsadé. La présence de cette surface

parasite, même réduite, nous empêche d'appliquer les résultats obtenus pour la détermination de la self d'une boucle simple. Cependant, nous n'avons pas pu mettre en évidence de décroissance due à une éventuelle résistance.

En conclusion, quelle que soit la nature de l'âme ou du tube, le diamètre des fils ou l'énergie du champ de magnétoformage, la résistance introduite par le contact n'est pas perceptible avec notre appareil.

Un de nos contacts a été étudié, en ce qui concerne sa structure, au Centre d'essais et de recherches sur les matériaux d'Alsthom Atlantique à Belfort(15). Il a été effectué une coupe de ce contact (fig.13 a et b). On voit à un agrandissement supérieur que les grains observés dans la zone B ne sont pas séparés par des fissures, mais par un film continu d'une phase indéterminée. Il semble donc qu'il y a continuité de la matière entre les filaments internes au contact. Ceci explique la valeur extrêmement faible, si elle existe, de la résistance des contacts magnétoformés.

Il est intéressant également d'étudier la valeur maximale du courant que l'on peut piéger dans les spires. Toutes les valeurs indiquées dans le tableau ont été obtenues dans des conditions identiques à 4,2 K. Cependant il a été possible de piéger des courants plus élevés de quelques pourcents en diminuant beaucoup la vitesse de variation de l'induction.

La comparaison des courants du tableau montre qu'à ce niveau le diamètre des fils est déterminant : les deux valeurs les plus faibles ont été obtenues pour les fils les plus petits. La nature de l'âme ou du tube intérieur n'influe pas sur le maximum du courant : ceci se comprend puisque l'étude de la structure montre un contact continu entre les filaments. On remarque de plus que, toutes choses égales par ailleurs, le courant maximal diminue lorsqu'on augmente l'énergie du champ pulsé. Il est raisonnable de penser que l'élévation de température et les tensions mécaniques induites à l'intérieur du contact au moment de la soudure altèrent les propriétés supraconductrices des filaments, cet effet étant d'autant plus sensible que l'énergie dissipée est plus forte.

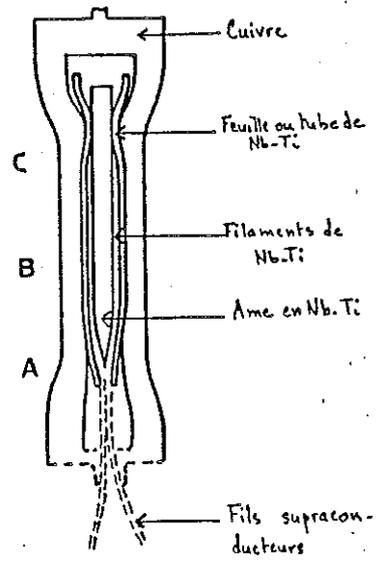
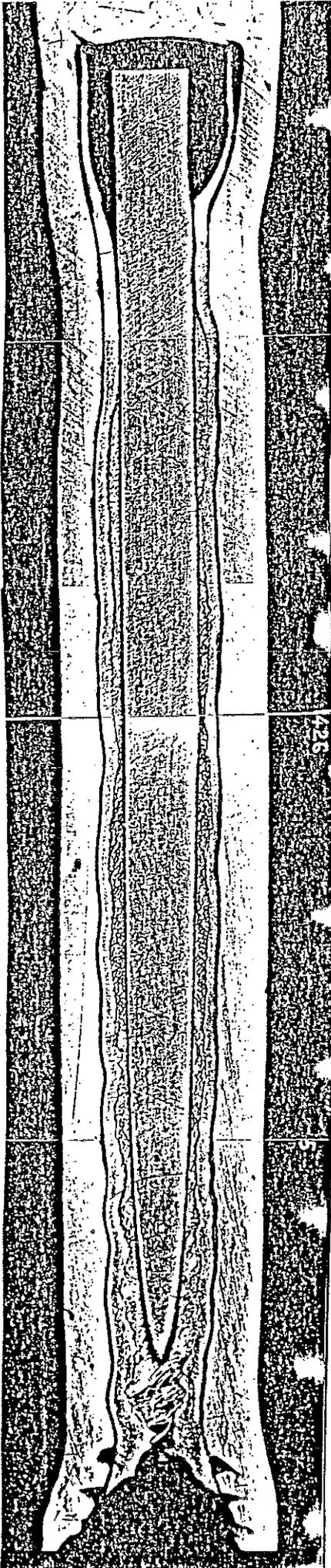
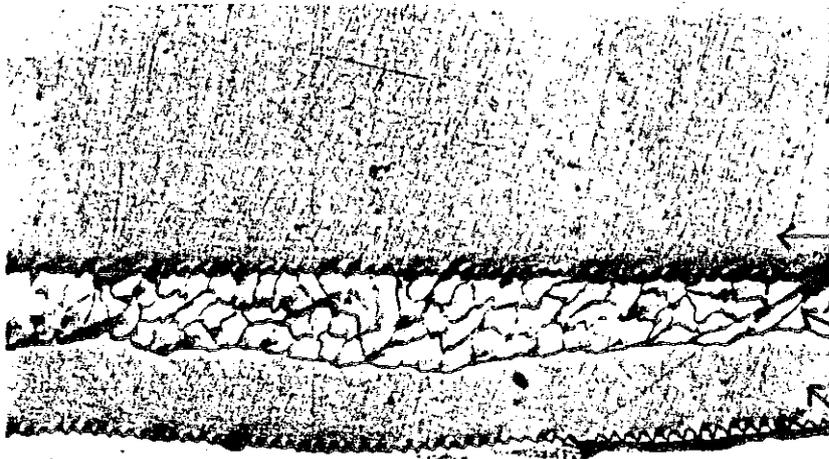


Fig. 113a



Arrivée des deux fils supra-  
conducteurs multifilamentaires  
sur l'âme  
Zone A  
Etat brut de polissage

G = 50 (4431)



Détail de la zone B

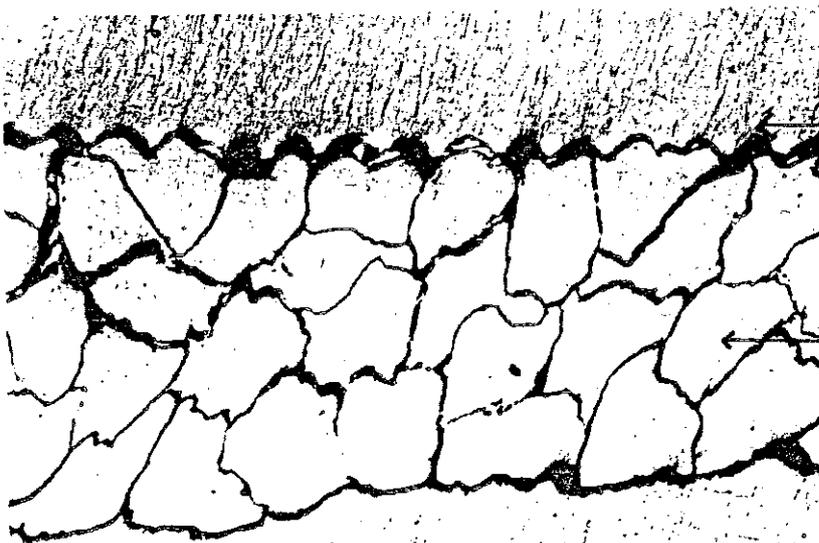
← Ame Nb-Ti

← Filament Nb-Ti

← Tube Nb-Ti

← Cuivre

G = 50 (4432)



← Ame Nb-Ti

← Filaments

← Tube Nb-Ti

G = 200 (4433)

Fig. 113b

### I. 5.3 Mesure en vraie grandeur

Les nouveaux contacts sont prévus pour être réalisés sur une grosse bobine supraconductrice. Il fallait donc étudier leurs performances dans les conditions d'utilisation normales et non plus sur une simple spire.

Notre bobine de champ devant être utilisée dans le magnétomètre est constituée de deux enroulements superposés concentriques de fils multifilamentaires de NbTi à matrice de cuivre de diamètres différents (0,6 mm pour l'intérieur, 0,4 pour l'extérieur). La bobine est bouclée par un fil monofilamentaire de NbTi, à matrice de cupronickel, très court, servant de court-circuit. Trois contacts sont donc nécessaires pour réaliser le circuit.

La bobine était initialement montée avec des contacts ordinaires. La mesure du champ magnétique au centre indiquait une variation relative  $\frac{\Delta H}{H}$  de  $5 \cdot 10^{-4}$  sur la journée. La self-inductance de la bobine étant de 9,84 H, on trouve que la résistance totale de la bobine est de l'ordre de  $5 \cdot 10^{-8} \Omega$ , ce qui est conforme à ce que l'on sait des contacts classiques.

Il est à noter que l'on retrouve évidemment le phénomène du flux creep. Avec un courant piégé initial de 40 A, si l'on n'étudie que la décroissance liée au flux creep, on constate dans les 10 premières minutes une résistance apparente de  $5 \cdot 10^{-7} \Omega$ , soit dix fois plus que la résistance réelle. Au bout de 60 minutes, la résistance apparente est de l'ordre de  $10^{-7} \Omega$ , et il faut attendre trois heures pour qu'elle soit du même ordre de grandeur que la résistance réelle. Au bout de quatre heures, on trouve encore  $2,5 \cdot 10^{-8} \Omega$ , ce qui n'est pas négligeable, devant les  $5 \cdot 10^{-8} \Omega$  des contacts. Même avec des contacts ordinaires, il peut donc être utile de supprimer le flux-creep après avoir piégé le champ.

Après avoir remplacé les contacts ordinaires par des nouveaux contacts, et éliminé le flux-creep, nous n'avons plus pu mettre en évidence une

décroissance du courant dans la bobine, la stabilité du champ piégé était donc meilleure que  $5 \cdot 10^{-6}$  sur 24 heures (maximum de la sensibilité de notre appareillage). Le calcul nous donne une variation relative  $dH/H$  inférieure à  $10^{-13}$  par jour.

#### I.6 - CONCLUSIONS

L'utilisation des contacts magnétoformés et de l'injection de courant alternatif d'amplitude décroissante après avoir piégé le champ magnétique permet d'obtenir avec une bobine supraconductrice une stabilité du champ magnétique qui, à notre connaissance, n'a jamais été atteinte jusqu'à présent. Si on veut travailler à champ fixe, comme ce sera le cas en général, on pourra considérer que notre champ magnétique est absolument constant au cours de nos mesures même pour des expériences se poursuivant sur plusieurs jours.

C H A P I T R E   I I

---

LE CRYOSTAT

## II. 1 - DEFINITION DES BUTS A ATTEINDRE

Nous avons réalisé un cryostat permettant de faire des mesures entre 1 K et 300 K. Nous avons défini plusieurs critères de qualité que nous estimons essentiels :

- le temps de refroidissement ou de réchauffage de l'appareil doit être court afin de permettre une mise en oeuvre rapide,
- la régulation de la température de l'échantillon doit être précise et les constantes de temps thermiques très faibles même à haute température,
- la mise en place de l'échantillon doit se faire très facilement et très rapidement, notamment sans être obligé de réchauffer tout le cryostat,
- les pertes propres du cryostat doivent être suffisamment faibles pour autoriser une autonomie de plusieurs jours sans siphonnage d'hélium liquide.

Ce cahier des charges assez contraignant que nous nous sommes fixés au départ a pu être réalisé en utilisant et en améliorant les techniques cryogéniques maîtrisées au laboratoire.

## II. 2 LE CRYOSTAT

Nous présentons sur la figure II.1 une vue d'ensemble du cryostat et de son environnement.

L'ensemble est monté sur des amortisseurs à air comprimé permettant de couper les fréquences de vibration du sol qui pourraient gêner les mesures.

### II. 2.1 L'enceinte d'azote

L'enceinte d'azote liquide entoure complètement le vase d'hélium

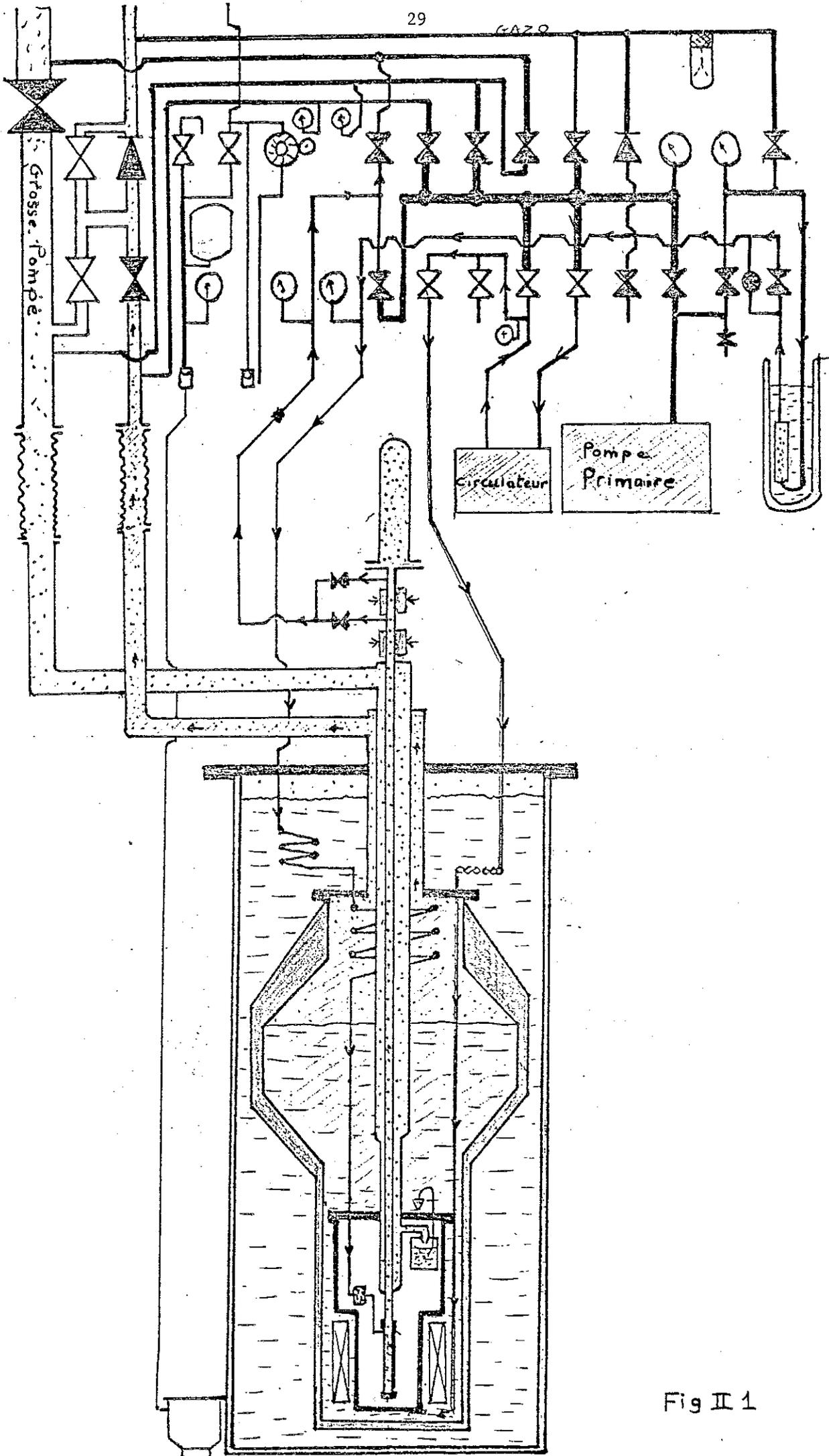


Fig II 1

liquide ce qui limite au maximum les pertes de ce dernier. Cela permet de plus de refroidir les différents fils et tubes qui pénètrent dans le cryostat, et notamment les fils de descente de courant de la bobine supraconductrice qui occasionnent ordinairement un apport important de calories dans l'hélium liquide.

L'enceinte d'azote liquide est étanche, mis à part les tubes de remplissage et d'évacuation des vapeurs, ce qui permet de la vider lorsqu'on veut réchauffer très rapidement le montage en envoyant de l'air comprimé au-dessus du liquide et en récupérant ce dernier par le tube de remplissage.

Nous remarquons deux serpentins plongés dans l'azote liquide qui constituent des échangeurs à 77 K.

Le premier est destiné à refroidir l'intérieur du vase d'hélium. En effet, l'isolement thermique entre ce dernier et l'enceinte extérieure étant très bon, le temps de refroidissement et de réchauffage de l'intérieur du cryostat serait extrêmement long si on ne comptait que sur le rayonnement et la conduction thermique des matériaux. En faisant circuler de l'hélium gazeux dans ce circuit qui débouche sous la bobine supraconductrice qui possède une très grande capacité calorifique, on peut refroidir rapidement le vase. Après avoir enlevé l'azote liquide, nous pouvons envoyer du gaz chaud pour réchauffer le cryostat.

L'autre serpentín débouche dans le tube central du calorimètre ce qui nous permet de travailler à haute température, comme on le verra plus loin.

## II. 2.2 L'enceinte d'hélium

Ella a une très grande capacité, 40 l d'hélium liquide, ce qui, compte tenu de son excellent isolement, nous permet une très longue autonomie,

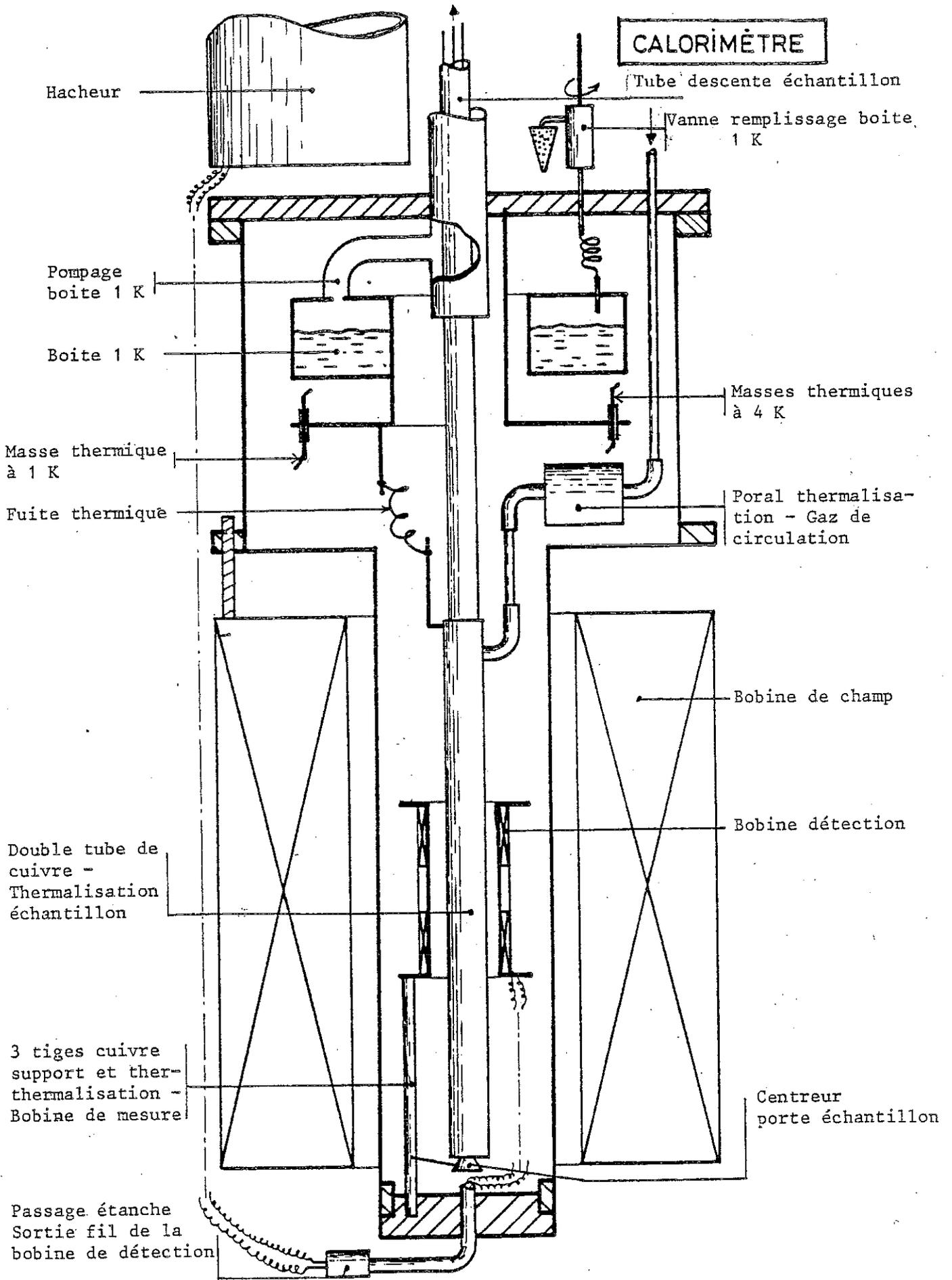


Fig II 2

de l'ordre de la semaine. Elle comporte plusieurs écrans qui éliminent le rayonnement thermique vu par la surface du liquide et qui nous servent à thermaliser les fils de descente du courant de la bobine supraconductrice. Cette thermalisation sur les écrans ainsi que le bon choix des diamètres et des longueurs des fils résoud en grande partie le problème de la consommation d'hélium due aux fils d'alimentation.

### II. 2.3 Le calorimètre

La figure II.2 représente une coupe du calorimètre.

Il est constitué d'une enceinte en inox, et il supporte la bobine supraconductrice et la bobine de détection.

#### a) La boîte à 1 K

C'est une enceinte en cuivre de  $70 \text{ cm}^3$  que l'on peut alimenter en hélium liquide à 4 K par un tube fermé par une microvanne. On peut pomper sur cette boîte et abaisser ainsi sa température jusqu'à 1 K. Un capillaire placé entre le bain d'hélium et la boîte à 1 K permet une alimentation permanente de cette dernière.

#### b) Les masses thermiques

Nous disposons de deux platines en cuivre en contact thermique, l'une avec le bain à 4 K, l'autre avec la boîte à 1 K.

