T H E S E

présentée

A L'UNIVERSITE SCIENTIFIQUE ET MEDICALE DE GRENOBLE

par

Luis DEL CASTILLO

pour obtenir

LE GRADE DE DOCTEUR DE 3ème CYCLE

-:-:-

MESURES D'AIMANTATION A TRES BASSE TEMPERATURE A L'AIDE D'UN INTERFEROMETRE SUPRACONDUCTEUR

-:-:-

Soutenue le 22 Juin 1973, devant la Commission d'Examen

MM. A. LACAZE — Président

E. CARBONEL
M. RENARD
D. THOULOUZE — Examinateurs

UNIVERSITE SCIENTIFIQUE

ET MEDICALE DE GRENOBLE

LISTE DES PROFESSEURS

Président : Monsieur Michel SOUTIF

Vice-Président : Monsieur Gabriel CAU

PROFESSEURS TITULAIRES

MM.	ANGLES D'AURIAC Paul	Mécanique des fluides
	AUBERT Guy	Physique
	ARNAUD Georges	Clinique des maladies infectieuses
	ARNAUD Paul	Chimie
	AYANT Yves	Physique approfondie
Mme	BARBIER Marie-Jeanne	Electrochimie
MM.	BARBIER Jean-Claude	Physique expérimentale
	BARBIER Reynold	Géologie appliquée
	BARJON Robert	Physique nucléaire
	BARNOUD Fernand	Biosynthèse de la cellulose
	BARRA Jean-René	Statistiques
	BARRIE Joseph	Clinique chirurgicale
	BENOIT Jean	Radioélectricité
	BESSON Jean	Electrochimie
	BEZES Henri	Chirurgie générale
	BLAMBERT Maurice	Mathématiques Pures
	BOLLIET Louis	Informatique (IUT B)
	BONNET Georges	Electrotechnique
	BONNET Jean-Louis	Clinique ophtalmologique
	BONNET-EYMARD Joseph	Pathologie médicale
	BONNIER Etienne	Electrochimie Electrométallurgie
	BOUCHERLE André	Chimie et Toxicologie
	BOUCHEZ Robert	Physique nucléaire
	BRAVARD Yves	Géographie
	BRISSONNEAU Pierre	Physique du Solide
	BUYLE-BODIN Maurice	Electronique
	CABANAC Jean	Pathologie chirurgicale
	CABANEL Guy	Clinique rhumatologique et hydrologie
	CALAS François	Anatomie
	CARRAZ Gilbert	Biologie animale et pharmacodynamie
	CAU Gabriel	Médecine légale et Toxicologie
	CAUQUIS Georges	Chimie organique
	CHABAUTY Claude	Mathématiques Pures
	CHARACHON Robert	Oto-Rhino-Laryngologie
	CHATEAU Robert	Thérapeutique

MM.	CHENE Marcel	Chimie papetière
	COEUR André	Pharmacie chimique
	CONTAMIN Robert	Clinique gynécologique
	COUDERC Pierre	Anatomie Pathologique
	CRAYA Antoine	Mécanique
Mme	DEBELMAS Anne-Marie	Matière médicale
MM.	DEBELMAS Jacques	Géologie générale
	DEGRANGE Charles	Zoologie
	DESSAUX Georges	Physiologie animale
	DODU Jacques	Mécanique appliquée
	DOLIQUE Jean-Michel	Physique des plasmas
	DREYFUS Bernard	Thermodynamique
	DUCROS Pierre	Cristallographie
	DUGOIS Pierre	Clinique de Dermatologie et Syphiligraphie
	FAU René	Clinique neuro-psychiatrique
	FELICI Noël	Electrostatique
	GAGNAIRE Didier	Chimie physique
	GALLISSOT François	Mathématiques Pures
	GALVANI Octave	Mathématiques Pures
	GASTINEL Noël	Analyse numérique
	GERBER Robert	Mathématiques Pures
	GIRAUD Pierre	Géologie
	KLEIN Joseph	Mathématiques Pures
Mme	KOFLER Lucie	Botanique et Physiologie végétale
MM.	KOSZUL Jean-Louis	Mathématiques Pures
	KRAVTCHENKO Julien	Mécanique
	KUNTZMANN Jean	Mathématiques Appliquées
	LACAZE Albert	Thermodynamique
	LACHARME Jean	Biologie végétale
	LATREILLE René	Chirurgie générale
	LATURAZE Jean	Biochimie pharmaceutique
	LAURENT Pierre	Mathématiques Appliquées
	LEDRU Jean	Clinique médicale B
	LLIBOUTRY Louis	Géophysique
	LOUP Jean	Géographie
Melle	LUTZ Elisabeth	Mathématiques Pures
MM.	MALGRANGE Bernard	Mathématiques Pures
	MALINAS Yves	Clinique obstétricale
	MARTIN-NOEL Pierre	Séméiologie médicale
	MASSEPORT Jean	Géographie
	MAZARE Yves	Clinique médicale A
	MICHEL Robert	Minéralogie et Pétrographie
	MOURIQUAND Claude	Histologie
	MOUSSA André	Chimie nucléaire
	NEEL Louis	Physique du Solide
	OZENDA Paul	Botanique
	PAUTHENET René	Electrotechnique
	PAYAN Jean-Jacques	Mathématiques Pures