Chacune de ces platines porte 25 masses thermiques qui ont été réalisées en enserrant un fil de cuivre recouvert d'un isolant électrique dans un tube de cuivre écrasé et soudé ensuite sur les platines. Nous avons ainsi un très bon contact thermique et une parfaite isolation électrique. Nous pouvons donc thermaliser les fils des thermomètres et des résistances de chauffage placés à l'intérieur du calorimètre.

#### c) Le tube central

Au centre du calorimètre se trouve un tube qui remonte jusqu'au sommet du cryostat (fig. II.3).

# PORTE ÉCHANTILLON

partie à l'ambiante

partie froide

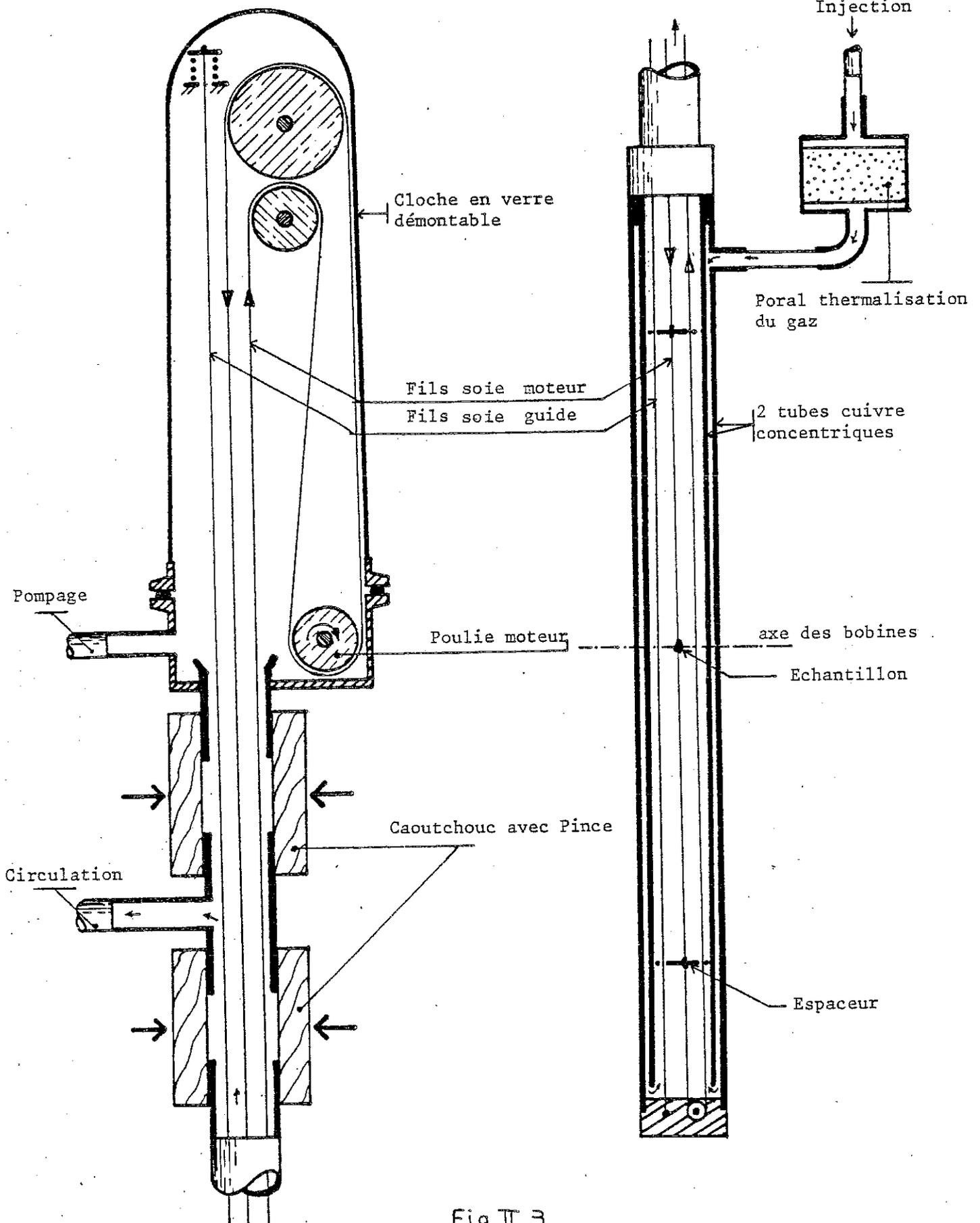


Fig II 3

La partie inférieure est constituée en fait de deux tubes concentriques étroitement accolés. La paroi extérieure du tube interne comporte des cannelures verticales sur toute sa longueur. On peut faire entrer au sommet du tube extérieur de l'hélium gazeux dont la température a été réglée dans le poral (cuivre fritté), qui descend entre les deux tubes et qui remonte par le tube central. Ceci permet un meilleur échange thermique entre le gaz et les tubes.

Le tube central est relié à la boîte à 1 K par une fuite thermique constituée d'un fil de cuivre de 40 mm de long et de 1,4 mm de diamètre. Il est doté également de deux thermomètres et d'une résistance de chauffage.

De la même façon, nous avons soudé deux thermomètres et une résistance de chauffage sur le poral.

#### d) La bobine de mesure

Elle doit être placée très près de l'échantillon, rester supraconductrice et être parfaitement immobile par rapport à la bobine de champ. De plus, nous ne voulions pas la placer dans l'hélium afin d'éviter qu'elle subisse les mouvements du liquide. Nous l'avons installée à l'intérieur du calorimètre sur un mandrin relié à l'enceinte du calorimètre par trois tiges de cuivre de diamètre 4 mm, afin d'évacuer l'énergie qu'elle reçoit par rayonnement du tube central. Nous avons doré le tube, le mandrin et les tiges pour diminuer les échanges thermiques par rayonnement. Les tiges étant rigides, la bobine est parfaitement immobile par rapport au calorimètre, et, par suite, par rapport à la bobine de champ.

## II. 3 - LE SYSTEME DE DEPLACEMENT DE L'ECHANTILLON

### II. 3.1 Description

Le porte-échantillon est schématisé sur la figure 13. Chacun des fils

est en soie. On fixe l'échantillon sur le fil central que l'on peut faire descendre ou monter. Ce moyen nous permet d'amener l'échantillon au centre de la bobine de mesure ou de l'en retirer, et aussi de le déplacer pour réaliser l'extraction nécessaire à la mesure de l'aimantation. De part et d'autre de l'échantillon sont fixés deux espaceurs qui coulissent le long des deux fils extérieurs. Ils sont là pour éviter les vibrations du fil porte-échantillon.

### II. 3.2 Echange des échantillons

On remarque qu'à la sortie du cryostat le tube central est discontinu, il est muni de deux caoutchoucs que l'on peut écraser à l'aide de pinces à vide.

Au cours des mesures les tubes en caoutchouc sont ouverts pour laisser le fil mobile se déplacer librement. Une cloche en verre recouvre le tube et le système d'entraînement dont un axe est relié à un moteur extérieur par un passage étanche à ferrofluide.

Pour changer d'échantillon, après l'avoir remonté au niveau de la cloche en verre, on écrase les deux caoutchoucs. On peut alors retirer la cloche et procéder à l'échange des échantillons.

Cependant, la présence des fils de soie empêche les caoutchoucs d'être tout à fait étanches, et pour éviter que de l'air entre dans le tube central, on y maintient une petite pression d'hélium et on pompe en permanence sur l'espace situé entre les deux caoutchoucs. Il suffit ensuite de replacer la cloche en verre et de pomper l'air qu'elle contient pour pouvoir redescendre l'échantillon.

Toute cette opération se réalise en quelques minutes, beaucoup plus rapidement que sur les autres magnétomètres du laboratoire.

### II. 4 - LE TABLEAU DE VANNES

Nous pouvons voir sur la figure II.1 l'ensemble des circuits dont nous avons besoin pour utiliser notre cryostat. Il s'agit :

- d'un système de pompage pour abaisser la température de la boîte à 1 K, et éventuellement du bain à 4 K, si besoin est,
- d'un circuit muni d'un filtre à huile suivi d'un filtre à charbon actif plongé dans l'azote liquide permettant d'envoyer de l'hélium gazeux très pur dans le tube central via l'échangeur,
- d'une pompe primaire pour faire le vide dans les différentes enceintes,
- d'une installation d'air comprimé.

## II. 5 - ESSAIS ET PERFORMANCES DU CRYOSTAT

### II. 5.1 Mise en froid du cryostat

On remplit tout d'abord le vase d'azote avec environ 100 l d'azote liquide et on met en route la circulation d'hélium gazeux dans le circuit de pré-refroidissement. 60 l d'azote sont nécessaires au refroidissement du cryostat. Lorsque ce dernier est à 77 K, on procède au siphonage de l'hélium liquide. Enfin, on pompe sur la boîte à 1 K pour abaisser sa température. En partant du cryostat à température ambiante, il nous faut environ 6 heures pour amener le porte-échantillon à 1 K.

### II. 5.2 Consommation d'hélium

#### a) Pertes propres du vase

Nous avons fait une première mesure des pertes du cryostat avant de mettre en place les fils de mesure et d'alimentation de la bobine supraconductrice. Les pertes, mesurées par le débit des vapeurs d'hélium sortant du cryostat, correspondent à 0,12 l/h d'hélium liquide soit une puissance dissipée de 86 mW.

#### b) Optimisation des fils d'alimentation de la bobine supraconductrice

Ces fils d'alimentation doivent permettre le passage d'un courant maximum de 100 A. Ceci conduit à utiliser des fils de cuivre de section importante. L'énergie supplémentaire qu'ils apportent dans le bain est donc importante et il faut optimiser leur longueur et leur diamètre pour minimiser cette puissance parasite (16). Nous devons trouver un compromis entre deux extrêmes :

- des fils très longs et de section faible apportent peu de puissance parasite continue mais provoquent une grande consommation d'hélium liquide dès qu'ils sont parcourus par un courant car leur résistance électrique est importante.

- des fils très courts et de grande section transportent des courants élevés sans dissipation notable d'énergie mais ils constituent un apport permanent de calories important.

Nous avons des exemples au laboratoire de calculs faits pour optimiser des fils d'alimentation dans lesquels circule un courant en permanence(17). L'optimisation, réalisée pour un courant nominal, donne dans le meilleur des cas une puissance dissipée  $P \approx 1,8 \text{ mW/A}$  pour ce courant. Cette puissance est divisée par 2 lorsque le courant est nul. Pour un courant nominal de 70 A, les puissances dissipées sont 126 mW lorsque le courant circule et 63 mW à courant nul, ce qui correspond à des consommations d'hélium de 0,18 l/h et 0,09 l/h respectivement.

Notre problème est très différent car nous voyons deux avantages à notre montage. D'une part, nos fils d'alimentation passent dans le bain d'azote et ils entrent dans le cryostat à 77 K et non pas à la température ambiante. D'autre part, notre bobine est en général en mode court-circuité, donc le courant ne passe que quelques minutes dans les fils, le temps de monter ou de descendre le champ magnétique.

Un fil de descente de courant est constitué de plusieurs morceaux connectés au niveau des écrans thermiques de l'enceinte d'hélium. Nous avons installé des sections et des longueurs de fil différentes entre chaque écran et entre le dernier écran et la bobine supraconductrice afin de bénéficier des variations de conduction thermique et électrique du cuivre avec la température. Cette dernière dépend des échanges thermiques entre les fils et, d'une part les écrans, d'autre part les vapeurs d'hélium.

Sans faire des mesures, nous ne pouvons déterminer exactement la température des écrans à cause de la complexité du calcul qui tient compte notamment de l'échange thermique entre les écrans et les vapeurs d'hélium dont le flux varie avec la puissance dissipée dans le liquide. Cela nous empêche de faire un calcul précis des longueurs et des diamètres adéquats. Nous avons donc déterminé une valeur approximative de ces paramètres et nous avons fait un essai en mesurant la température des écrans et la consommation d'hélium

liquide pour différents courants parcourant les fils. Ensuite, nous avons procédé par approximations successives en recommençant cette expérience après avoir modifié les paramètres.

Après quelques essais, nous sommes arrivés à un compromis acceptable. A courant nul, la consommation d'hélium est de 0,15 l/h, ce qui est à peine supérieur aux pertes propres du vase (+ 0,03 l/h). La consommation est de 2,5 l/h lorsqu'on fait circuler 70 A dans les fils, ce qui est acceptable puisque ce courant ne sera maintenu que quelques minutes.

Il est intéressant de comparer les pertes dues aux fils d'alimentation dans notre cas à ce qu'elles seraient si nous avions adopté les calculs d'optimisation présentés plus haut. Considérons une expérience sur une journée au cours de laquelle on fait circuler 70 A pendant 10 minutes, temps nécessaire pour piéger un tel courant dans notre bobine. Dans notre cas, la consommation d'hélium due aux fils sera de  $0,03 \times 24 + 2,4 \times \frac{10}{60} = 2,19$  l. Nos essais nous ont donc permis de diviser par 2 les pertes d'hélium dues aux fils d'alimentation.

## II. 5.3 Thermalisation de l'échantillon

### a) Mesure des températures

Nous utilisons pour mesurer la température des résistances de carbone entre 1 K et 30 K et des résistances de platine entre 20 K et 300 K. La valeur des thermomètres est mesurée à l'aide d'un "pont 3 fils" et d'un "pont 4 fils".

### b) Le "pont 3 fils"

Ce type d'appareil fonctionne sur le principe du pont de Wheastone. La mesure est effectuée en alternatif afin de s'affranchir des parasites et des composantes continues dues aux forces électromotrices d'origine thermo-électriques. Le signal est analysé à l'aide d'une détection synchrone calée à la fréquence du signal d'excitation.

### c) Le "pont 4 fils"

Nous avons déjà vu son principe au paragraphe I.4.2. Nous utilisons deux têtes de pont différentes, l'une basse impédance permettant de mesurer des résistances de  $10^{-4} \Omega$  à  $10^3 \Omega$  avec une précision de  $2 \cdot 10^{-4}$ , l'autre

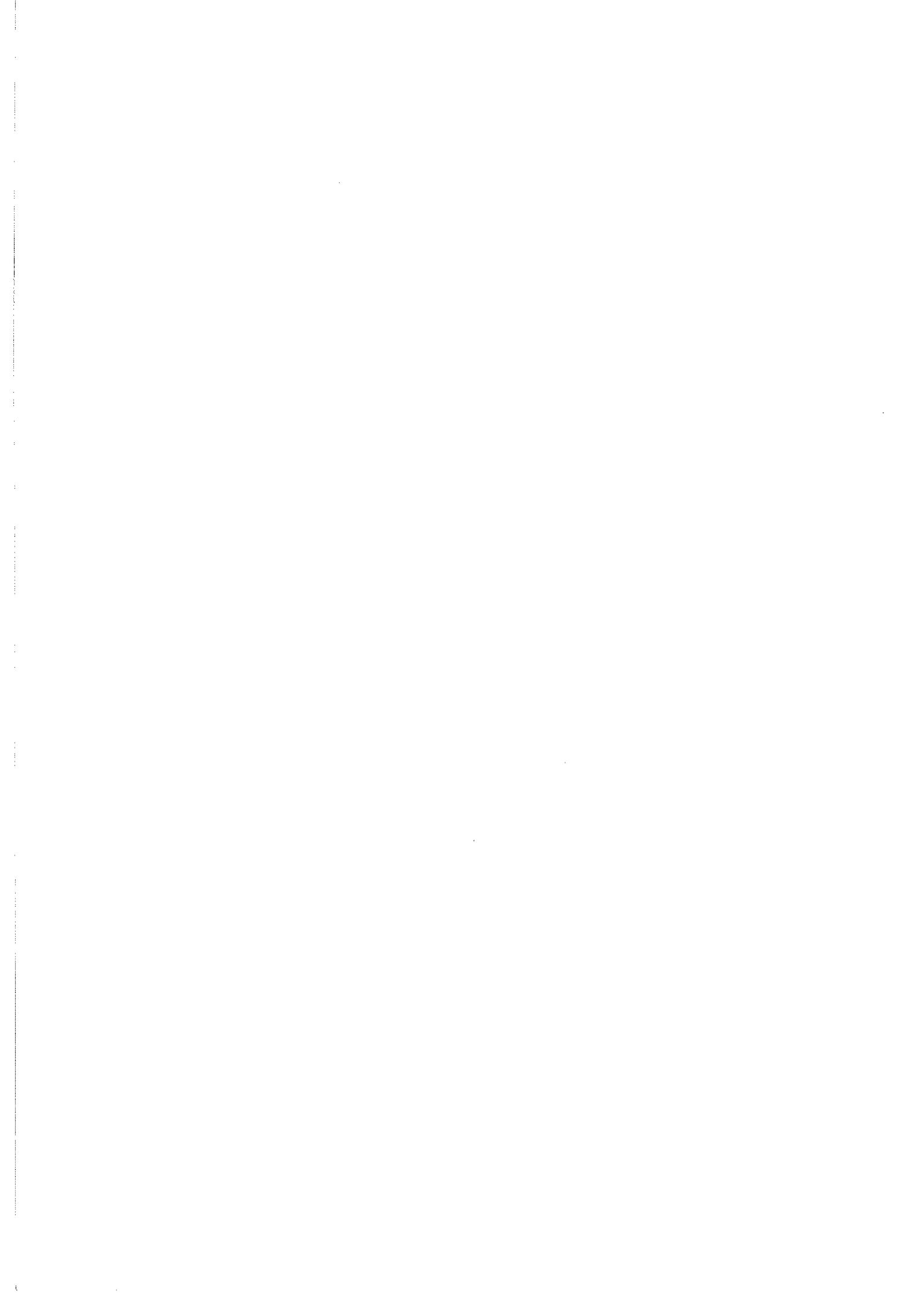
haute impédance pour des résistances de moins d'un ohm jusqu'au mégohm avec la même précision. Ce pont est muni d'une régulation P.I.D. (proportionnel, intégrale, dérivée) permettant de réguler la température de l'échantillon via les résistances de chauffage du calorimètre.

#### II. 5.4 Temps de régulation

Nous avons envisagé de travailler avec une petite pression de gaz d'hélium dans le tube central à basse température, et en faisant circuler un courant d'hélium à plus haute température. A basse température, les constantes de temps thermiques sont très courtes; nous obtenons une bonne stabilité de la température en quelques dizaines de secondes. A haute température, les temps de stabilisation s'allongent. Il est pratique de travailler sans circulation d'hélium gazeux si on réchauffe l'échantillon. En partant de 4 K, on obtient une bonne stabilité de température à 300 K en moins de 15 minutes. En revanche, pour refroidir l'échantillon, il est nécessaire alors d'utiliser la circulation de gaz thermalisé.

#### II. 5.5 Homogénéité de la température

Afin de nous assurer de l'homogénéité de la température dans la zone d'extraction de l'échantillon, nous avons installé une résistance de platine sur le porte-échantillon et nous l'avons déplacée dans le tube central. Cela nous a permis de mesurer la température sur les 3 cm de la longueur d'extraction. A basse température, nous n'avons pas pu mettre en évidence de gradient sur cette longueur. A la température ambiante, nous avons mesuré une variation de température inférieure à 0,3 K, ce qui nous donne une température constante à  $10^{-3}$  près sur la longueur d'extraction.



CHAPITRE III

---

LE DETECTEUR



### III. 1 - INTRODUCTION

Toutes les méthodes de mesure directe de l'aimantation consistent à intégrer une variation de flux créée par l'échantillon dans une bobine de détection. Il existe plusieurs techniques différentes (18,19) mais les appareils qui offrent le plus de sensibilité et le plus de reproductibilité utilisent la méthode d'extraction d'un échantillon entre deux enroulements montés en série-opposition comme expliqué ci-après (19,20).

### III. 2 - LA METHODE D'EXTRACTION

Considérons un échantillon de moment magnétique  $M$  que l'on va représenter par une boucle circulaire plane de surface  $s$  parcourue par un courant  $i$  telle que  $M = s.i$ .

On place cette boucle au centre d'une bobine créant une induction  $B$  lorsqu'elle est parcourue par un courant  $I$ . Le flux créé à travers la boucle par la bobine est  $\phi = Bs = \mathcal{M}I$  si  $\mathcal{M}$  est la mutuelle inductance existant entre la bobine et la spire. On en déduit  $\mathcal{M} = \frac{B}{I} s$ . D'autre part, le flux créé par la boucle à travers la bobine est :

$$\phi = \mathcal{M}i = \frac{B}{I} s.i \quad \text{d'où } \phi = \frac{B}{I} M$$

La bobine de mesure est en fait constituée de deux enroulements montés en série opposition. Lorsqu'un courant  $I$  circule dans cette bobine, l'induction vaut  $B$  au centre du premier enroulement et  $-B$  dans l'autre.

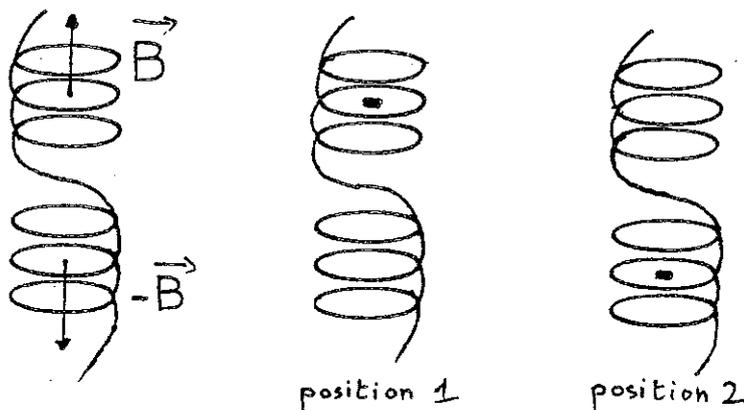


Fig III 1

L'échantillon passe de l'un à l'autre, il voit une variation d'induction  $B - (-B) = 2B$  (fig. III.1). La variation induite pendant le déplacement est  $\Delta\phi = 2 \frac{B}{l} M$ .

Il faut ensuite mesurer cette variation de flux proportionnelle à l'aimantation. Le fait que la bobine de détection soit constituée de deux enroulements en série opposition ne sert pas uniquement à doubler le signal par rapport à un enroulement unique. Cela permet également de s'affranchir en grande partie des signaux parasites créés par une éventuelle variation du champ magnétique vu par la bobine de détection. En effet, au cours d'une variation  $\Delta H$  du champ appliqué, le premier enroulement voit une variation de flux  $\Delta\phi_1 = \alpha_1 \Delta H$ , le deuxième voit  $\Delta\phi_2 = \alpha_2 \Delta H$ . La variation de flux totale induite dans la bobine est  $\Delta\phi = \Delta\phi_1 - \Delta\phi_2 = (\alpha_1 - \alpha_2) \Delta H$ . Si  $\alpha_1 \approx \alpha_2$ , alors  $\Delta\phi \approx 0$  pour tout  $\Delta H$ . On réalise cette condition en compensant la bobine, c'est-à-dire en rendant les surfaces des enroulements égales.

### III. 3 - METHODE DE MESURE DE LA VARIATION DE FLUX

Pour mesurer la variation de flux, on peut soit utiliser un transformateur de flux qui couple la bobine de détection à un SQUID(21,22), soit mesurer la tension qui apparaît aux bornes de la bobine au cours de la variation de flux et l'intégrer pendant le temps de l'extraction.

Le SQUID commence à être très bien connu comme instrument de mesure d'aimantation et ses performances restent inégalées par toutes les autres méthodes employées jusqu'à présent. Cependant, un femtovoltmètre à hacheur supraconducteur a été développé au laboratoire (6) dont l'excellente sensibilité, de l'ordre de  $10^{-15}$  V, autorise de très bonnes performances par une mesure de tension aux bornes de la bobine de détection. Nous avons donc mené la construction de notre magnétomètre de telle façon qu'il soit possible d'utiliser indifféremment un SQUID ou un hacheur supraconducteur ce qui va nous permettre de comparer leurs possibilités respectives : nous pourrons donc choisir le détecteur qui nous conviendra le mieux.

Le SQUID présente d'excellentes performances dans le domaine des mesures d'aimantation. Cependant, nous voyons deux avantages principaux à l'utilisation du hacheur supraconducteur :

- nous ne sommes pas limités par la self-inductance de la bobine de détection. Dans les montages utilisant un SQUID, l'adaptation d'impédance entre le détecteur et la bobine de mesure impose à cette dernière d'avoir une self de l'ordre du  $\mu\text{H}$ , donc de n'avoir qu'une dizaine de spires. Elle peut en avoir plusieurs centaines ou plusieurs milliers dans le cas du hacheur supraconducteur : les variations de flux au cours de l'extraction sont beaucoup plus grandes et la bobine pourra être beaucoup mieux compensée (comme on ne peut pas réaliser une fraction de spire, la compensation se fait au mieux à une demi-spire près par excès ou par défaut : ceci est beaucoup plus gênant lorsque l'enroulement initial a 10 spires que lorsqu'il en a 1000).

- le femtovoltmètre a été développé au laboratoire et nous préférons utiliser une technique que nous maîtrisons parfaitement ce qui évite une dépendance technologique et facilite la maintenance.

Pour que les mesures donnent des résultats reproductibles, il est essentiel que la variation de flux prise en compte soit exactement celle existant entre les centres de chacun des enroulements. Habituellement, l'extraction se réalise exactement entre ces deux points et l'intégrateur donne directement la valeur de la variation de flux. Pour que cela soit possible, il est nécessaire, au début de l'expérience, de "centrer" l'échantillon, c'est-à-dire de le placer exactement au centre de l'un des enroulements. Cette opération doit être faite avec beaucoup de soin et elle est fastidieuse.

Pour nous affranchir de ce problème, nous faisons l'extraction entre les abscisses  $x_1$  et  $x_2$  situées de part et d'autre de la bobine de mesure. Sur la figure III.2, nous avons représenté le flux  $\phi$  créé à travers la bobine par l'échantillon en fonction de sa position  $x$ .  $e$  est la tension

+

-

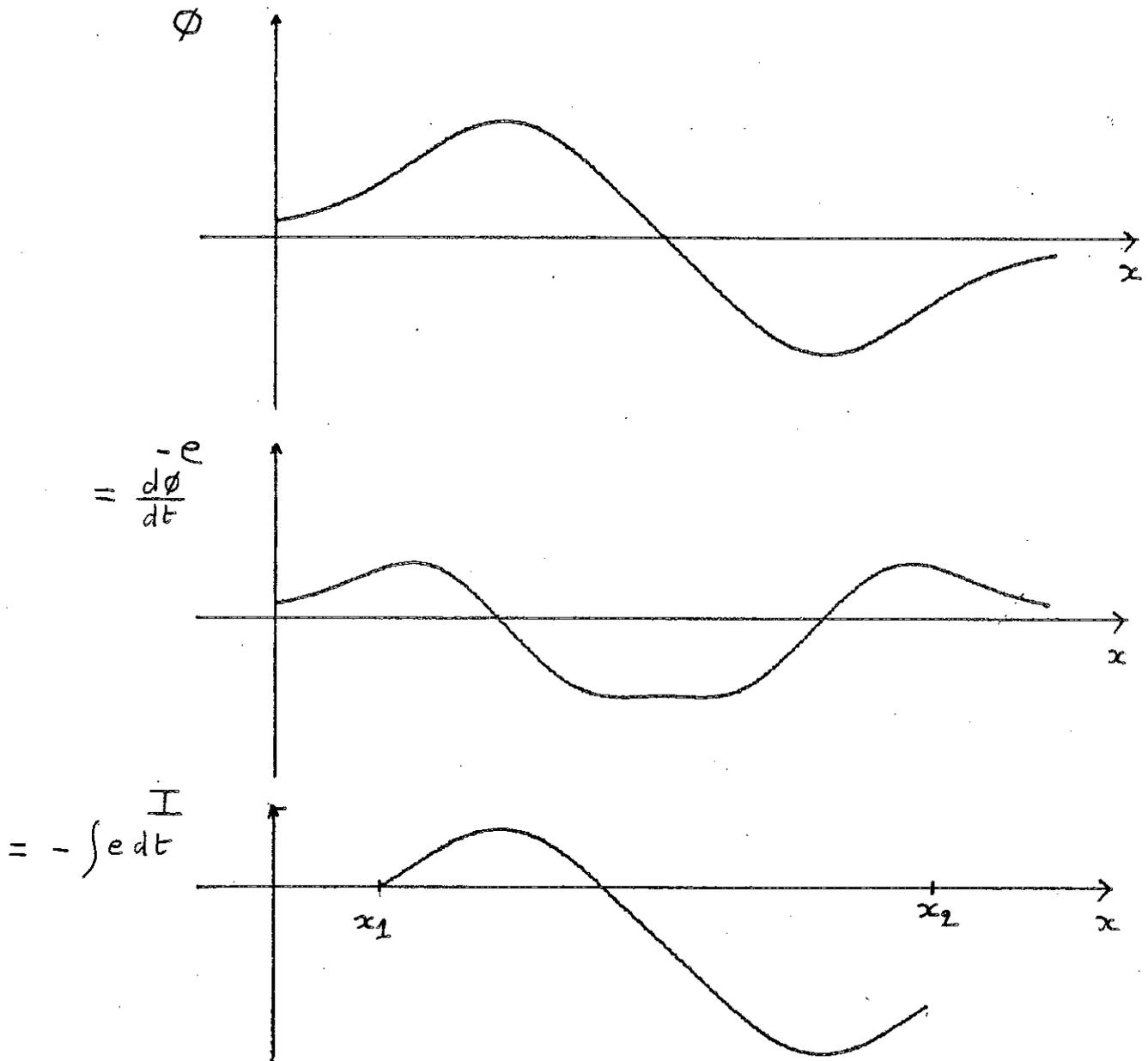


Fig III 2

qui apparaît aux bornes de la bobine au cours de l'extraction.  $I$  est le signal à la sortie de l'intégrateur lorsqu'on part de l'abscisse  $x_1$ . On remarque que  $I$  passe par deux extremums qui coïncident avec les centres des enroulements. A l'aide d'un voltmètre électronique détecteur de crêtes, on peut repérer ces extremums et ne tenir compte que de la différence  $I_{\max} - I_{\min}$  qui représente bien la variation de flux entre les centres des bobines.

### III. 4 - LE HACHEUR SUPRACONDUCTEUR

#### III. 4.1 Introduction

Ce dispositif original de mesure de tensions continues a fait l'objet du travail de thèse Docteur-Ingénieur de Yong N.G. TONG (6) au laboratoire. Son mémoire donne toutes les explications nécessaires à la compréhension et à l'adaptation du système de mesure.

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

Il est donc très intéressant de hacher les signaux continus.

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

A l'aide d'un tel dispositif, on a pu obtenir une sensibilité de quelques  $10^{-15}$  V.

### III. 4.2 Description du hacheur

Le hacheur est donc du type supraconducteur. Il est composé de quatre éléments supraconducteurs disposés en pont (fig. III.3).

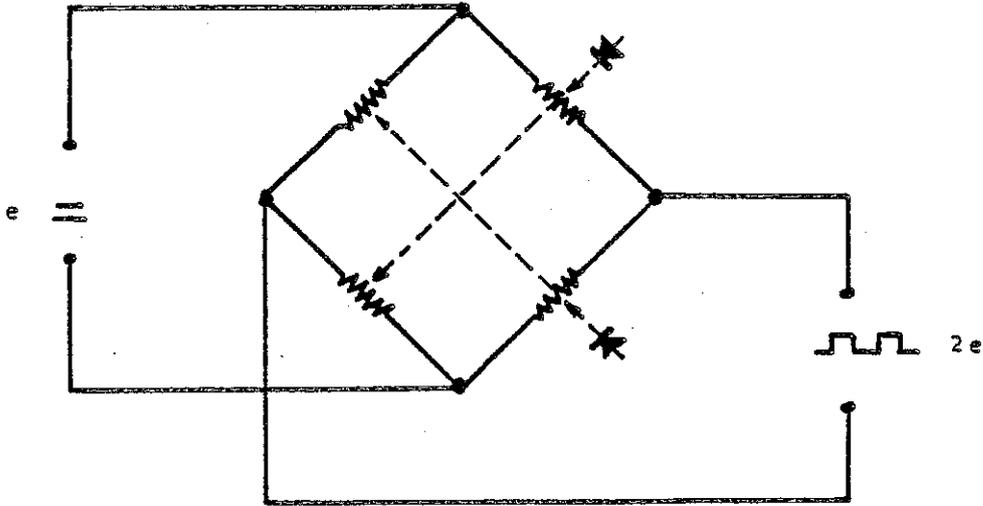
A l'état normal, la résistance des branches est très élevée. Le passage de l'état supraconducteur à l'état normal se fait par chauffage, à l'aide d'ondes électromagnétiques, produites alternativement par deux diodes électroluminescentes, éclairant chacune deux branches opposées du pont.

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

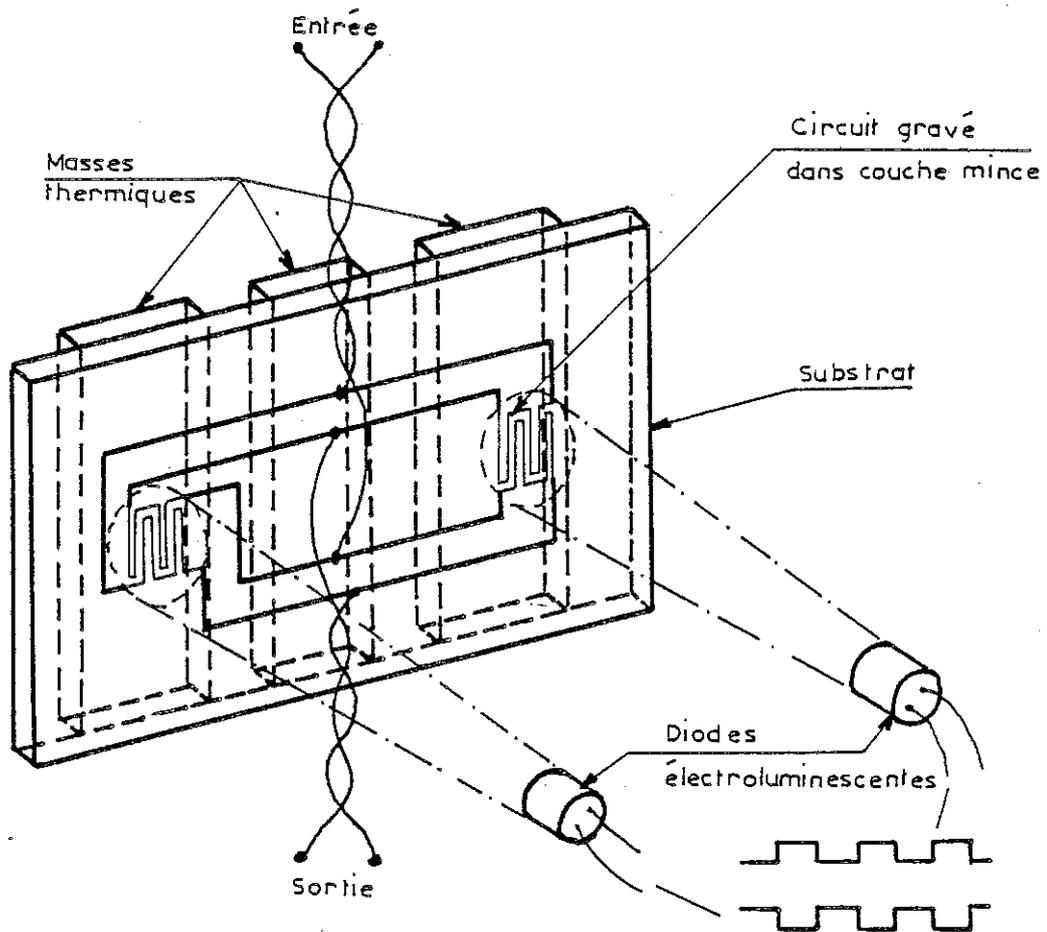
Nous pouvons résumer les avantages de ce hacheur :

- le bruit du hacheur est faible,
- la commutation du signal est doublée (montage en pont). Il n'y a donc pas de composante continue,
- la vitesse de commutation est très élevée, car la couche a une faible capacité thermique,
- il n'y a pas de couplage entre le circuit de commande et le circuit de mesure.

Le schéma synoptique du circuit de mesure est représenté sur la figure III.5. La tension continue est hachée puis amplifiée à l'aide d'un transformateur ayant un rapport de transformation élevé. Ce rapport permet l'adaptation d'impédance avec la source. A la sortie du cryostat, un



FigIII.3: Principe du hacheur



FigIII.4: Circuit du hacheur

préamplificateur élève le niveau du signal. Nous trouvons ensuite une détection synchrone calée sur la fréquence de commutation des diodes électroluminescentes. Ensuite, le circuit comprend un étage intégrateur et un système automatique de compensation de dérive. Juste avant l'extraction, ce système mesure l'éventuelle dérive de l'intégrateur et il l'annule pendant l'intégration. Un système de contre-réaction injecte un courant dans une mutuelle incluse dans le circuit du hacheur ce qui permet au hacheur de travailler en détecteur de zéro et de s'affranchir des variations du gain de l'amplificateur.

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

La partie basse température du hacheur est représentée à la figure III.6. Nous y retrouvons tous les éléments décrits plus haut :

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

Le transformateur doit avoir une impédance élevée à la résonance ( $> 30 \text{ M}\Omega$ ) avec une perméabilité aussi grande que possible. Différents noyaux ont été essayés et celui qui a été retenu est fabriqué par la Vacuumschmelze (23). L'alliage qui constitue le tore s'appelle Cryoperm 10. Le secondaire est constitué de 25 000 spires, le nombre de spires du primaire est à adapter en fonction de l'impédance de source.

Les diodes électroluminescentes doivent fonctionner dans l'hélium liquide. Elles doivent donc supporter les cyclages thermiques. D'autre part, il faut qu'elles aient un rendement aussi élevé que possible. Le choix s'est porté sur des diodes émettant dans l'infrarouge ( $\lambda = 940 \text{ nm}$ ). Celles qui ont été retenues portent la référence ASEA-HAFO 1A83. L'onde électromagné-