MM.	PEBAY-PEYROULA Jean-Claude	Physique
	PERRET René	Servomécanismes
	PILLET Emile	Physique industrielle
	RASSAT André	Chimie systématique
	RENARD Michel	Thermodynamique
	REULOS René	Physique industrielle
	RINALDI Renaud	Physique
	ROGET Jean	Clinique de pédiatrie et de puériculture
	SANTON Lucien	Mécanique
	SEIGNEURIN Raymond	Microbiologie et Hygiène
	SENGEL Philippe	Zoologie
	SILBERT Robert	Mécanique des fluides
	SOUTIF Michel	Physique générale
	TANCHE Maurice	Physiologie
	TRAYNARD Philippe	Chimie générale
	VAILLAND François	Zoologie
	VALENTIN Jacques	Physique nucléaire
	VAUQUOIS Bernard	Calcul électronique
Mme	VERAIN Alice	Pharmacie galénique
M.	VERAIN André	Physique
Mme	VEYRET Germaine	Géographie
MM.	VEYRET Paul	Géographie
	VIGNAIS Pierre	Biochimie médicale
	YOCCOZ Jean	Physique nucléaire théorique

PROFESSEURS ASSOCIES

MM.	BULLEMER Bernhard	Physique
	RADHAKRISHNA Pidatala	Thermodynamique

PROFESSEURS SANS CHAIRE

MM.	BEAUDOING André	Pédiatrie
	BERTRANDIAS Jean-Paul	Mathématiques Appliquées
	BIAREZ Jean-Pierre	Mécanique
	BONNETAIN Lucien	Chimie minérale
Mme	BONNIER Jane	Chimie générale
MM.	CARLIER Georges	Biologie végétale
	COHEN Joseph	Electrotechnique
	COUMES André	Radioélectricité
	DEPASSEL Roger	Mécanique des Fluides
	DEPORTES Charles	Chimie minérale
	DESRE Pierre	Métallurgie

MM.	GAUTHIER Yves	Sciences biologiques
	GEINDRE Michel	Electroradiologie
	GIDON Paul	Géologie et Minéralogie
	GLENAT René	Chimie organique
	HACQUES Gérard	Calcul numérique
	JANIN Bernard	Géographie
Mme	KAHANE Josette	Physique
MM.	MULLER Jean-Michel	Thérapeutique
	PERRIAUX Jean-Jacques	Géologie et minéralogie
	POULOUJADOFF Michel	Electrotechnique
	REBECQ Jacques	Biologie (CUS)
	REVOL Michel	Urologie
	REYMOND Jean-Charles	Chirurgie générale
	ROBERT André	Chimie papetière
	SARRAZIN Roger	Anatomie et chirurgie
	SARROT-REYNAULD Jean	Géologie
	SIBILLE Robert	Construction Mécanique
	SIROT Louis	Chirurgie générale
Mme	SOUTIF Jeanne	Physique générale

MAITRES DE CONFERENCES ET MAITRES DE CONFERENCES AGREGES

Melle	AGNIUS-DELORD Claudine	Physique pharmaceutique
Melle	ALARY Josette	Chimie analytique
MM.	AMBLARD Pierre	Dermatologie
	AMBROISE-THOMAS Pierre	Parasitologie
	ARMAND Yves	Chimie
	BEGUIN Claude	Chimie organique
	BELORIZKY Elie	Physique
	BENZAKEN Claude	Mathématiques Appliquées
Mme	BERTRANDIAS Françoise	Mathématiques Pures
MM.	BLIMAN Samuel	Electronique (EIE)
	BLOCH Daniel	Electrotechnique
Mme	BOUCHE Liane	Mathématiques (CUS)
MM.	BOUCHET Yves	Anatomie
	BOUSSARD Jean-Claude	Mathématiques Appliquées
	BOUVARD Maurice	Mécanique des Fluides
	BRIERE Georges	Physique expérimentale
	BRODEAU François	Mathématiques (IUT B)
	BRUGEL Lucien	Energétique
	BUISSON Roger	Physique
	BUTEL Jean	Orthopédie
	CHAMBAZ Edmond	Biochimie médicale
	CHAMPETIER Jean	Anatomie et organogénèse
	CHIAVERINA Jean	Biologie appliquée (EFP)
	CHIBON Pierre	Biologie animale
	COHEN-ADDAD Jean-Pierre	Spectrométrie physique
	COLOMB Maurice	Biochimie médicale
	CONTE René	Physique

MM.	CROUZET Guy	Radiologie
	DURAND Francis	Métallurgie
	DUSSAUD René	Mathématiques (CUS)
Mme	ETERRADOSSI Jacqueline	Physiologie
MM.	FAURE Jacques	Médecine légale
	GAVEND Michel	Pharmacologie
	GENSAC Pierre	Botanique
	GERMAIN Jean-Pierre	Mécanique
	GIDON Maurice	Géologie
	GRIFFITHS Michaël	Mathématiques Appliquées
	GROULADE Joseph	Biochimie médicale
	HOLLARD Daniel	Hématologie
	HUGONOT Robert	Hygiène et Médecine préventive
	IDELMAN Simon	Physiologie animale
	IVANES Marcel	Electricité
	JALBERT Pierre	Histologie
	JOLY Jean-René	Mathématiques Pures
	JOUBERT Jean-Claude	Physique du Solide
	JULLIEN Pierre	Mathématiques Pures
	KAHANE André	Physique générale
	KUHN Gérard	Physique
Mme	LAJZEROWICZ Jeannine	Physique
MM.	LAJZEROWICZ Joseph	Physique
	LANCIA Roland	Physique atomique
	LE JUNTER Noël	Electronique
	LEROY Philippe	Mathématiques
	LOISEAUX Jean-Marie	Physique Nucléaire
	LONGEQUEUE Jean-Pierre	Physique Nucléaire
	LUU DUC Cuong	Chimie Organique
	MACHE Régis	Physiologie végétale
	MAGNIN Robert	Hygiène et Médecine préventive
	MARECHAL Jean	Mécanique
	MARTIN-BOUYER Michel	Chimie (CUS)
	MAYNARD Roger	Physique du Solide
	MICOUD Max	Maladies infectieuses
	MOREAU René	Hydraulique (INP)
	NEGRE Robert	Mécanique
	PARAMELLE Bernard	Pneumologie
	PECCOUD François	Analyse (IUT B)
	PEFFEN René	Métallurgie
	PELMONT Jean	Physiologie animale
	PERRET Jean	Neurologie
	PERRIN Louis	Pathologie expérimentale
	PFISTER Jean-Claude	Physique du Solide
	PHELIP Xavier	Rhumatologie
Melle	PIERY Yvette	Biologie animale
MM.	RACHAIL Michel	Médecine interne
	RACINET Claude	Gynécologie et obstétrique
	RICHARD Lucien	Botanique
Mme	RINAUDO Marguerite	Chimie macromoléculaire

MM.	ROMIER Guy	Mathématiques (IUT B)
	ROUGEMONT (DE) Jacques	Neuro-Chirurgie
	STIEGLITZ Paul	Anesthésiologie
	STOEBNER Pierre	Anatomie pathologique
	VAN CUTSEM Bernard	Mathématiques Appliquées
	VEILLON Gérard	Mathématiques Appliquées (INP)
	VIALON Pierre	Géologie
	VOOG Robert	Médecine interne
	VROUSSOS Constantin	Radiologie
	ZADWORNY François	Electronique

MAITRES DE CONFERENCES ASSOCIES

MM.	BOUDOURIS Georges	Radioélectricité
	CHEEKE John	Thermodynamique
	GOLDSCHMIDT Hubert	Mathématiques
	YACOUD Mahmoud	Médecine légale

CHARGES DE FONCTIONS DE MAITRES DE CONFERENCES

Mme	BERIEL Hélène	Physiologie
Mme	RENAUDET Jacqueline	Microbiologie

Le travail qui fait l'objet de ce mémoire a été effectué dans le laboratoire du Centre de Recherches sur les Très Basses Temperatures.