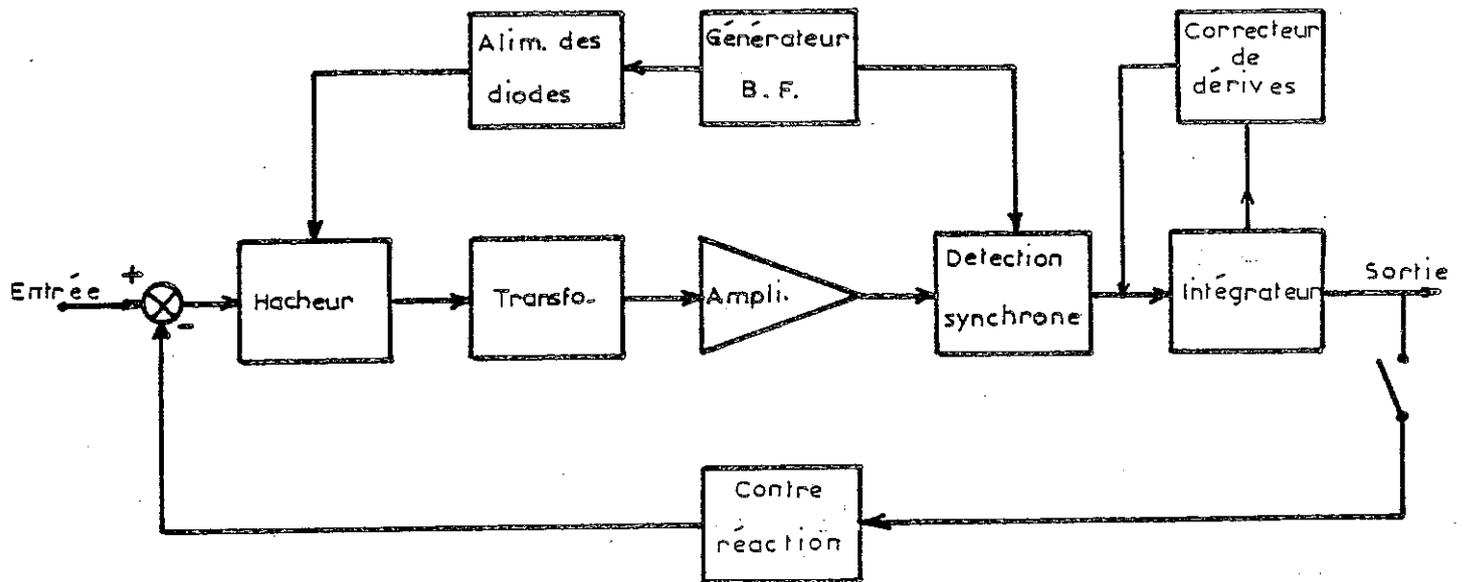


Fig III.5: Schéma synoptique du Picovoltmètre

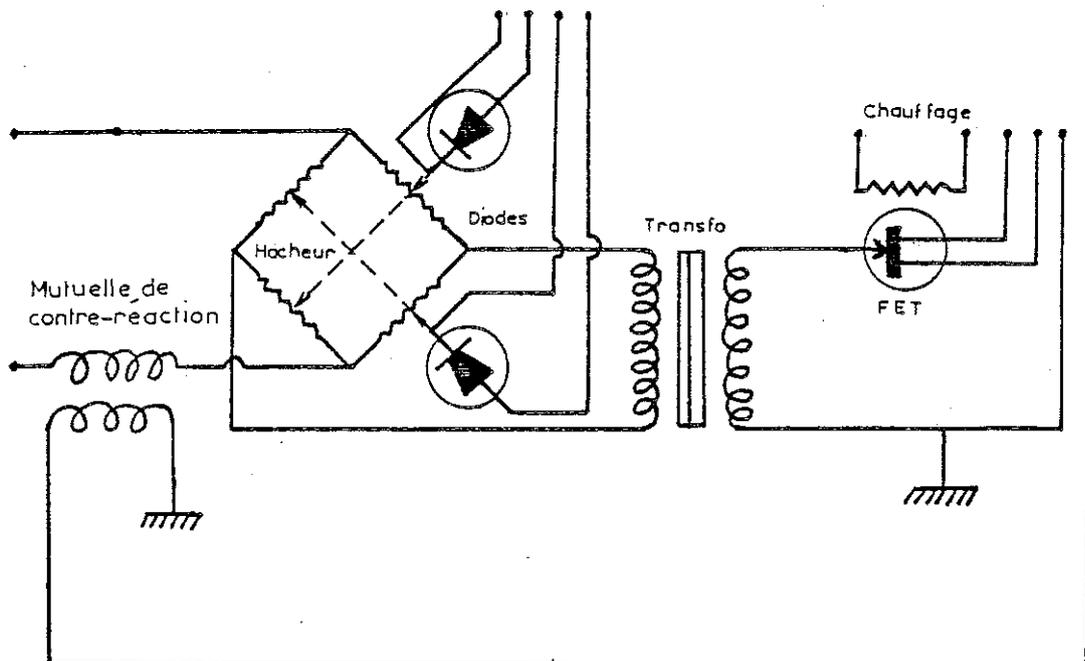


Fig III.6: Partie basse température du hacheur

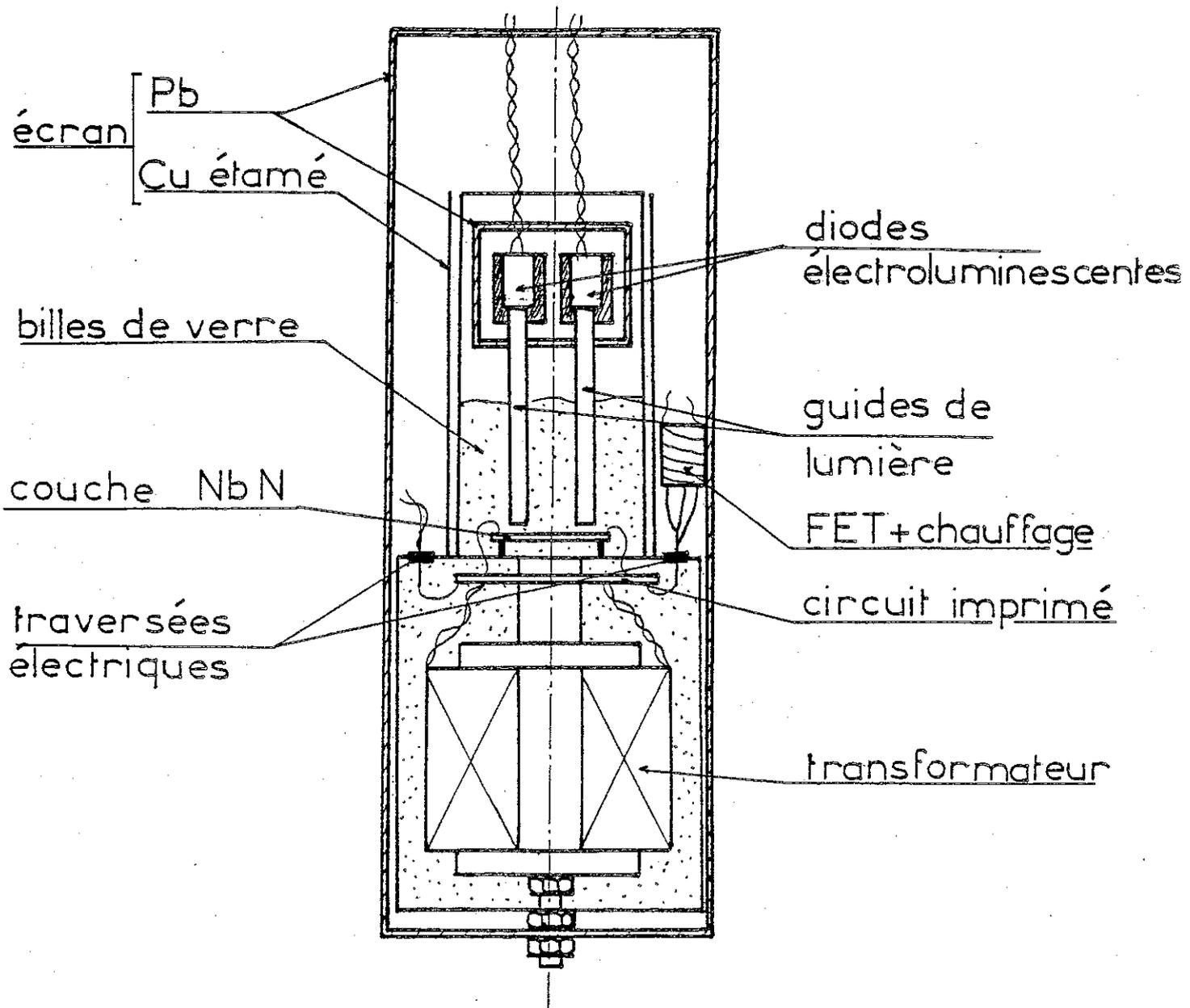
Echelle  $\approx 1$ 

Fig III.7: Coupe schématique du hacheur

tique émise est canalisée vers la couche supraconductrice par des guides optiques. Ils assurent en plus une bonne répartition du flux lumineux et éloignent les diodes du hacheur ce qui réduit le couplage entre le circuit de commande et le circuit de mesure. Ils sont simplement constitués par des barreaux de verre à section carrée de 2,5 x 2,5 mm et de 35 mm de longueur.

Le tout est monté dans un boîtier en cuivre muni d'ouïes afin que l'hélium puisse pénétrer (fig. III.7). Pour éviter la formation de bulles dans l'hélium, et pour immobiliser correctement les fils électriques et le transformateur, l'enceinte est remplie de billes de verre (utilisées normalement pour le sablage) d'un diamètre de 30  $\mu$ m. Les diodes sont munies d'un écran en plomb. Un second écran constitué d'un treillis en cuivre étamé entoure la partie supérieure du hacheur. L'ensemble est enfin placé dans un cylindre de plomb recouvert d'un métal amorphe (Metalglass) tissé. Tous les câbles sont bien entendu blindés.

### III. 5 - REALISATION DE LA BOBINE DE MESURE

Nous utilisons du fil supraconducteur pour réaliser la bobine de détection afin d'éviter d'introduire dans le circuit de mesure une résistance qui serait source de bruit d'origine thermique.

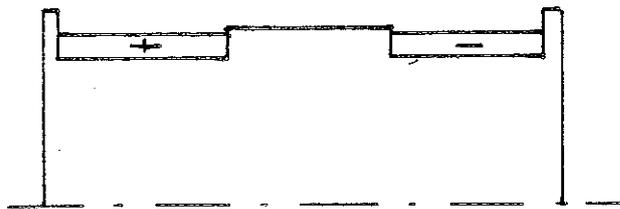


Fig III 8

Cette bobine est représentée sur la figure III.8. Chaque enroulement comporte 400 spires réparties en 4 couches. Le fil utilisé doit avoir un grand champ critique : nous utilisons du niobium-titane cuivré de 80  $\mu$ m de diamètre.

20 spires sont ajoutées à l'un des enroulements pour pouvoir procéder à la compensation de la bobine. Pour cela, on place cette dernière à l'intérieur d'une bobine longue parcourue par un courant alternatif basse fréquence. A l'aide d'une détection synchrone, on mesure la tension qui apparaît aux bornes de la bobine dans différents cas :

- 1) la bobine avec les 20 spires en plus,
- 2) avec 15 spires en plus,
- 3) avec 5 spires en plus,
- 4) avec 10 spires en moins.

Ces résultats sont représentés sur la figure III.9. On voit que la bobine est compensée si nous enlevons 8 spires à un enroulement.

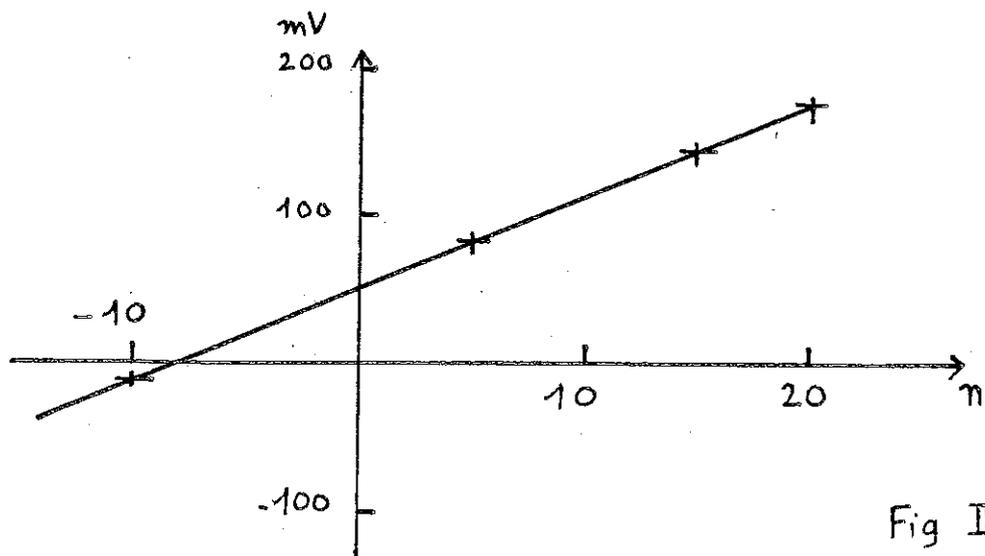


Fig III 9

Nous avons calculé que le rapport  $\frac{H}{I}$  au centre de chaque enroulement est de 244 Oe/A.

### III.6. - DETERMINATION DES CONDITIONS OPTIMALES DE FONCTIONNEMENT DU HACHEUR

Des hacheurs supraconducteurs ont déjà été utilisés avec succès pour mesurer des signaux aux bornes de sources purement résistives (24). Mais le magnétomètre est le premier appareil du laboratoire qui utilise un hacheur supraconducteur dans le cas d'une source purement inductive. Les quelques essais qui ont été menés jusqu'à présent ont permis de préciser notre compréhension du fonctionnement du hacheur dans ce cas.

Le circuit de l'amplification à hacheur est le suivant (fig. III.10).

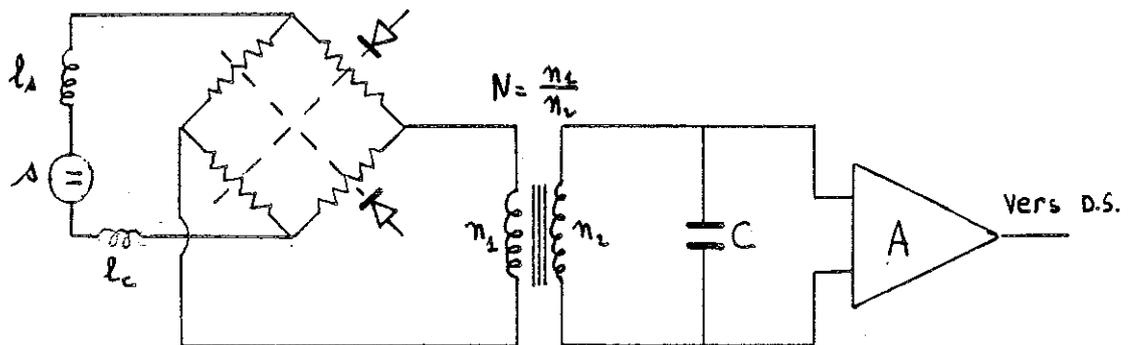


Fig. III 10

$l_s$  est l'impédance de source ;

$l_c$  est la self-inductance du secondaire de la mutuelle de contre-réaction ;

$C$  représente la capacité des enroulements, du câble et éventuellement d'une capacité complémentaire d'accord.

Pour étudier le comportement du hacheur, il faut représenter ce montage par un schéma équivalent (fig. III.11). On peut en général négliger  $\ell_c$  devant  $\ell_s$ .

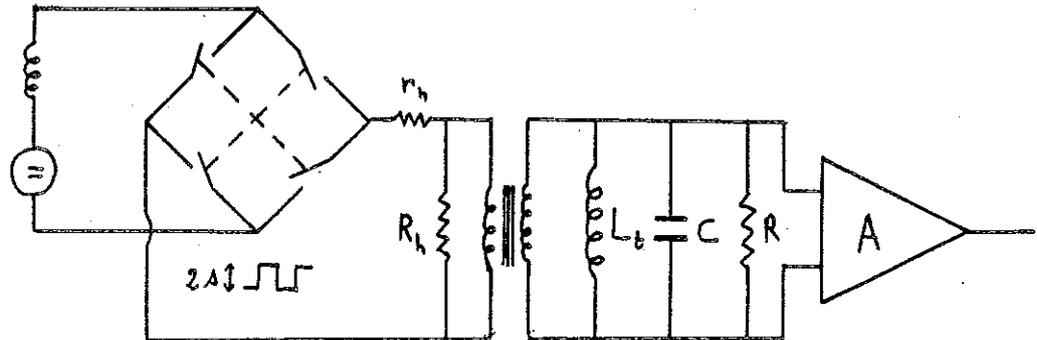


Fig. III.11

$L_t$  représente l'inductance de l'enroulement secondaire du transformateur ;  
 $R$  représente les diverses pertes du transformateur (hystérésis du noyau, résistance du secondaire) et de la capacité ;  
 $r_h$  est la résistance série introduite par le hacheur qui peut apparaître fugitivement au moment de la commutation ;  
 $R_h$  est la résistance parallèle introduite par les deux branches du hacheur à l'état normal.

Un hacheur idéal est celui où :

- la commutation est instantanée,
- la résistance de la couche à l'état normal est infinie.

Dans ce cas, il y a toujours deux branches du pont à l'état supraconducteur, la résistance des deux autres branches étant infinie.

En pratique, le temps de commutation n'est pas nul à cause des constantes de temps thermiques de la couche et la résistance des branches à l'état normal est finie. Cependant, on pourra considérer dans nos calculs que nous sommes toujours très proches du hacheur idéal, alors  $r_h$  est nulle et  $R_h$  est infinie.

Nous continuerons le calcul en nous plaçant à la fréquence de résonance du circuit. On bénéficie ainsi du gain maximum du circuit. De plus, le circuit se comporte comme un filtre sélectif, le fondamental du signal est amplifié et les harmoniques sont très atténués.

Dans ce cas, la commutation se faisant à courant nul dans les branches du hacheur, on peut simplifier le schéma équivalent (6) qui devient en ramenant tous les éléments au secondaire du transformateur (fig. III.12).

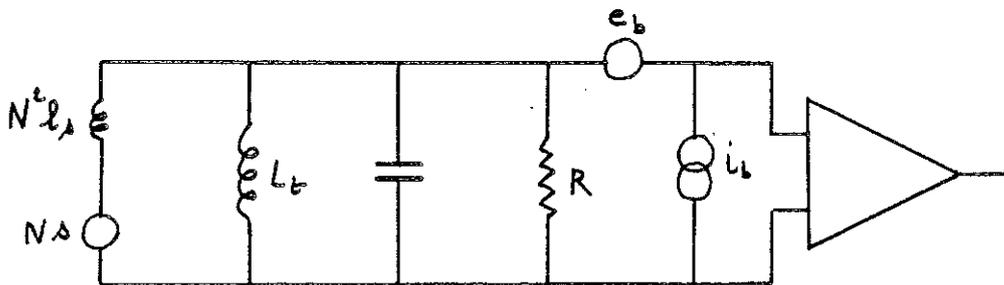


Fig. III 12

$N$  est le rapport de transformation du transformateur ;

$N.s$  est le signal source ramené au secondaire du transformateur ;

$N^2 l_s$  est l'impédance de source ramenée au secondaire.

Sur ce schéma, nous avons représenté  $e_b$  et  $i_b$  comme sources de tension et de courant de bruit du préamplificateur. Les mesures effectuées sur le montage ont montré que ce bruit était prépondérant devant celui introduit par le hacheur ou par le transformateur.

Soit  $Q$  le coefficient de surtension du circuit :  $Q = \frac{R}{\mathcal{L}\omega_r}$  où  $\mathcal{L} = N^2\ell_s // L_t$ .

Le signal à l'entrée du préamplificateur est :

$$S = Q.N.S. \frac{L_t}{L_t + N^2\ell_s}$$

La tension de bruit à l'entrée du préamplificateur est :

$$B^2 = e_b^2 + Ri_b^2 + 4kRT$$

où  $4kRT$  est le bruit de Nyquist de  $R$ ,  
 $k$  étant la constante de Boltzmann.

D'où le rapport signal sur bruit :

$$\frac{S^2}{B^2\Delta_f} = \frac{QN_s}{(e_b^2 + Ri_b^2 + 4kRT)\Delta_f} \frac{L_t}{L_t + N^2\ell_s}$$

On voit que l'on a intérêt à ce que le rapport  $\frac{L_t}{L_t + N^2\ell_s}$  soit le plus grand possible, donc que  $L_t \gg N^2\ell_s$ .

Dans la pratique, on choisira un transformateur, tel que  $L_t > 10 N^2\ell_s$ .

Dans ce cas,  $L_t$  devient négligeable devant  $N^2\ell_s$  en parallèle, et  $\mathcal{L} \approx N^2\ell_s$ .  
 Par suite :

$$Q = \frac{R}{N^2\ell_s\omega_r}$$

En reportant cette valeur dans le rapport signal sur bruit, on obtient

$$\frac{S^2}{B^2} = \frac{Q^2 N^2 S^2}{e_b^2 + Q^2 N^4 \ell_s^2 \omega_r^2 i_b^2 + 4kQN^2\ell_s\omega_r T}$$

De plus, nous nous sommes aperçus au cours des différents essais que dans une très large gamme de fonctionnement le facteur de surtension  $Q$  du circuit était pratiquement invariant et notamment qu'il était indépendant de  $N$ .

En posant  $x = N^2$ , le rapport signal sur bruit est de la forme  $\frac{Ax}{ax^2+bx+c}$  et il a une valeur maximale pour  $x = \sqrt{\frac{c}{a}}$ .

Il faut donc avoir :

$$N^2 = \frac{eb}{Q_s^2 \omega_r^2}$$

Lorsqu'on travaille avec le circuit de contre-réaction, pour avoir le gain de boucle le plus grand possible, il faut travailler à la plus haute fréquence possible. Cependant on est limité par les temps de réponses thermiques de la couche et on ne peut pas dépasser 300 Hz comme fréquence de hachage. On travaillera toujours dans cette zone. Par suite,  $\omega_r$  est fixée.

La fréquence de travail étant fixée, on connaît  $e_b$  et  $i_b$  qui ne dépendent que du préamplificateur et de la fréquence de travail (6).

Par suite, toutes les grandeurs qui déterminent  $N$  sont fixées et on peut calculer le rapport de transformation optimal.

Il faut ensuite déterminer la capacité  $C$  pour que  $\omega_r$  soit effectivement la fréquence de résonance du circuit. A la résonance

$$N^2 \ell_s C \omega_r^2 = 1$$

d'où 
$$C = \frac{1}{N^2 \ell_s \omega_r^2}$$



CHAPITRE IV

ESSAIS ET PERFORMANCES DU MAGNETOMETRE



#### IV.1 - ETALONNAGE DU MAGNETOMETRE

Comme il a été dit au paragraphe III.3., l'intégrateur du picovoltmètre délivre au cours de l'extraction un signal qui passe par un minimum et un maximum et on mesure la différence  $\Delta I = I_{\max} - I_{\min}$ .

En théorie, le signal d'intégration  $\Delta I$  ne dépend pas de la vitesse d'extraction de l'échantillon puisqu'on a vu que seuls entrent dans l'expression de  $\Delta I$  le moment magnétique de l'échantillon et le rapport  $B/I$  des enroulements de la bobine de détection.

Cependant, la tension  $e$  qui apparaît aux bornes de la bobine au cours du déplacement de l'échantillon dépend bien de la vitesse d'extraction, puisqu'elle est proportionnelle à la variation de flux  $d\phi/dt$ .

Il faudra donc trouver un compromis entre deux extrêmes :

- une grande vitesse d'extraction permet d'avoir une tension  $e$  forte, mais le temps de variation de  $e$  sera faible devant les temps de réponse des appareils de mesure, picovoltmètre et détecteur de crêtes et le signal intégré sera très atténué ;
- une extraction très lente ne fera plus intervenir ces constantes de temps, mais  $e$  sera toujours une tension faible beaucoup plus perturbée par le bruit intervenant dans la mesure.

Après les essais que nous avons effectués, nous avons choisi une vitesse d'extraction qui semble satisfaisante. L'échantillon parcourt les 3 cm qui séparent les centres des deux enroulements en 5 s.

Par la suite, pour que l'étalonnage de l'appareil soit valable, il faudra toujours que l'extraction se fasse à cette vitesse. Cette condition est facilement respectée en utilisant un moteur pas à pas commandé par un programme sur microordinateur.

Pour déduire de  $\Delta I$  mesuré la valeur de l'aimantation de l'échantillon, il est nécessaire d'étalonner l'appareil. Pour ce faire, nous avons mesuré l'aimantation d'une sphère d'indium supraconductrice.

La susceptibilité par unité de volume d'un supraconducteur est en unités c.g.s.  $\chi = -1/4\pi(1-n)$ , où  $n$  est le coefficient de champ démagnétisant. Dans le cas d'une sphère  $n = 1/3$  d'où  $\chi = -3/8\pi$ .

Sur la figure IV.1, les courbes représentent en fonction du champ magnétique la tension  $\Delta I$  obtenue avec la sphère d'indium. Les deux droites ont été tracées à quelques jours d'intervalle. Elles ne sont pas superposées car la valeur absolue de l'aimantation du supraconducteur dépend de l'histoire du matériau (excursions en champ magnétique ou en température). Cependant, les deux droites sont exactement parallèles, leur pente étant donnée par la susceptibilité  $\chi = -3/8\pi$ .

Après cet étalonnage, on mesure le bruit de l'appareillage. La plus petite valeur du moment magnétique que l'on puisse détecter avec notre magnétomètre est  $10^{-7}$  u.e.m. ( $10^{-10}$  Am<sup>2</sup>).

#### IV.2 - ESSAIS EN CHAMP MAGNETIQUE INTENSE

Nous avons effectué la mesure du moment magnétique d'une petite aiguille de platine de 116,7 mg entre 0 et 50 kOe à  $T = 4,2$  K. Les résultats sont représentés sur la figure IV.2.

On note en champ faible, jusqu'à 1,5 kOe, une courbure qui est due à la présence d'impuretés de fer dans le platine. Au-dessus de 2 kOe, après avoir saturé ces impuretés, nous obtenons une droite dont la pente nous donne la susceptibilité du platine.

Nous trouvons  $\chi = 1,072 \cdot 10^{-6}$  u.e.m./g en assez bon accord avec les valeurs données dans la littérature ( $\chi = 1,082 \cdot 10^{-6}$  u.e.m./g).

Nous avons également mesuré le bruit du magnétomètre sous 50 kOe et nous trouvons les mêmes valeurs qu'en champ nul. Nous pouvons donc détecter  $10^{-7}$  u.e.m. sous 50 kOe.