Je voudrais exprimer ma réconnaissance à Monsieur le Professeur A. LACAZE pour m'avoir accueilli dans son laboratoire et avoir accepté de présider le jury d'examen.

Je remercie M. RENARD pour avoir bien voulu être du jury et pour les interesantes discussions.

M. CARBONEL a eu la gentillesse de faire partie du jury, je l'en remercie.

M. THOULOUZE m'a proposé le sujet de cette thèse. Je lui suis très reconnaissant pour toute l'aide amicale qu'il m'a apportée. Je tiens à le remercier très particulièrement.

Je remercie vivement M. FROSSATI avec lequel J'ai travaillé pendant toute la période de ce travail

Je voudrais exprimer ici ma réconnaissance à M. LAMARCHE avec qui je me suis initié au fonctionnement du SQUID.

Je remercie M. SIAUD pour l'aide qu'il m'a apporté, ainsi que M. PILON, M. PICOT, M. BOULBES et tous ceux qui d'une façon ou d'une autre m'ont aidé à presenter ce travail.

Ce travail a été effectué avec l'aide financière du Centro de Investigación de Materiales (U.N.A.M. México).

I -LE REFRIGERATEUR A DILUTION

I.1. Généralités sur les solutions de ^3He dans l'^4He..... 1

I.2. Applications aux réfrigérateurs à dilution..... 1

I.3. Pression osmotique..... 3

I.4. Calcul d'enthalpie..... 5

I.5. Puissance frigorifique..... 7

I.6. Limitations..... 8

I.7. L'évaporateur..... 8

I.8. Echangeurs de chaleur..... 10

I.9. Chambre de mélange..... 19

I.10. Thermomètres..... 20

II - INTERFEROMETRES SUPRACONDUCTEURS (SQUID)

APPLICATION EN MAGNETOMETRIE

II.I. CARACTERISTIQUES DES JONCTIONS FAIBLES

II.1.1. Introduction..... 25
II.I.2. Quantification de l'intégrale de phase..... 27
II.I.3. Etats magnétiques stationnaires..... 29
II.I.4. Influence de la caractéristique de la jonction. 32

II.2. UTILISATION DU SQUID COMME APPAREIL DE MESURE

II.2.I. Le Squid..... 35
II.2.2. Caractéristiques du couplage entre le circuit résonnant et le Squid..... 38
II.2.3. Influence d'un champ continu..... 39
II.2.4. Circuit de détection et de contreréaction.... 41

II.3. UTILISATION DU SQUID EN MAGNETOMETRIE

II.3.I. Principe général..... 42
II.3.2. Le transformateur de flux..... 43
II.3.3. Ensemble expérimental..... 47
II.3.4. Limitations..... 48

II.4. UNE METHODE POSSIBLE DE DETERMINATION DU ZERO.. 51

III - RESULTATS

III.I. REALISATION D'UNE EXPERIENCE..... 55

III.2. SYSTEME DILUE Cu-Mn..... 56

III.3. APPLICATION A L'AIDE DU SYSTEME DILUEE Pd-Fe.. 58

INTRODUCTION

L'utilisation des réfrigerateurs à dilution pour la production de très basses temperatures a été l'objet de nombreuses études, nonseulement en ce qui concerne les solutions diluées de ^{3}He en ^{4}He, mais aussi les problèmes technologiques qui accompagnent la production de très basses températures.

Néan moins, s'il est relativement facile d'obtenir des températures allant jusqu'à 2o m K, les températures inférieures sont beaucoup plus difficiles à atteindre.

La première partie de ce mémoire est dediée à la solution des problèmes technologiques pour l'obtention de températures inférieures à 20 m K. On présente dans cette section une étude de différents types d'échangeurs de chaleur en poudre de cuivre fritté, en feuilles de cuivre mince et plus particulièrement un nouveau type d'échangeur beaucoup plus efficace en matière plastique.

La deuxième partie est dediée à la description et au montage d'un magnétomètre supraconducteur très sensible (SQUID). Dans cette même section, on propose une méthode possible de détermination du zéro dans les mesures d'aimantation avec le SQUID.

Pour vérifier le bon fonctionnement de notre dispositif, nous avons mesuré l'aimantation d'un échantillon de Cu-Mn, que l'on a comparée avec les résultats obtenus par d'autres auteurs.

Finalement, nous avons effectué la mesure du système Pd-Fe très dilué dont les propriétés à très basse température et champs faibles sont peu connues et sont l'objet d'études récentes.

I.1. GENERALITES SUR LES SOLUTIONS DE ^3He DANS L'^4He

Au-dessous de 0,87K, certaines solutions de ^3He dans l'^4He se séparent en deux phases distinctes, l'une très riche en ^3He, (phase concentrée), qui flotte sur une solution riche en ^4He, plus dense, (phase diluée) avec une surface de séparation entre elles.

La concentration dans les deux phases est fonction de la température, mais au zéro absolu, la phase concentrée est ^3He pur, alors que la phase diluée contient approximativement 6,4% (1) de ^3He (fig. 1.1).

L'entropie négligeable de l'^4He liquide au-dessous de 0,5K a comme conséquence que dans la phase diluée les quasi-particules de ^3He se comportent comme un gaz de Fermi-Dirac. Cette analogie peut s'étendre à ses propriétés thermodynamiques aussi bien que hydrodynamiques (2).

Pour une température T (T < 0,87K) les deux phases se trouvent en équilibre thermodynamique ($\mu_{33} = \mu_{34}$) comme un liquide et sa vapeur. La méthode de dilution consiste à appauvrir la phase diluée en atomes d'^3He. Pour rétablir l'équilibre thermodynamique, des atomes de ^3He de la phase concentrée vont traverser la surface de séparation, en produisant un refroidissement analogue à celui produit par la détente adiabatique d'un gaz.

I.2. APPLICATION AUX REFRIGERATEURS A DILUTION

La disposition générale d'un réfrigérateur à dilution est représentée dans la fig. 1.2.

L'^3He concentré est refroidi dans un bain de ^4He liquide avant d'être condensé dans un bain auxiliaire de ^4He à approximativement 1K.