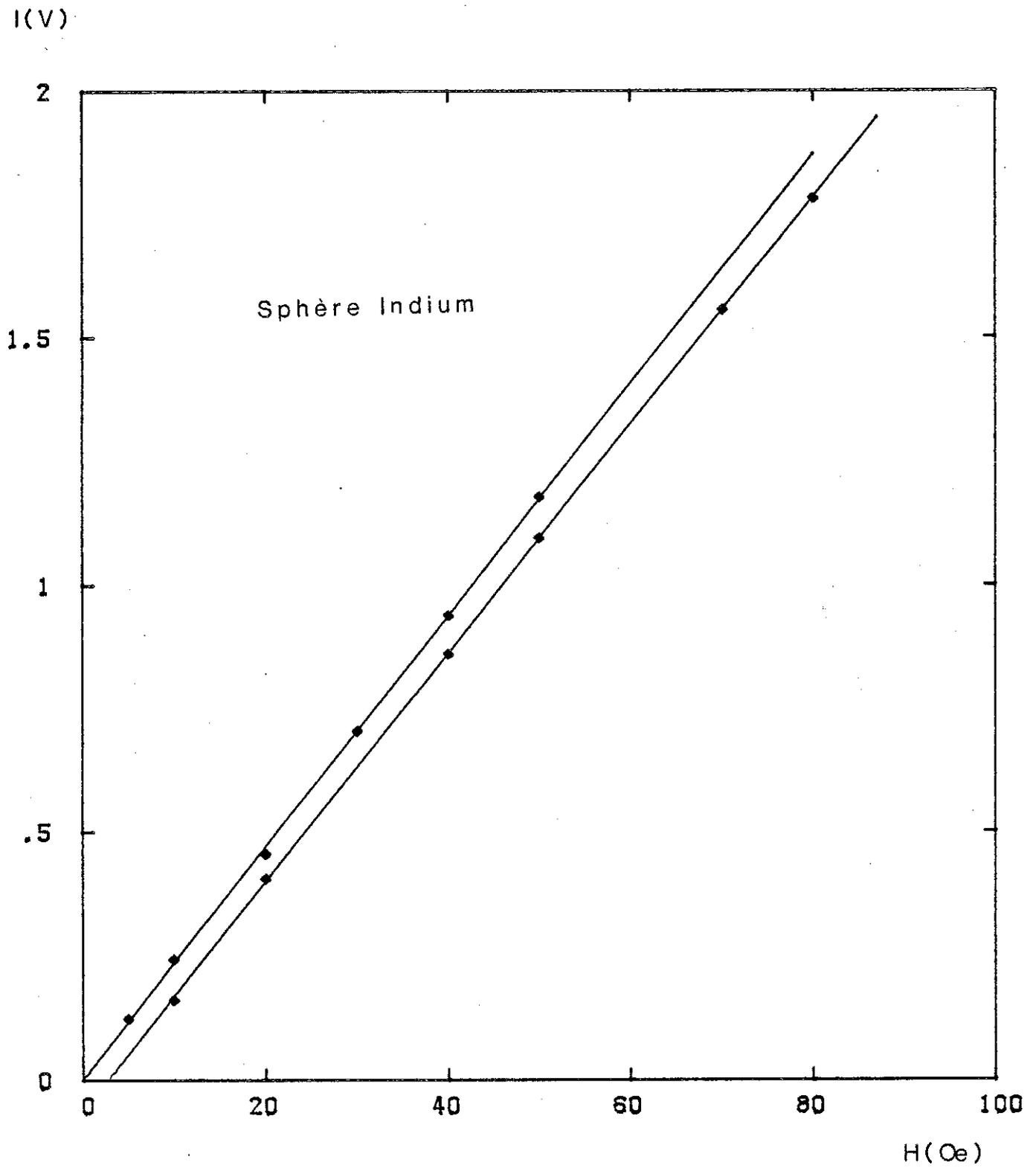


Fig. IV 1

u.e.m.

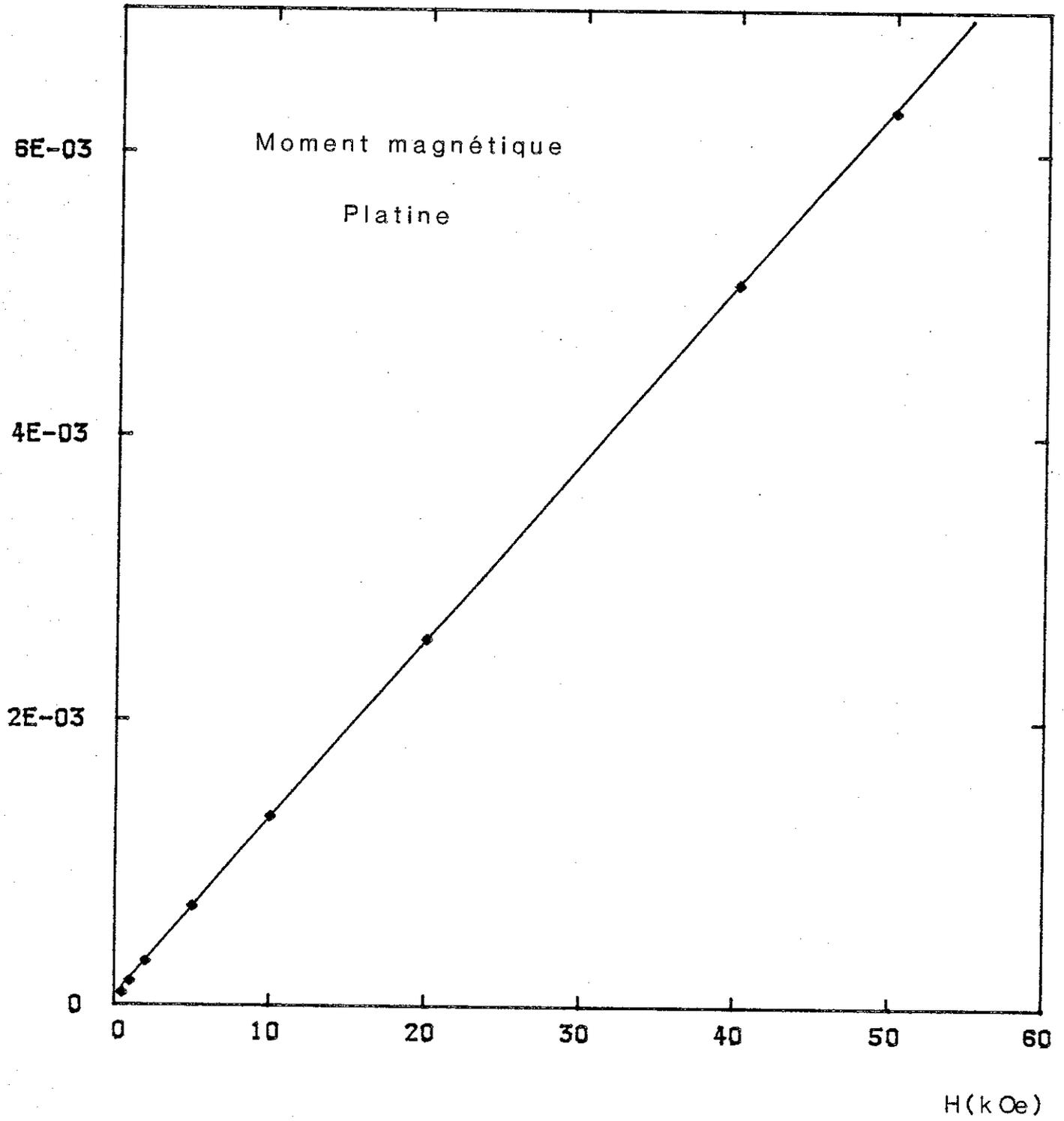


Fig. IV 2

#### IV.3. - MESURE A HAUTE TEMPERATURE

Pour éprouver le magnétomètre à haute température, nous avons voulu mesurer l'aimantation d'un matériau dont la susceptibilité suit une loi de Curie. Nous avons utilisé un échantillon de 407,8 mg de CuMn (0,25 % de Mn). Ce matériau a été étudié par ailleurs par effet magnétocalorique (25,26).

La figure IV.3 représente l'inverse du moment magnétique de l'échantillon en fonction de la température mesuré sous un champ de 100 Oe. Nous trouvons une droite dont la pente est égale à  $1/C$  où  $C$  est la constante de Curie.

La valeur mesurée ici,  $C = 9,70 \cdot 10^{-5}$  K e.m.u./g.G. est un peu plus forte que celle mesurée par J. ODIN ( $C = 9,21 \cdot 10^{-5}$  K.e.m.u./g.G.) (25). Cette différence provient sans doute du fait que nous n'avons pas mesuré l'aimantation de l'échantillon donné en référence car il était beaucoup trop gros pour être introduit dans l'appareil. Nous avons en fait étudié un fragment récupéré au moment de la mise en forme de l'échantillon de référence.

#### IV.4. CONCLUSIONS

A l'usage, notre magnétomètre s'est révélé très facile à mettre en oeuvre et d'une utilisation très simple pour faire des mesures, aussi bien en fonction de la température entre 1 et 300 K, qu'en fonction du champ magnétique, entre 0 et 50 kOe.

Il peut mesurer des moments magnétiques variant de  $10^{-7}$  à  $2 \cdot 10^{-1}$  u.e.m. Cette très grande dynamique (qui pourra être étendue ultérieurement jusqu'à 2 u.e.m.) le rend particulièrement bien adapté pour mesurer des échantillons présentant de grandes variations d'aimantation.

Son automatisation, réalisée en utilisant les moyens en électronique et en informatique du laboratoire (27) et la très grande rapidité d'échange de l'échantillon à mesurer en fait l'instrument idéal d'étude systématique de très nombreux composés.

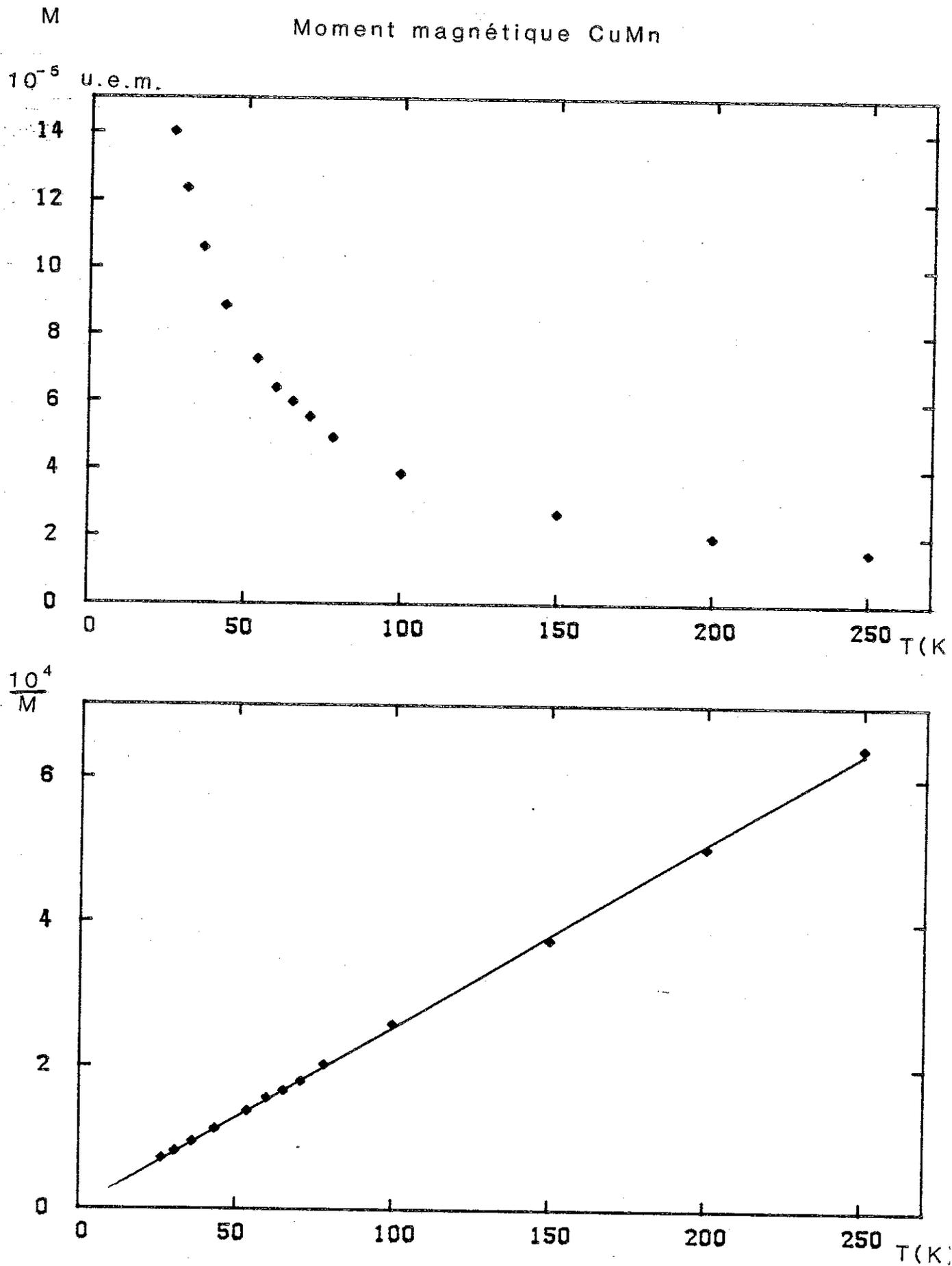


Fig. IV 3

A N N E X E A

Etude d'un magnétomètre à fluxgate



## A.1. Introduction

La technique du magnétomètre à "fluxgate" est très utilisée pour la mesure de faibles champs magnétiques continus car elle est à la base d'appareils de mesure assez sensibles et très peu onéreux. Elle est mise en application dans des domaines aussi variés que la mesure de champs magnétiques planétaires et interplanétaires (28), le contrôle du chargement de haut-fourneaux (29) ou la détection de véhicules pour la régulation du trafic routier (30).

Cependant, la plupart des substances ferromagnétiques utilisées dans ce type d'appareil ont l'inconvénient de perdre beaucoup de leur sensibilité à basse température à cause de la décroissance de leur perméabilité dynamique avec la température. Nous allons étudier les performances d'un appareil utilisant un métal amorphe ferromagnétique "Vitrovac 6025 Z" de Vacuumschmelze (23) car ce matériau garde une perméabilité satisfaisante à la température de l'hélium liquide.

Nos essais porteront d'une part sur le bruit engendré dans la mesure dans différentes conditions (forme, intensité et fréquence du signal d'excitation) à basse température, et d'autre part sur les limites supérieures du champ mesuré. Travailler à 4,2 K présente l'avantage de pouvoir disposer autour de tout le système un écran supraconducteur qui isole le détecteur des variations du champ magnétique terrestre. Les mesures pourront ainsi être faites à champ constant.

## A.2. Principe du fonctionnement d'un fluxgate

Le schéma du "fluxgate" le plus simple est représenté ci-dessous (fig. A1)

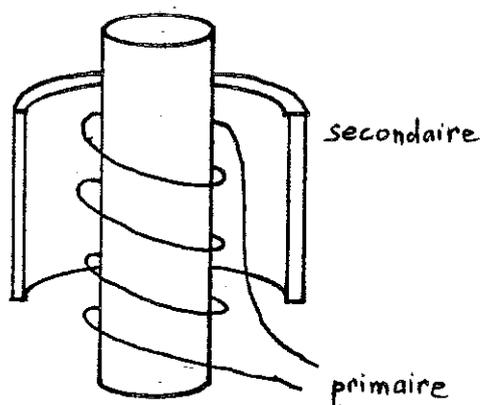


Fig A 1

Il est constitué d'un cylindre ferromagnétique entouré d'une bobine d'excitation (primaire) et d'une bobine de détection (secondaire).



Le primaire est parcouru par un courant alternatif de fréquence  $f$  qui génère un champ  $H$  variant au cours du temps, et d'amplitude suffisante pour saturer le noyau ferromagnétique dans un sens puis dans l'autre.

Le secondaire détecte les variations de flux magnétique, donc la variation de l'induction magnétique  $B$  en son centre. Il apparaît à ses bornes une f.e.m

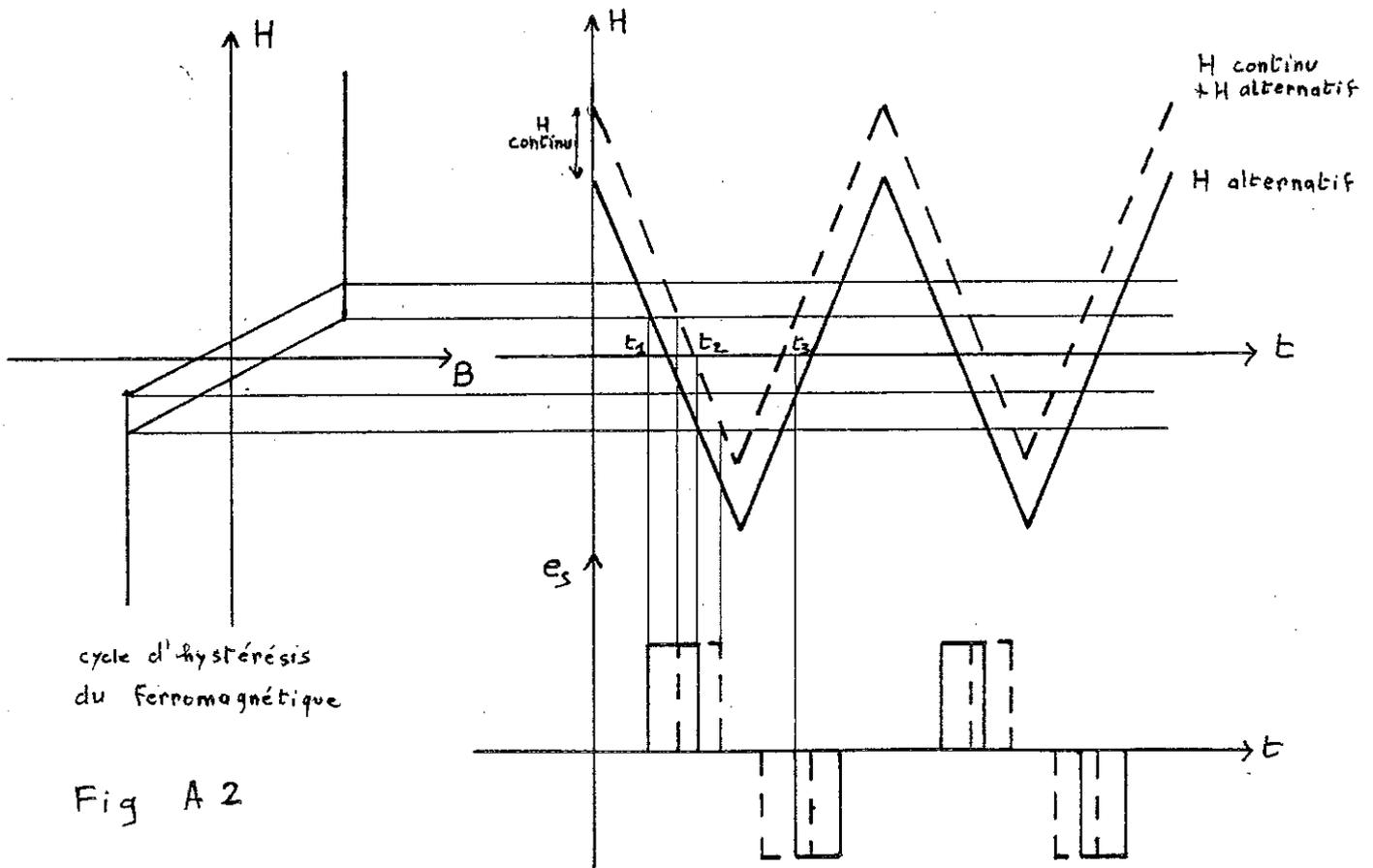
$$e_s = - NS \frac{dB}{dt}$$

où  $N$  est le nombre de spires du secondaire

$S$  est la section d'une spire de la bobine secondaire

$B$  est l'induction magnétique en son centre.

Le courant d'excitation peut avoir diverses formes, mais pour la facilité du raisonnement, nous considérerons le cas d'un courant d'excitation triangulaire, et d'un cycle d'hysteresis du noyau de forme semblable à celle d'un parallélogramme (fig. A2). Le champ magnétique  $H$  vu par le noyau est la superposition d'un champ continu (éventuellement nul) et du champ triangulaire dû au courant dans le primaire.



Nous représentons sur la figure A2 le cycle d'hystéresis du noyau ferromagnétique, le champ vu par ce noyau en fonction du temps, et la tension aux bornes de la bobine de détection.

Dans le premier cas (traits continus) le champ continu est nul. Entre les instants 0 et  $t_1$ , le noyau est saturé, B est constant et la f.e.m. aux bornes du secondaire est nulle. Entre  $t_1$  et  $t_2$ , la saturation du noyau change de sens, B également et il apparaît une f.e.m. aux bornes du secondaire. Ensuite, le noyau est à nouveau saturé entre  $t_2$  et  $t_3$  et la f.e.m. est nulle. Une décomposition de la f.e.m. représentée en trait continu en série de Fourier montre que toutes les harmoniques paires sont nuls.

Dans le second cas (traits pointillés), on superpose au champ alternatif un champ continu. Les composantes positives et négatives de E sont déplacées. L'analyse harmonique de Fourier montre l'apparition d'harmoniques pairs non nuls. Il suffit de mesurer un de ces harmoniques à l'aide d'une détection synchrone pour avoir une image absolue du champ continu.

En général, l'amplitude des harmoniques pairs diminuent lorsque leur ordre augmente, et la plupart des expérimentateurs mesurent la composante  $2f$  du signal,  $f$  étant la fréquence du courant d'excitation. Cependant, dans certains cas, c'est l'harmonique  $4f$  ou même  $10f$  qui est utilisé (31).

Dans la plupart des cas, les signaux d'excitation étudiés sont sinusoïdaux ou triangulaires, car ces formes permettent de nombreux calculs théoriques sur la réponse du fluxgate (32). Cependant, D.C. Scouten (33) propose une autre forme de signaux, dérivée de signaux carrés (fig. A3), plus intéressante car son étude théorique montre que l'on peut réduire le bruit sans diminuer la sensibilité.