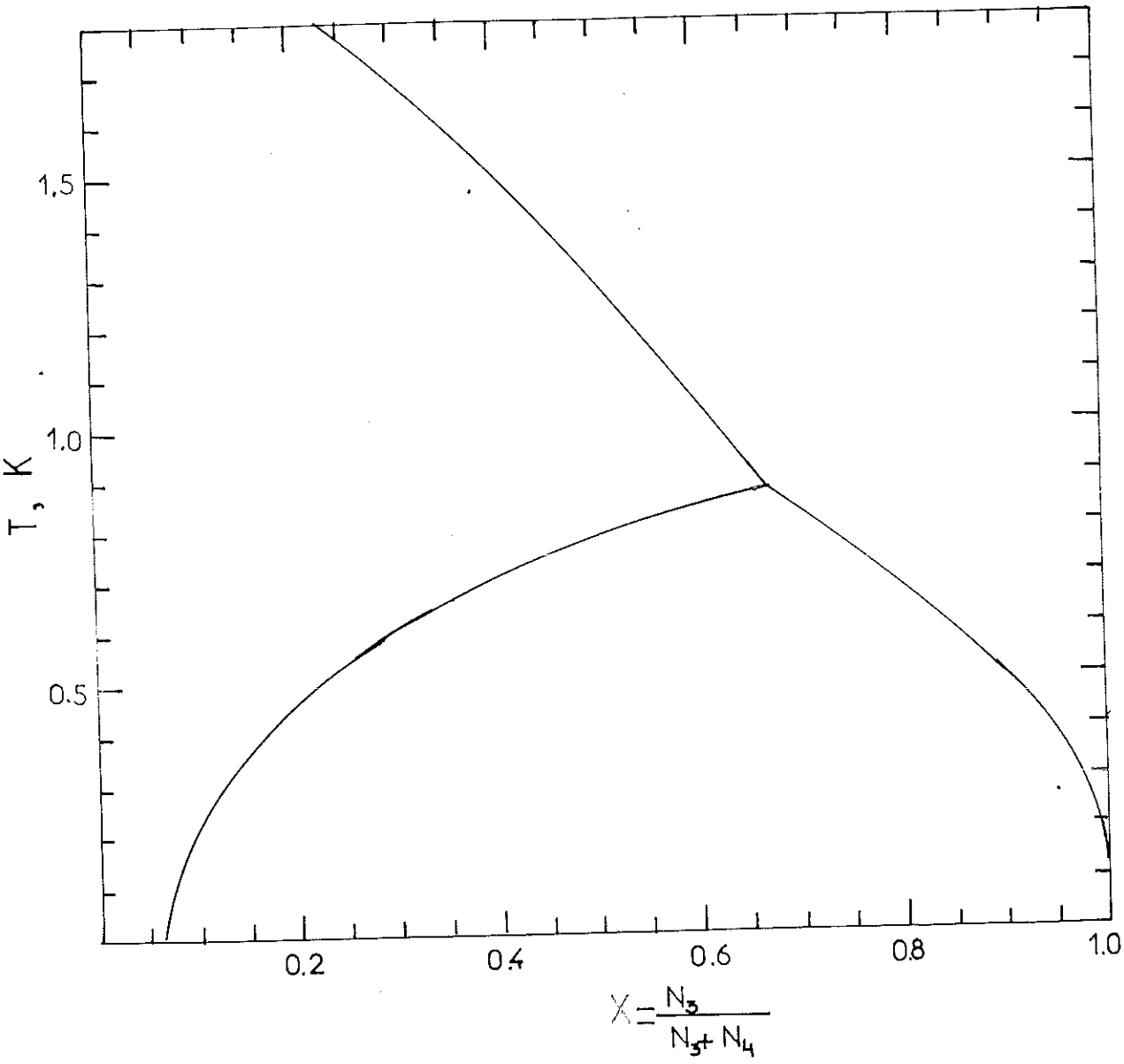
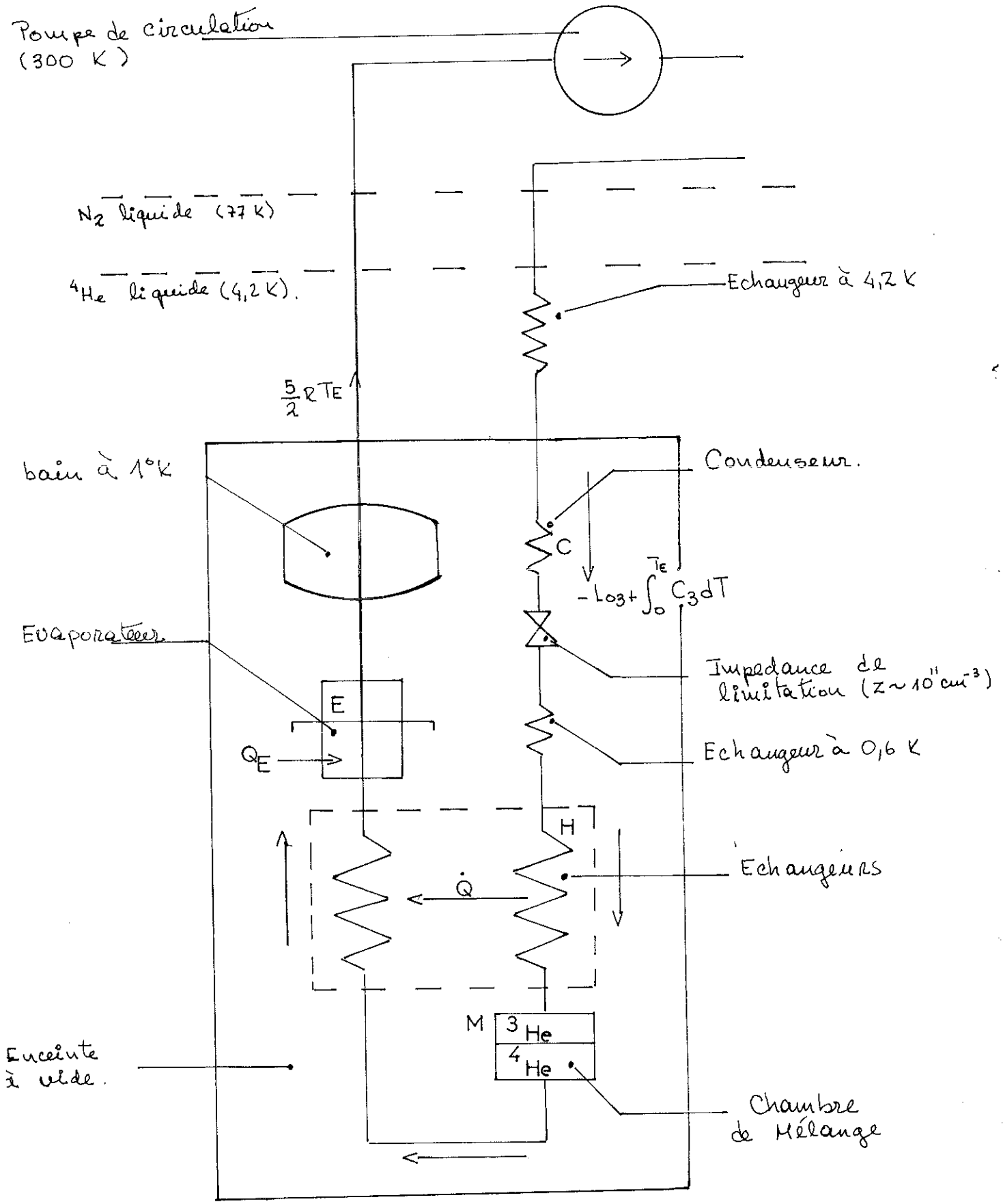