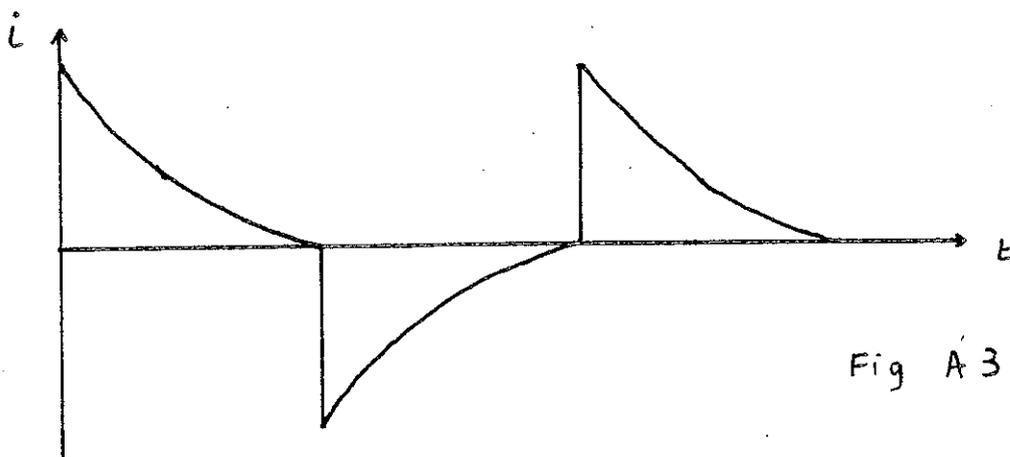


Fig A 3

Nous étudions successivement les performances de l'appareil avec une excitation sinusoïdale et une excitation dérivée de signaux carrés.

### A.3. Montage expérimental

Le noyau ferromagnétique du fluxgate peut avoir des géométries diverses. Nous avons choisi d'utiliser un noyau torique (fig. A4), car cela permet d'annuler un éventuel signal d'offset (34). En effet, à champ nul, la composante verticale de l'aimantation dans la partie gauche a le sens opposé à celle de la partie droite à tout instant : le flux à travers la bobine de détection est donc nul. En champ non nul, les aimantations de chacun des côtés sont dissymétriques, et il apparaît un signal aux bornes de la bobine.

Le bobinage primaire est constitué de 150 spires enroulées directement sur le tore. On place autour du tore une feuille conductrice non refermée sur elle-même que l'on relie à la terre pour éliminer les problèmes électrostatiques.

Afin de diminuer le bruit propre de l'appareil, la bobine de détection ne doit pas être à moins de 0,5 cm du tore (33). Ce dernier ayant un diamètre extérieur de 24 mm et une épaisseur de 10 mm, il est enfermé dans une boîte en araldite de dimension 34 x 24 x 24 qui servira de mandrin

pour la bobine de détection. Il est maintenu parfaitement immobilisé.

La bobine de détection est constituée de 6470 spires de fil de cuivre de diamètre 0,1 mm réparties sur 36 couches.

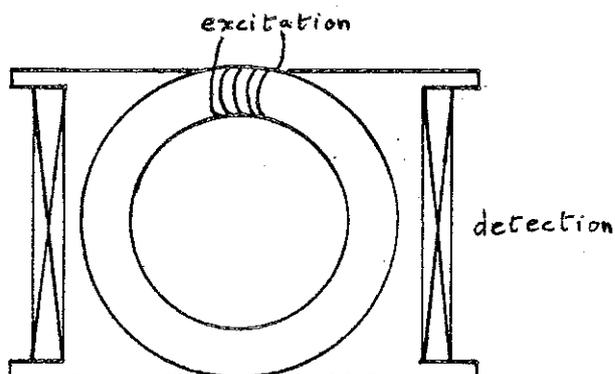


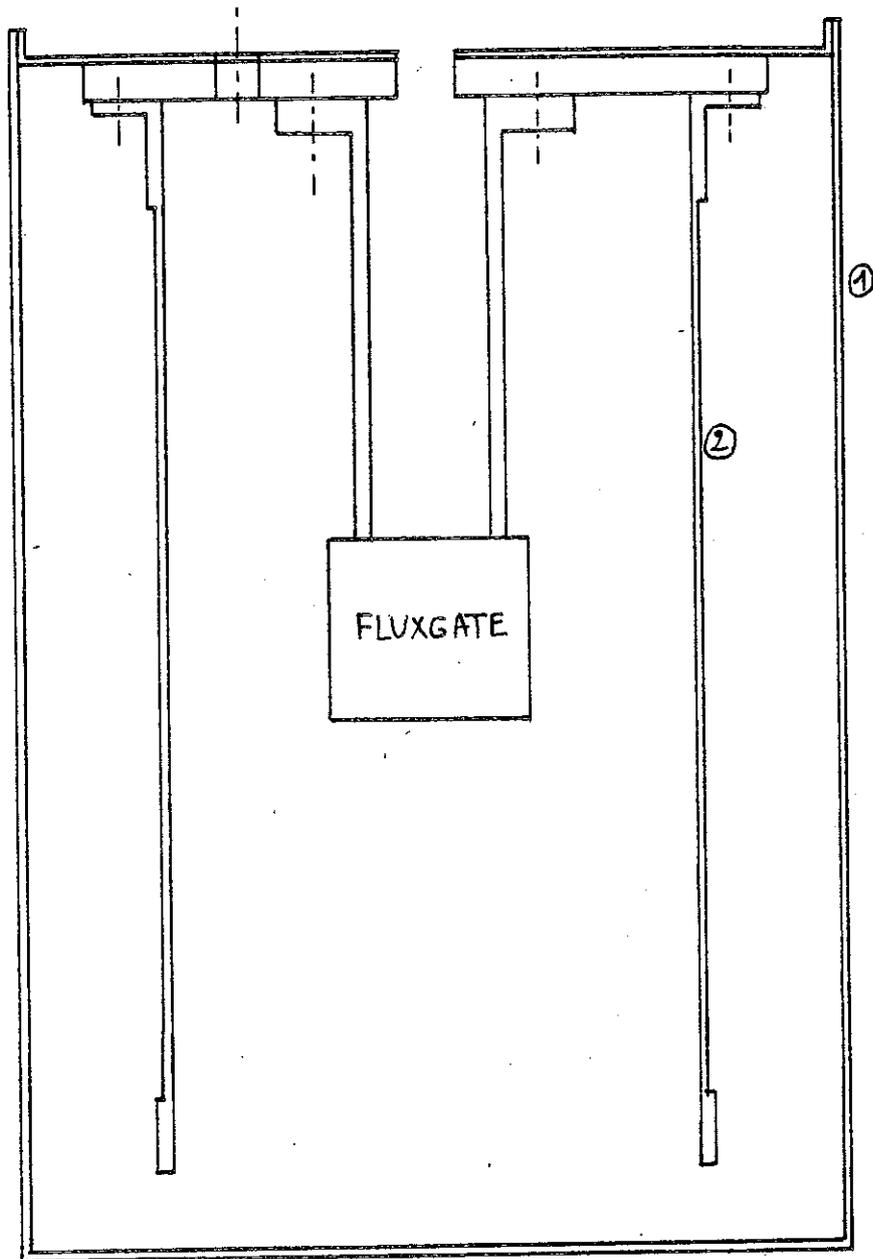
Fig A4

Pour créer un champ homogène dans un volume assez grand, nous avons réalisé une bobine de 2 couches de longueur 120 mm et de diamètre 73 mm. Son rapport  $\frac{H}{I}$  au centre est de 115 Oe/A.

L'ensemble du montage est placé dans un écran en plomb de diamètre 110 mm et de longueur 160 mm (fig. A5). Cet écran diminue le rapport  $\frac{H}{I}$  de la bobine lorsqu'il est supraconducteur, car il s'oppose aux variations de flux qu'il voit et par suite s'oppose au champ créé par la bobine (34).

La bobine et l'écran ayant des diamètres importants devant leur longueur, on ne peut avoir qu'une valeur approchée du coefficient de proportionnalité. Le calcul donne 0,6, d'où à basse température  $\frac{H}{I} \approx 70$  Oe/A.

Pour la création du champ continu, nous avons utilisé une alimentation permettant d'obtenir des courants de l'ordre de quelques centaines de nanoampères. Après quelques essais, on s'est aperçu que la façon dont était branché ce circuit de champ intervenait indépendamment du courant sur le signal détecté. Pour avoir des mesures reproductibles, nous avons été obligés d'ajouter une forte capacité en parallèle sur la bobine de champ (fig. A6).



- ① Ecran en plomb
- ② Bobine de champ

Fig A5

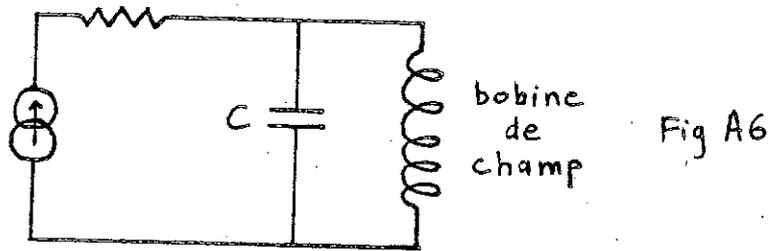


Fig A6

Pour chaque fréquence utilisée, nous avons accordé la bobine de détection à l'aide d'un banc de capacités variables à la fréquence de l'harmonique mesurée,  $2f$  ou  $4f$  suivant le cas. Nous avons fait la mesure à l'aide d'une détection synchrone "Autophase T.E. 9700" de Tekelec qui possède une entrée  $f$  et une entrée  $2f$  pour le signal de référence. Le montage était le suivant (fig. A7).

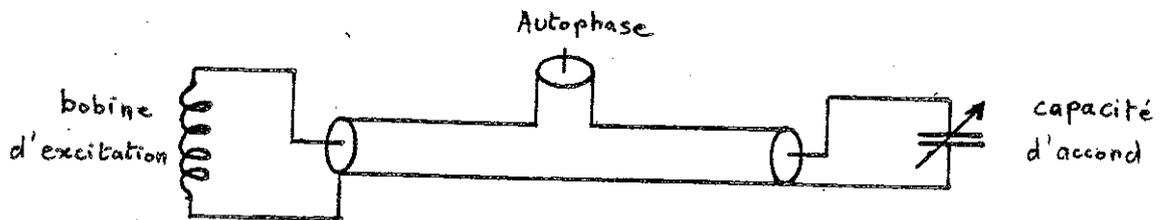


Fig A7

#### A.4. Résultats dans le cas de signaux sinusoïdaux

Sur le schéma A8 est représenté le circuit d'excitation utilisé.

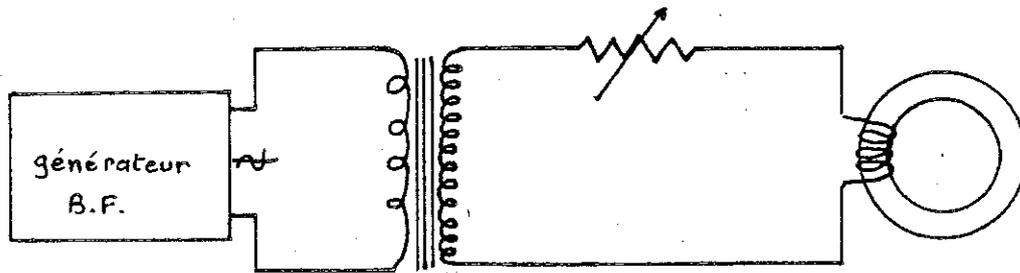


Fig A8

Les paramètres variables sont :

- la fréquence du signal,
- la tension du générateur d'excitation,
- la résistance mise en série avec le générateur,
- la capacité d'accord de la bobine de détection,
- l'ordre de l'harmonique mesuré .

A cause de la perméabilité variable du tore au cours du cycle, il est très difficile d'obtenir un courant d'excitation parfaitement sinusoïdal car nous disposons d'un générateur de tension et non de courant. Le courant obtenu a la forme représentée sur la figure A9.

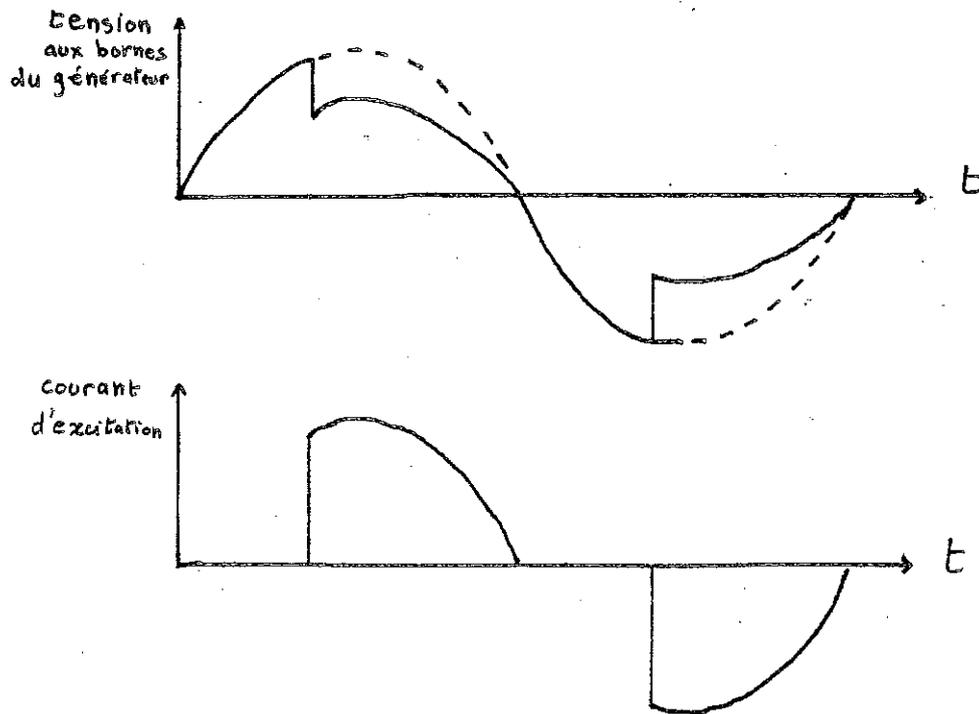


Fig A9

Nous avons mesuré l'harmonique  $2f$  du signal et également l'harmonique  $4f$  en utilisant un doubleur de fréquence et l'entrée  $2f$  de la détection synchrone. Cette harmonique était beaucoup plus faible que celle de  $2f$  et nous avons renoncé à l'utiliser.

Nous avons fait de nombreux essais en faisant varier tous les paramètres. Jusqu'à  $1 \text{ kHz}$ , la sensibilité de la mesure augmente avec la fréquence du signal (fig. A10). Cependant, le bruit augmente dans le même rapport. Il n'est donc pas avantageux de travailler à haute fréquence. On a observé des phénomènes presque identiques en ce qui concerne les autres paramètres. Pour une constante de temps de  $3 \text{ s}$ , le meilleur compromis a été obtenu en travaillant à  $300 \text{ Hz}$  avec une résistance en série de  $10^3 \text{ k}\Omega$ , en utilisant la tension maximale du générateur. Dans ces conditions, le fluxgate a une réponse linéaire en champ entre  $-2$  et  $+2 \text{ Oe}$  et une sensibilité de  $3 \cdot 10^{-5} \text{ Oe}$ .

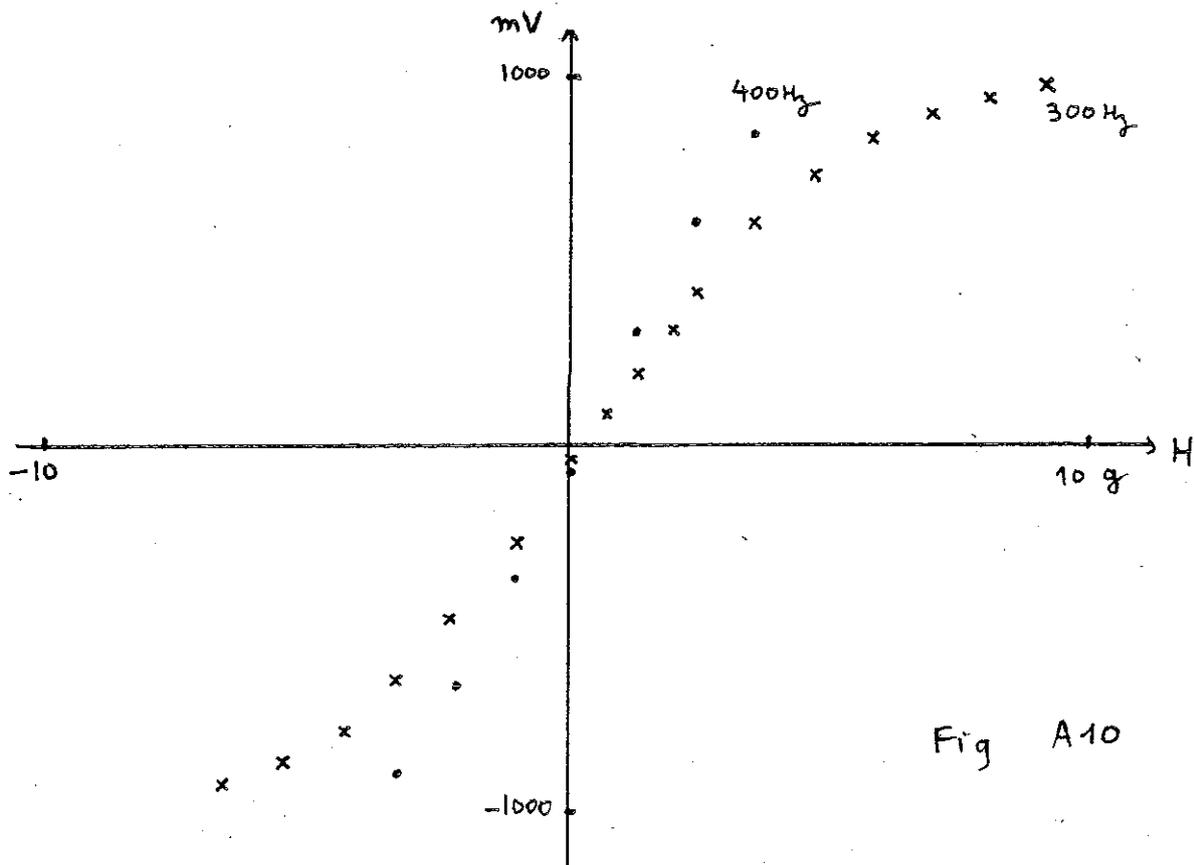


Fig A10

#### A.5. Mesure dans le cas des signaux dérivés de carrés

On obtient ces signaux en mettant une capacité en série avec la bobine d'excitation et en alimentant le circuit avec des signaux carrés (fig. A11).

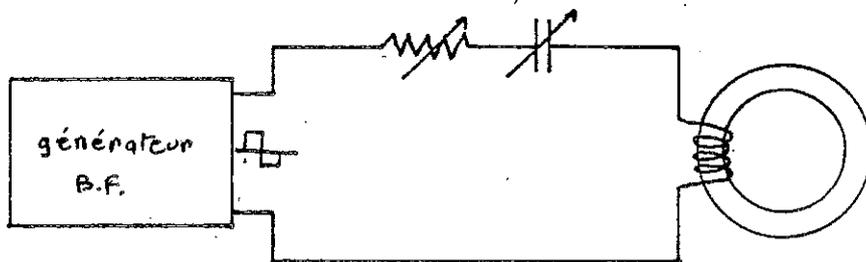


Fig A11

On retrouve ici les mêmes paramètres variables que dans le cas des signaux sinusoïdaux, avec en plus la valeur de la capacité introduite dans le circuit d'excitation et le rapport cyclique des créneaux utilisés, c'est-à-dire le rapport du temps pendant lequel la tension est positive à celui où elle est négative : on s'est aperçu que le signal source parfaitement symétrique (rapport cyclique de 1), n'était pas le plus intéressant. Nous n'avons pas pu faire la mesure de l'harmonique  $4f$ , car le doubleur de fréquence ne fonctionnait qu'en mode sinusoïdal.

Les variations même très faibles du rapport cyclique ont des effets très importants sur le signal de détection, notamment sur la différence de phase de ce dernier avec le signal de référence. Il a donc fallu trouver une méthode efficace pour régler ce rapport.

La première idée a été d'annuler la composante  $2f$  du signal d'excitation en la mesurant à l'aide de la détection synchrone en mode manuel. Il s'est avéré que ce réglage n'était pas toujours possible et qu'il ne correspondait pas aux meilleures performances du fluxgate.

Une deuxième technique de réglage a consisté à fixer la phase de la détection synchrone de telle façon que le signal en phase ne soit pas influencé par une légère variation du rapport cyclique. Ensuite, on règle ce dernier pour annuler la composante en quadrature.

Enfin, on peut rechercher le meilleur rapport cyclique en le faisant varier légèrement et en regardant à chaque fois les performances de l'appareil. Il s'est avéré que l'on trouvait une valeur pour ce rapport pratiquement identique à celle obtenue à l'aide de la deuxième technique de réglage, beaucoup plus rapide : c'est donc cette dernière que l'on utilisera par la suite.

En fait, on ne peut obtenir un courant d'excitation identique au courant défini théoriquement à cause de la grande variation de la perméabilité du tore : il faudrait disposer d'un générateur de tension carrée fournissant une puissance beaucoup plus grande. Le courant est représenté fig. A12.