FIG. 1.1 Séparation de phases

FIG. 1.2


Pompe de circulation
(300 K)
N_2 liquide (77 K)
^4He liquide (4,2 K).
Echangeur à 4,2 K
$\frac{5}{2} R T_E$
bain à 1°K
Condenseur.
C
$-\log_3 + \int_0^{T_E} C_3 dT$
Evaporateur.
Impedance de limitation ($z \sim 10^{11} cm^{-3}$)
E
Q_E
Echangeur à 0,6 K
H
Echangeurs
$\dot{Q}$
M
^3He
^4He
Enceinte à vide.
Chambre de Mélange

L'^{3}He concentré est considéré comme un liquide de Fermi ; sa chaleur spécifique est proportionnelle à la température.

Le liquide produit en C passe à travers une impédance ($Z = 10\ cm^{-3}$) de limitation de la pression d'injection. Cependant cette pression doit rester supérieure à la pression de condensation à cette température pour éviter la formation de gaz.

Le liquide est refroidi à la température de l'évaporateur (E) ($0,5 \leq TE \leq 0,8K$) et il passe à la chambre de mélange (M), traversant une série d'échangeurs de chaleur (H) où il cède son enthalpie à la phase diluée :

$$C_{33} = 25T \text{ J mole}^{-1} \text{ K}^{-1} \qquad T < 110 \text{ mK}.$$

Dans la chambre de mélange, il traverse la zone de séparation de phase et il se dilue dans l'^{4}He en produisant du froid.

L'He^3 va de (M) à (E) en traversant les échangeurs de chaleur à travers l'^{4}He stationnaire sous l'influence d'un gradient de pression osmotique. En(E) l'H_e^3 s'évapore sous vide par une pompe extérieure et réinjectée.

Dans la phase concentrée, la chaleur spécifique de l'^{3}He considérée comme un gaz de Fermi est (3)

$$C_{34} = 107\ T \text{ J mole}^{-1} \text{ K}^{-1}$$

(le long de la cuve de saturation)

$T < 110 \text{mK}.$

C'est-à-dire, que si $\dot{n}_3$ moles de ^{3}He traversent la zone de séparation, la quantité de chaleur qui peut être absorbée est