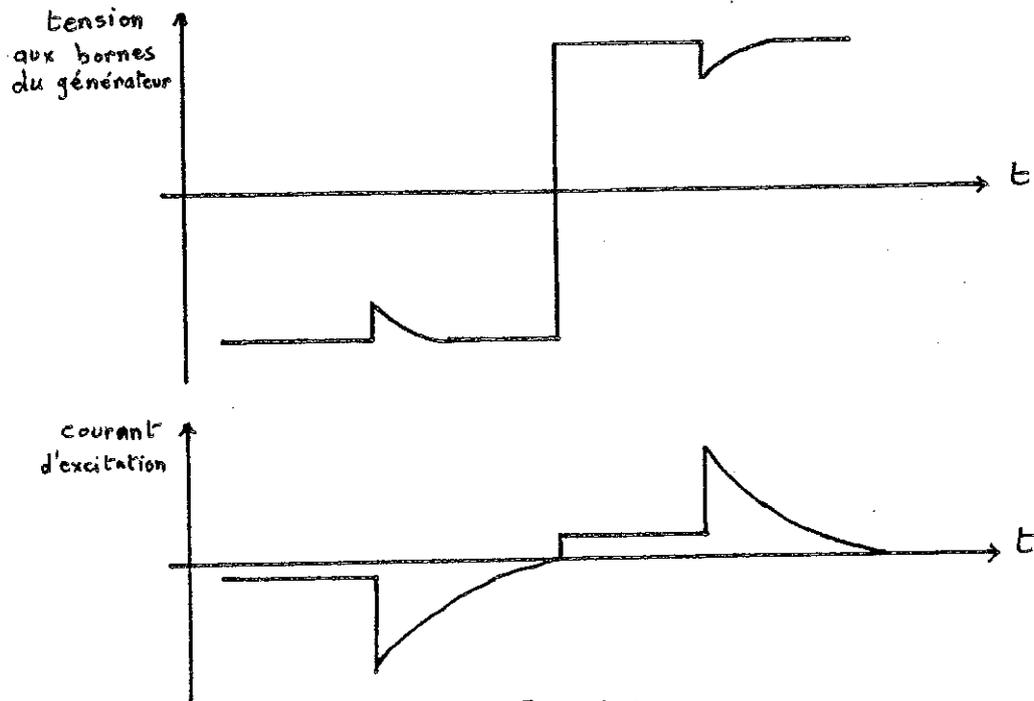
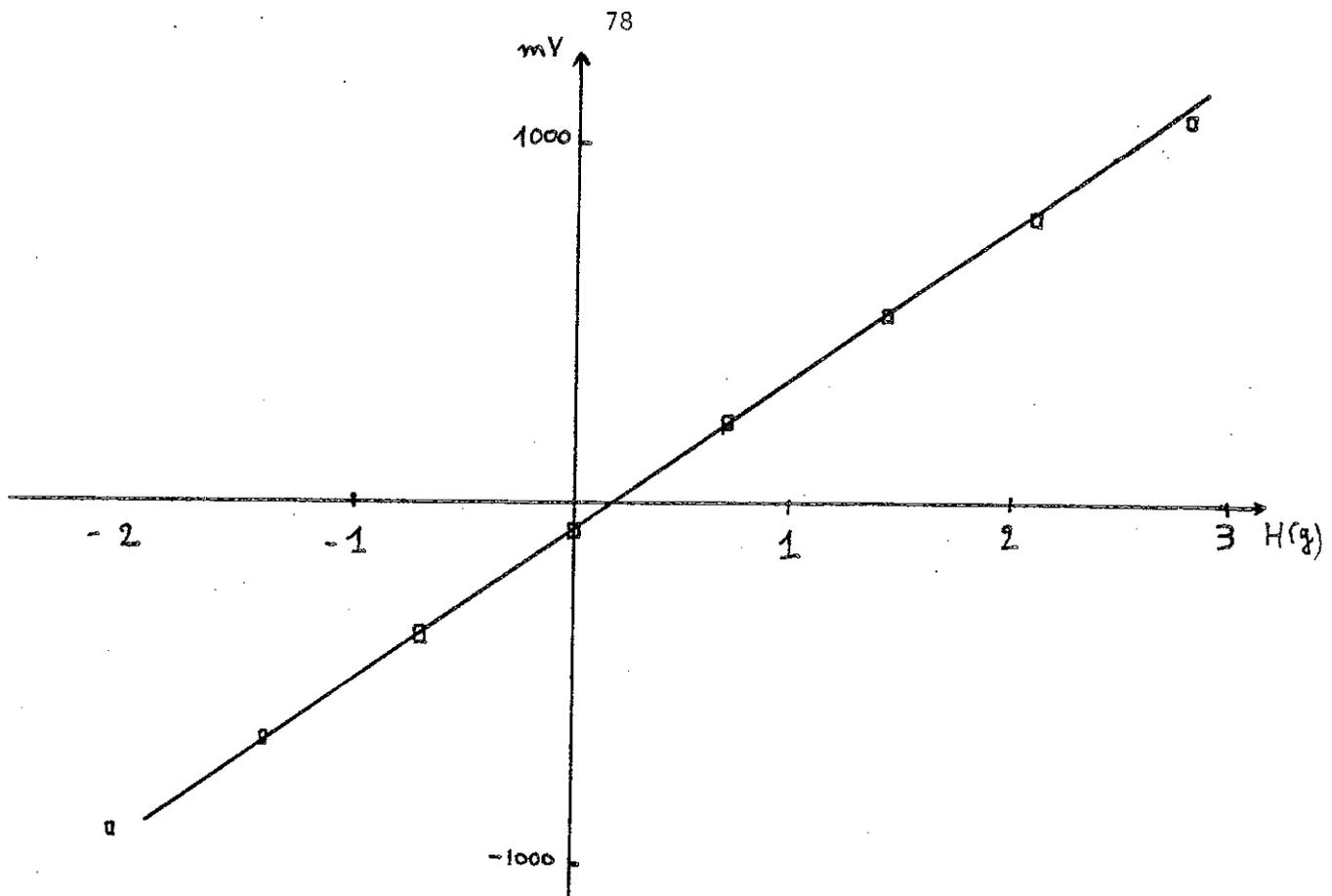


Fig A12

On peut analyser ce schéma de façon tout à fait identique à celui des signaux sinusoïdaux, en remarquant la baisse du courant due à la charge du condensateur.

Au cours des différents essais réalisés en faisant varier tous les paramètres, nous sommes arrivés aux mêmes conclusions que dans le cas du courant sinusoïdal : le bruit de la mesure et la sensibilité sont étroitement dépendants. Le meilleur compromis a été obtenu pour une fréquence de 800 Hz, avec une résistance de  $10^2 \Omega$  et une capacité série de 100 nF. Ces conditions ne sont pas critiques, seul semble important le bon réglage du rapport cyclique. Dans ces conditions, le fluxgate a une réponse linéaire entre - 1,5 et 1,5 Oe appliqués avant de voir la saturation de la détection synchrone, la résolution étant de  $10^{-5}$  Oe (fig. A13).



Nous remarquons que le signal n'est pas nul lorsque le courant est nul dans la bobine. Au moment du refroidissement de l'écran en plomb au-dessous de sa température critique, ce dernier piège le champ ambiant. Il est donc impossible de faire des mesures en champ nul, car ce champ piégé s'ajoute au champ de la bobine. Le signal à courant nul représentait dans chaque essai un champ de quelques centaines de milligauss, et cette valeur était constante tant que le plomb restait supraconducteur. Ce signal représente donc le champ magnétique terrestre piégé au moment de la transition du plomb.

#### A.6. Conclusions

Nous avons mis au point un appareil particulièrement simple permettant de faire une mesure absolue de champ magnétique continu entre  $-1,5$  et  $+1,5$  Oe avec une résolution de  $10^{-5}$  Oe.

Nous pensons qu'il est possible d'améliorer les performances de ce fluxgate et de gagner un ou deux ordres de grandeur en résolution en essayant d'autres géométries pour la bobine de détection et en utilisant des bancs de capacités variables beaucoup plus stables que ceux dont nous disposions.

Cet appareil pourrait nous servir à mesurer des aimantations à l'aide d'un transformateur de flux. Cela revient à mesurer une variation de champ magnétique et dans ce cas le SQUID ou le fluxgate sont beaucoup mieux adaptés.

En revanche, la résolution de notre fluxgate sera largement suffisante pour toutes nos mesures de champ continu.



A N N E X E B

---

Etude du flux-creep



Nous avons vu au paragraphe I.4.3. qu'après avoir induit un courant dans une spire supraconductrice bouclée par un contact magnétoformé, nous constatons une diminution très rapide du courant piégé. Cette variation n'obéit pas à une loi exponentielle propre à un circuit inductance-résistance  $I = I_0 \exp(-R/L t)$ . De plus, elle est éliminée simplement par l'injection dans la spire d'un petit courant alternatif d'amplitude décroissante. Cette diminution du courant piégé ne peut donc pas être expliquée par la présence d'une résistance parasite dans la spire.

Nous avons attribué cette variation de courant au phénomène de reptation de flux (flux creep), identifié par KIM et al. (35), dont la théorie a été initialement développée par ANDERSON (36). Il nous a semblé intéressant d'étudier ce phénomène dans un fil supraconducteur industriel de niobium-titane utilisé couramment dans la construction des bobines supraconductrices. Cette étude était facilitée par la réalisation de ces contacts magnétoformés de résistance négligeable : le phénomène de flux creep apparaît sans être dissimulé par une décroissance du courant due à une résistance parasite dans le circuit.

L'étude a porté d'abord sur l'influence du courant initial à température constante sur la rapidité de la décroissance (fig. B1). Nous avons essayé d'en préciser l'explication (voir publication ci-jointe (37)).

Ensuite nous avons regardé l'influence de la température sur la vitesse de variation du courant (fig. B2). Au cours de cette étude, nous avons pu observer un phénomène connu des utilisateurs de bobines supraconductrices. Le courant maximal  $I_{\max}(T)$  que l'on peut piéger à une température fixe  $T$  diminue lorsqu'on baisse cette température (fig. B3). En revanche, si on piège un courant  $I$  à 4,2 K, on peut ensuite refroidir le système sans observer de transition de la spire même pour des températures  $T$  telles que  $I > I_{\max}(T)$ .

L'énergie d'ancrage des lignes de flux à l'intérieur du matériau supraconducteur augmente lorsqu'on baisse la température et le taux de flux creep est diminué. On atteint ainsi lorsqu'on augmente le courant dans la spire des situations beaucoup plus hors équilibre à froid qu'à 4,2 K. Par suite, on augmente le nombre et l'amplitude des sauts de flux responsables de la transition de la spire (38,39).

Nous poursuivons l'étude de ce phénomène de flux creep pour essayer d'interpréter théoriquement les résultats expérimentaux que nous venons de présenter.

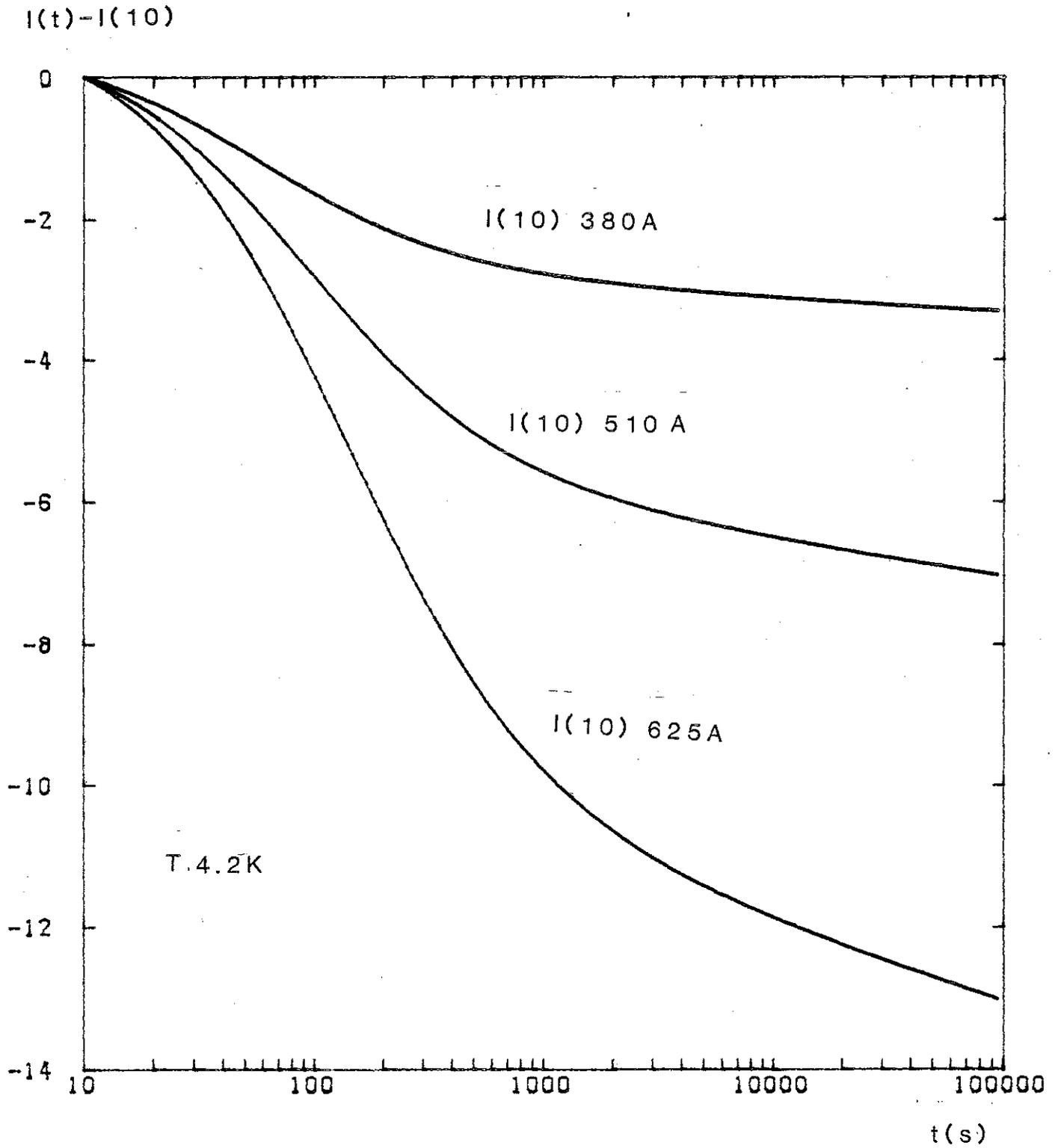


Fig. B1

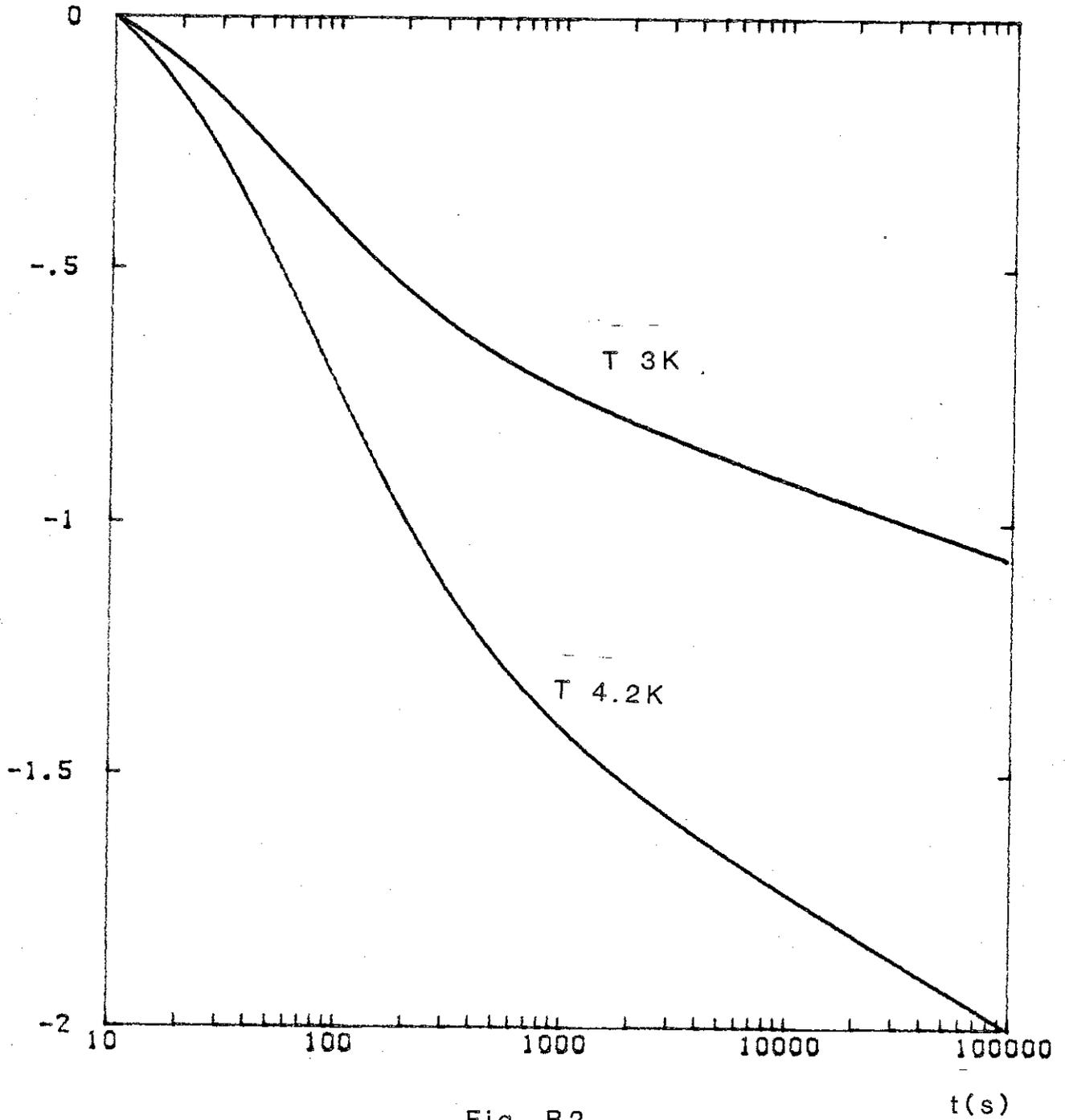
$I(t) - I(10)$ 

Fig. B2

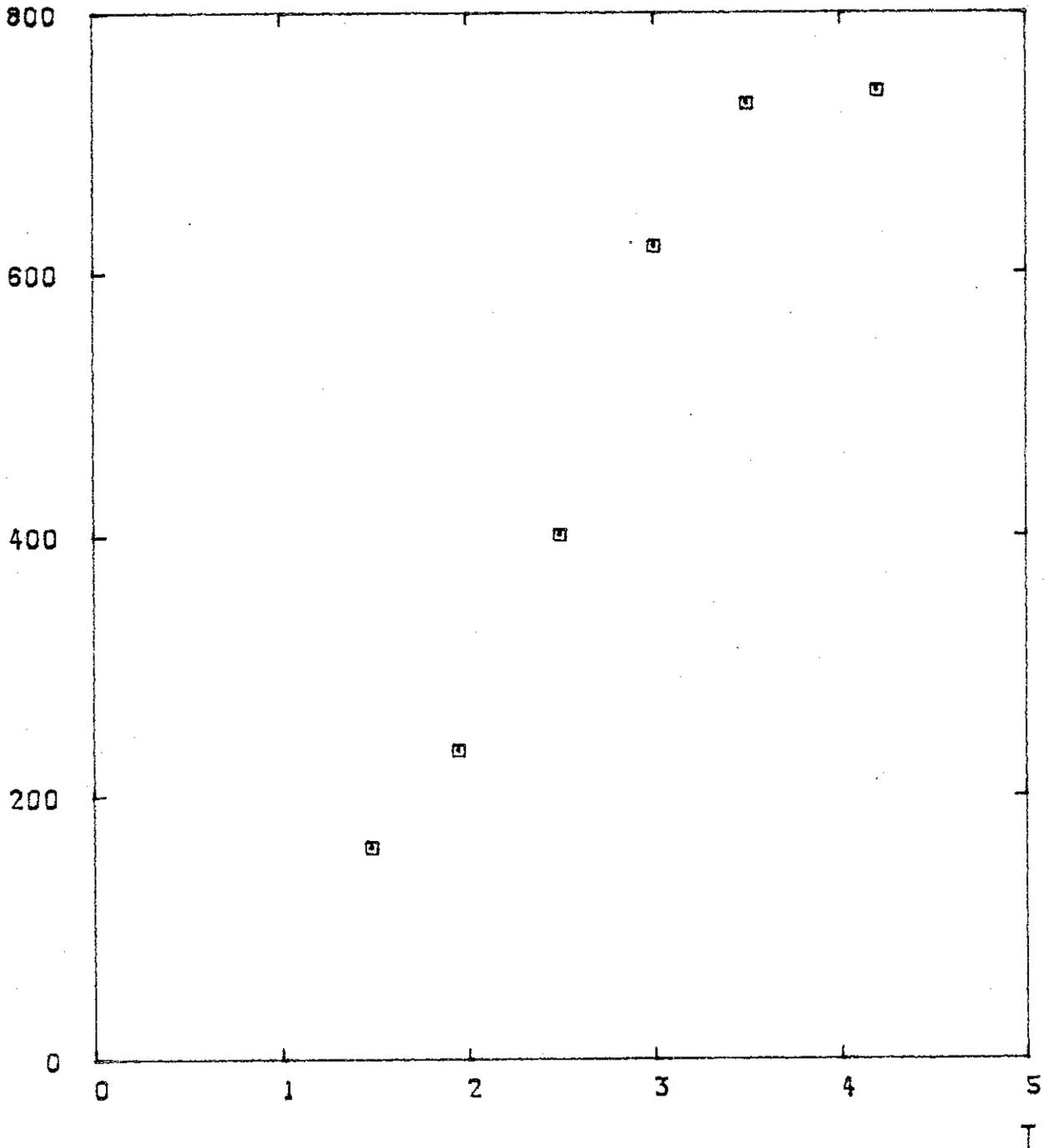
$I_{max} (A)$ 

Fig. B3



## FLUX CREEP PHENOMENON IN MULTIFILAMENTARY SUPERCONDUCTING WIRES

J. CHAUSSY, J.L. GENICON, J. MAZUER<sup>1</sup>, M. RENARD and A. SULPICE*Centre de Recherches sur les Très Basses Températures, (associated USMG) CNRS, 38042 Grenoble-Cedex, France*

Received 1 October 1981

The decrease of persistent induced currents was investigated in superconducting loops made of NbTi multifilamentary wires. A very low contact resistance was achieved, less than  $10^{-17} \Omega$ , allowing for observation of the logarithmic time dependence of the flux creep. The results are discussed using a new argument adapted from a phenomenological model of energy relaxations in spin glasses.

*1. Introduction.* As soon as experimentally identified by Kim and co-workers [1] the flux creep phenomenon was supported by Anderson's phenomenological theory based on the thermally activated motion of flux lines [2]. Having initially observed the variation of trapped flux in superconducting tubes, Kim et al. then illustrated Anderson's model by measuring the voltage-current characteristics  $V(I)$  of Nb-Zr wires under various conditions of applied magnetic field and temperature [3]. The main features of the flux creep phenomenon were emphasized to be: the jerky motion of flux bundles or isolated vortices is thermally activated, giving rise to exponential  $V(I)$  curves and to logarithmic time decay of trapped flux and of persistent currents in superconductors (SC); the rate of decay is proportional to the temperature. This last point of the theory was several times questioned in the past [4-7] because it was not experimentally observed in Pb based alloys. On the contrary, recent experiments performed on Nb alloys [8] confirmed Anderson's model.

To us it seems necessary to distinguish between these two opposite conclusions, as they appear to be related to different types of SC. Lead based alloys are actually soft type II SC in which the density of pinning centers is weak. On the contrary Anderson's creep model and Kim's experiments were dealing with hard type II SC containing a high density of disordered defects.

In that case fluxoids may leave a pinning center for another in the neighbourhood without greatly modifying the interactions between flux lines. A limiting case where no interaction arises is the jerky motion of a single fluxoid observed with a vortex-microscope [9] and for which a linear temperature dependence of the creep rate was found.

The situation that we are considering here is that of the technical multifilamentary SC which are very hard type II materials. The density of pinning centers is here very high, so that, except in the high field region, the interactions between vortices are negligible, and each vortex might be considered as an isolated object. To our knowledge, the creep phenomenon in these materials was not reported up to now. In the following, we give a brief report of our first experiments on persistent currents induced in closed multifilamentary loops. We then discuss our results using a phenomenological model based on the disordered aspect of the pinning centers in connection with a flat distribution in energy of their barrier heights.

*2. Experimental results.* In a closed superconducting loop not only the flux creep can cause the decrease of an induced current, but also the presence of a parasitic resistance generally localized at the joint between the ends of the wire. It is so necessary to make the resistance of the joint as small as possible, so that the time constant of the circuit will be much larger than the duration of the experiment. The techniques of pulse welding the

<sup>1</sup> Also with the Laboratoire d'Electrotechnique de l'ENSIEG, ERA 534 du CNRS.

filaments on a NbTi foil [10] or of crimping them together in a copper sleeve with a presstool [11] lead to joint resistances less than  $10^{-13} \Omega$  and  $10^{-14} \Omega$ , respectively. These techniques are used on superconducting magnets developed for nuclear magnetic resonance spectroscopy: due to the relatively large value of the inductance of these magnets, a total resistance less than  $10^{-12} \Omega$  is currently acceptable. Such a value is too high for a single loop. So we have experimented with a simple new method which is an improvement of the crimping technique. The joint resistance between two wires having 60 NbTi filaments is less than  $10^{-17} \Omega$  as deduced from the observation of induced currents during more than 24 hours [12]. The wire used was the type F 60, Vacryflux 5001 from Vacuumschmelze GmbH, 0.6 mm in diameter and containing 60 filaments in a copper matrix.

As far as the study of flux creep is now concerned, the experimental procedure is as follows. A circular loop is located at the middle plane in the core of a

superconducting coil in liquid He, the loop and the coil being coaxial (see insert in fig. 1). The current in the multifilament wire is induced in the following way: (i) The coil is energized up to a stable value of its current. (ii) A portion of the wire is heated beyond its transition temperature and then cooled down to the temperature of the helium bath. (iii) The current in the coil is then slowly reduced to zero. The resulting induced current in the loop is registered versus time via a Hall probe and a voltage detector. The sensitivity of our apparatus is  $\Delta V/V \approx 10^{-5}$ . The maximum induced current in the loop, without transition to the normal state is  $I_{\max} = 900$  A. This value is about twice the critical current measured on short samples at 4.2 K and 3 T as given by the manufacturer.

Several loops were tested which all exhibit the same feature. A typical result, for two values of the induced current, is shown in fig. 1. After an initial rapid decay, we observed a slower decay which is logarithmic in time. We have ensured ourselves that the faster decay at the beginning of the experiment is not a parasitic phenomenon due to the presence of the superconducting coil. It has already been mentioned [11] and attributed to an excess of current flowing through the copper matrix. We rather think that it corresponds to a transient period during which the fluxoids or flux bundles, after having been forced into the filaments, are re-arranging to establish the critical state.

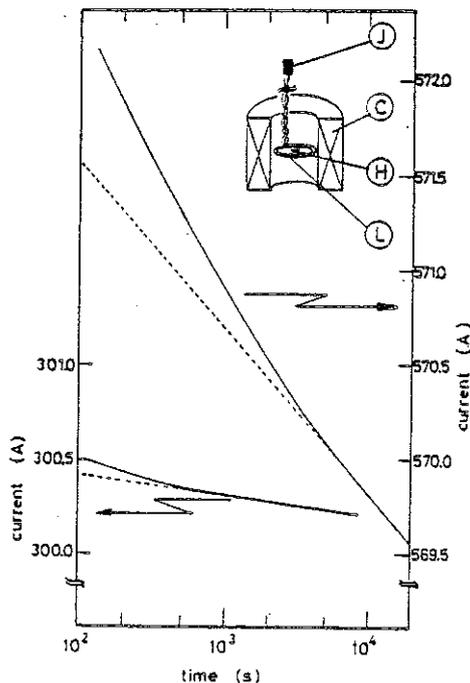


Fig. 1. The decrease of the induced current as a function of  $\ln t$ . The solid lines reproduce on this logarithmic scale the registered curves. The dotted lines give the  $\ln t$  behaviour. The experimental arrangement is also schematically shown with C the superconducting coil, H the Hall probe, and L the multifilamentary loop with its joint J.

**3. Discussion.** The characteristic of interest is the logarithmic time dependence of the current. We think that this feature is essentially associated with a spatially disordered location of the pinning centers and a flat distribution  $N(W)$  of the vortices with respect to their energy barriers  $W$  extending from 0 to a maximum value  $W_{\max}$ . Such an analysis going forth the fine grain magnetism [13] was recently applied to the magnetization and energy relaxations in spin glasses [14,15]. When undergoing any excitation of fixed energy  $W_0$  the flux line may escape from its pinning center to another, from which it can once more relax and so on. The total number of vortices present in the material is a time decreasing function  $N(t)$  since by successive jumps a flux line may be excluded from the wire or collapse if multiply connected. At the time  $t$ , the probability for a vortex to be in the wire is  $\exp(-t/\tau)$ ,  $\tau$  being the mean time for a vortex to be annihilated.  $\tau$  obeys a statistical law  $\tau = \tau_0 \exp(W/W_0)$ . Physically,

$\tau_0$  is the life time of a flux line in the superconductor when the barrier height is  $W = 0$ . We now add to this discussion the argument used by Berton et al. [14,15] of a limitation  $W_c = W_0 \ln(t/\tau_0)$  in the energy barrier due to the measurement time  $t$ . At that time  $t$ , only the vortices pinned by barriers having an energy greater than  $W_c$  will remain in the sample. The calculation then leads to:

$$N(t) = N(0)[1 - (W_0/W_{\max}) \ln(t/\tau_0)] .$$

The same variation is expected for the flux  $\phi(t) = N(t) \times \phi_0$  and the current  $I(t) = G\phi_0 N(t)$ .  $\phi_0 = 2 \times 10^{-15} W_b$  is the flux quantum,  $G$  a geometrical factor and  $N(0)$  the total number of flux lines at  $t = 0$ . A similar result had been obtained by Anderson and Kim [16] who solved the equation for diffusion of flux density, assuming an activated creep rate.

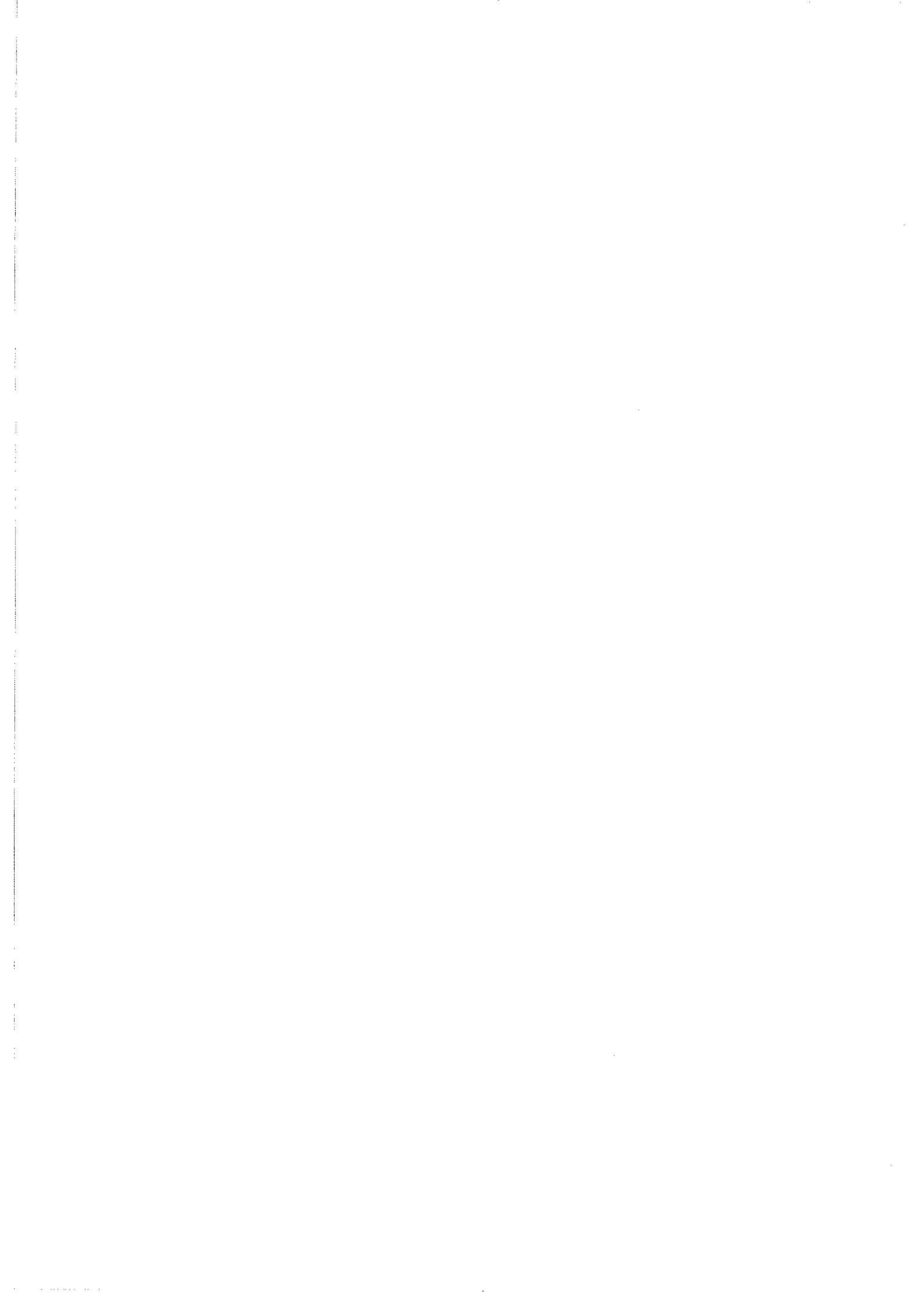
The problem is now to characterize the slope  $G\phi_0 \times N(0)W_0/W_{\max}$  of the curve, i.e. the creep rate. From our preliminary experiments, we can only obtain some qualitative information. The creep rate is very quickly increasing, around one order of magnitude when the induced current is increased by a factor 2 from  $I_{\max}/3$  to  $2I_{\max}/3$ . As shown in fig. 1, the  $(\ln t)$ -like function is experimentally well verified for  $t$  greater than a threshold value  $t_0$  which increases as the current induced in the loop.

Further experiments are in progress to complete our results by studying the influence of the temperature. If

thermal activation occurs,  $W_0 \sim kT$  and the creep rate will be proportional to the temperature. Another point we would also wish to clarify is the reason for the faster decrease of the induced current at the very beginning of the experiment.

#### References

- [1] Y.B. Kim, C.F. Hempstead and A.F. Strnad, Phys. Rev. Lett. 9 (1962) 306.
- [2] P.W. Anderson, Phys. Rev. Lett. 9 (1962) 310.
- [3] Y.B. Kim, C.F. Hempstead and A.R. Strnad, Phys. Rev. 131 (1963) 2486.
- [4] M.R. Beasley, R. Labusch and W.W. Webb, Phys. Rev. 181 (1969) 682.
- [5] J.M.A. Wade, Philos. Mag. 20 (1969) 1107.
- [6] J.E. Nicholson, B.S. Cort and G.P. Cort, J. Low Temp. Phys. 26 (1977) 69.
- [7] H. Rogalla and C. Heiden, Phys. Lett. 63A (1977) 63.
- [8] L. Miu and S. Popa, J. Low Temp. Phys. 42 (1981) 203.
- [9] H. Boersch, B. Lischke and H. Söllig, Phys. Stat. Sol. (b) 61 (1974) 215.
- [10] G. Luderer, P. Duillenkopf and G. Laukien, Cryogenics 14 (1974) 518.
- [11] M.J. Leupold and Y. Iwasa, Cryogenics 16 (1976) 215.
- [12] J. Chaussy, J.L. Genicon, J. Mazuer and A. Sulpice, to be published.
- [13] L. Neel, Ann. Geophys. 5 (1949) 99.  
L. Neel, J. Phys. Soc. Japan 17B1 (1962) 676.
- [14] A. Berton et al., J. de Phys. 40 (1979) L-391.
- [15] A. Berton et al., J. Magn. Magn. Mater. 15 (1980) 203.
- [16] P.W. Anderson and Y.B. Kim, Rev. Mod. Phys. 36 (1964) 39.



R E F E R E N C E S

1. J.S. PHILO, W.M. FAIRBANK, Rev. Sci. Instrum. 48, 1529 (1977).
2. J.E. ZIMMERMAN, J. Appl. Phys. 48, 702 (1977).
3. J. MARTY, Thèse Docteur-Ingénieur, Université de Grenoble (1981).
4. R.D. BLAUGHER, Proc. of the 4th ICMC San Diego, August 10-14 1981, Adv. Cryog. Engin. 28, 689 (1982).
5. J. CHAUSSY, J.L. GENICON, J. MAZUER, J. PILON, A. SULPICE, Brevet d'invention n° 83.11147 (1983).
6. Y.N.G. TONG, Thèse Docteur-Ingénieur, Université de Grenoble (1980).
7. M.J. LEUPOLD, Y. IWASA, Cryogenics 16, 215 (1976).
8. Manuel d'utilisation : pont de mesure de résistances à 4 fils, Barras Provence, 04100 Manosque, France.
9. J.W. THOMASSON, D.M. GINSBERG, Rev. Sci. Instrum. 47, 387 (1976).
10. K.A. MUETHING, D.O. EDWARDS, J.D. FEDER, W.J. GULLY, H.N. SCHOLZ, Rev. Sci. Instrum. 53, 485 (1982).
11. T.I. SMITH, J. Appl. Phys. 44, 852 (1973).
12. F.W. GROWER, Dever Publications, Inc. New-York (1962).
13. Notice technique : pont de mesure d'inductances mutuelles, Barras Provence, 04100 Manosque, France.
14. J.L. THOLENCE, communication privée.
15. Rapport du Centre d'Essais et de Recherches sur les Matériaux, Alsthom Atlantique, Belfort.
16. J.M. LICK, Cryogenics 9, 438 (1969).
17. J.C. VALLIER, Communication privée.
18. J.A. GERBER, W.L. BURMESTER, D.J. SELLMYER, Rev. Sci. Instrum. 53, 691 (1982).
19. J.P. REBOULLAT, Thèse d'Etat, Université de Grenoble (1972).
20. B. TISSIER, Thèse d'Etat, Université de Grenoble (1977).
21. R.E. SARWINSKI, Cryogenics 17, 671 (1977).
22. S.E. NAVE, P.G. HURAY, Rev. Sci. Instrum. 51, 7 (1980).
23. Vacuumschmelze G.M.B.H., Hanau, West Germany.
24. P. GANDIT, Thèse Docteur-Ingénieur, Université de Grenoble (1983).
25. J. ODIN, Thèse d'Etat, Université de Grenoble (1982).
26. A. BERTON, J. CHAUSSY, J. ODIN, R. RAMMAL, R. TOURNIER, J. Physique-Lettres, 43, 153 (1982).

27. K.N. M'SIRDI, Thèse Docteur 3ème Cycle, Université de Grenoble (1983).
28. R.C. SNARE, O.D. MEANS, IEEE Trans. Magn. MAG13, 1107 (1977).
29. K. HARADA, Y. KOZIMA, Y. FUJII, S. TAKEUCHI, IEEE Trans. Magn. MAG16, 698 (1980).
30. J.F. SCARZELLO, D.S. LENKO, R.E. BROWN, A.D. KRALL, IEEE Trans. Magn. MAG14, 574 (1978).
31. H.R. IRONS, L.J. SCHWEE, IEEE Trans. Magn. MAG 8 (1972).
32. J.R. BURGER, IEEE Trans. Magn. MAG8, 791 (1972).
33. D.C. SCOUTEN, IEEE Trans. Magn. MAG 8, 223 (1972).
34. D.I. GORDON, R.E. BROWN, IEEE Trans. Magn. MAG 8, 76 (1972).
35. Y.B. KIM, C.F. HEMPSTEAD, A.F. STRNAD, Phys. Rev. Lett. 9, 306 (1962).
36. P.W. ANDERSON, Phys. Rev. Lett. 9, 310 (1962).
37. J. CHAUSSY, J.L. GENICON, J. MAZUER, M. RENARD, A. SULPICE, Phys. Lett. 87A, 61 (1981).
38. M.S. LUBELL, G.T. MALLICK, Appl. Phys. Lett. 4, 206 (1964).
39. R.W. MEYERHOFF, B.H. HEISE, J. Appl. Phys. 36, 137 (1965).

INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE GRENOBLE

Président: Daniel BLOCH

Année universitaire 1983-1984

Vice-Présidents: René CARRE  
Hervé CHERADAME  
Jean-Pierre LONGQUEUE

Professeur des Universités

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

Professeurs Associés

BLACKWELDER	Ronald	E.N.S.H.G	PURDY	Gary	E.N.S.E.E.G
HAYASHI	Hirashi	E.N.S.I.E.G			

Professeurs Université des Sciences Sociales (Grenoble II)

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

Chercheurs du C.N.R.S

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

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

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

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

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

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

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

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

E.N.S.H.G.

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

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

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

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

CHARUEL Robert

C.E.N.G.

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

Laboratoires extérieurs :

C.N.E.T.

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

I.N.S.A. Lyon

GAUBERT C.

\*\*\*\*\*

# ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DES MINES DE SAINT-ETIENNE

Directeur : Monsieur M. MERMET  
Directeur des Etudes et de la formation : Monsieur J. LEVASSEUR  
Directeur des recherches : Monsieur J. LEVY  
Secrétaire Général : Mademoiselle M. CLERGUE

## Professeurs de 1ère Catégorie

COINDE	Alexandre	Gestion
GOUX	Claude	Métallurgie
LEVY	Jacques	Métallurgie
LOWYS	Jean-Pierre	Physique
MATHON	Albert	Gestion
RIEU	Jean	Mécanique - Résistance des matériaux
SOUSTELLE	Michel	Chimie
FORMERY	Philippe	Mathématiques Appliquées

## Professeurs de 2ème catégorie

HABIB	Michel	Informatique
PERRIN	Michel	Géologie
VERCHERY	Georges	Matériaux
TOUCHARD	Bernard	Physique Industrielle

## Directeur de recherche

LESBATS	Pierre	Métallurgie
---------	--------	-------------

## Maîtres de recherche

BISCONDI	Michel	Métallurgie
DAVOINE	Philippe	Géologie
FOURDEUX	Angeline	Métallurgie
KOBYLANSKI	André	Métallurgie
LALAUZE	René	Chimie
LANCELOT	Francis	Chimie
LE COZE	Jean	Métallurgie
THEVENOT	François	Chimie
TRAN MINH	Canh	Chimie

## Personnalités habilitées à diriger des travaux de recherche

DRIVER	Julian	Métallurgie
GUILHOT	Bernard	Chimie
THOMAS	Gérard	Chimie

## Professeur à l'UER de Sciences de Saint-Etienne

VERGNAUD	Jean-Maurice	Chimie des Matériaux & chimie industrielle
----------	--------------	--

\*\*\*\*\*



## AUTORISATION DE SOUTENANCE

VU les dispositions de l'article 3 de l'arrêté du 16 avril 1974,

VU les rapports de présentation de Messieurs

- . R. PAUTHENET, Professeur
- . J. CHAUSSY, Maître de recherche

**Monsieur Sulpice André**

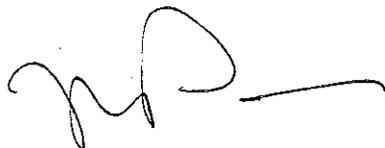
est autorisé à présenter une thèse en soutenance pour l'obtention du diplôme de  
DOCTEUR-INGENIEUR, spécialité "Instrumentation et Mesures"

Fait à Grenoble, le 9 avril 1984

Le Président de l'I.N.P.-G

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

*P.O. le Vice-Président,*





## RESUME

Nous avons mis au point un magnétomètre permettant de mesurer sous champ de très petites aimantations par une méthode d'extraction entre 1 K et 300 K. La température est très stable et les temps de réponses thermiques sont très courts. Pour réaliser la bobine de champ magnétique, nous avons mis au point des contacts électriques magnétoformés dont la résistance est inférieure à  $10^{-17} \Omega$ .

La mise en place de l'échantillon ou son retrait ne prend que quelques minutes. Nous utilisons un picovoltmètre à hacheur supraconducteur pour mesurer la f.e.m. aux bornes de la bobine de détection.

La sensibilité de l'appareillage est de  $10^{-7}$  u.e.m. ( $10^{-10} \text{A.m}^2$ ).

## MOTS-CLES

Basses températures, contacts magnétoformés, flux-creep, stabilité de champ magnétique, picovoltmètre, hacheur supraconducteur, mesure d'aimantation, magnétomètre à fluxgate.