$$\dot{Q} = \dot{n}_3 \ T\Delta S = \dot{n}_3 \ T\ (107\ T - 25\ T)$$

$$\dot{Q} = \dot{n}_3 \ 82\ T^2.$$

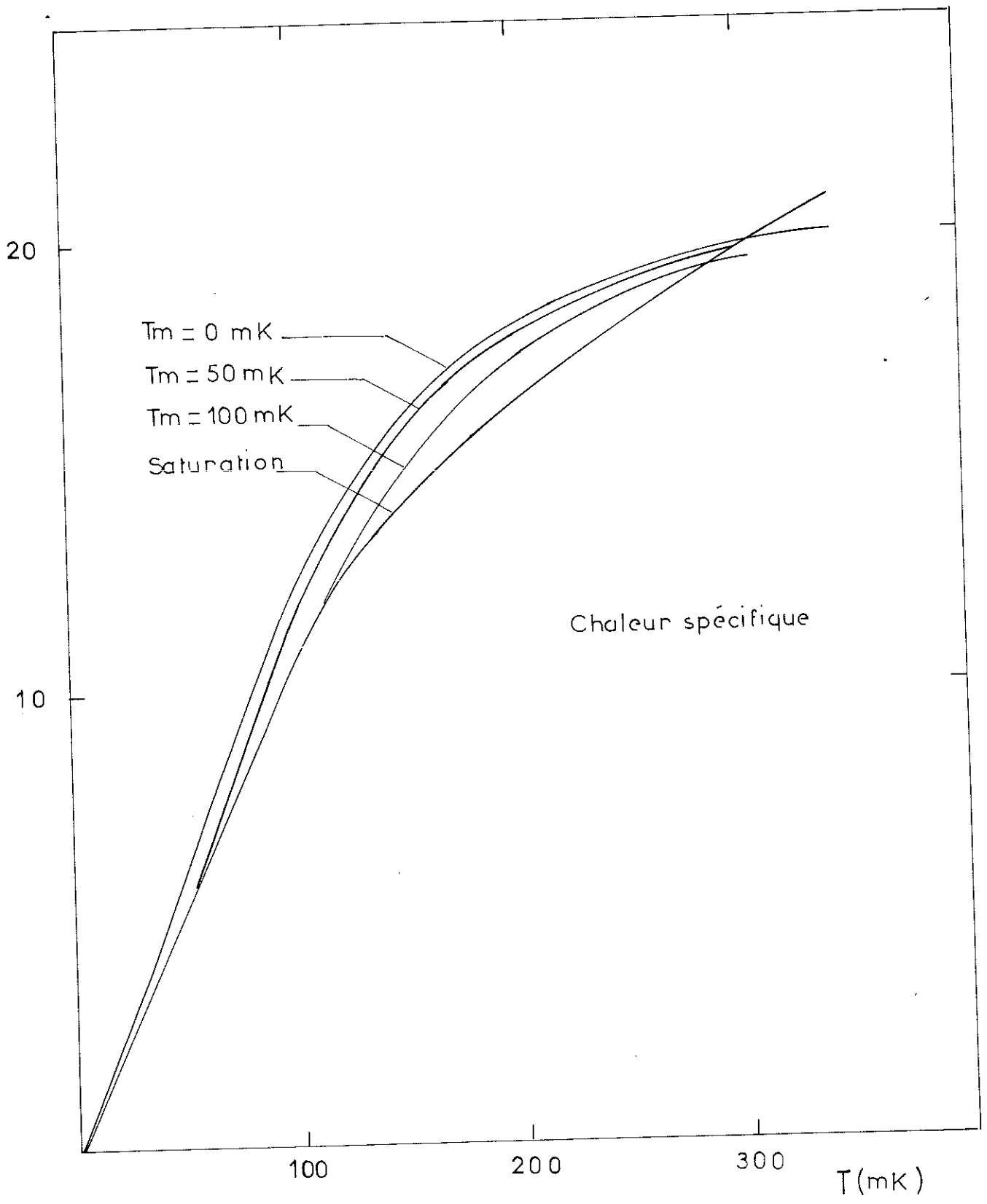

20
10
Tm = 0 mK
Tm = 50 mK
Tm = 100 mK
Saturation
Chaleur spécifique
100
200
300
T(mK)

FIG. 1.3

I.3. PRESSION OSMOTIQUE

La concentration d'atomes d'He^3 en la phase diluée diminue de façon continue. On pompe sur l'évaporateur, ce qui diminue la concentration et fait que l'^3He émigre jusqu'à l'évaporateur depuis la chambre de mélange. Pour rétablir l'équilibre thermodynamique, des atomes d'^3He vont traverser la surface de séparation.

Le potentiel chimique des atomes d'He^4 de la phase diluée est affectée par les atomes de ^3He qui sont en solution

$$\mu_4 = f(T, P, x) \qquad 1.1$$

$$d\mu = \frac{\partial \mu}{\partial P} dP + \frac{\partial \mu}{\partial T} dT + \frac{\partial \mu}{\partial x} dx \qquad 1.2$$

donc

$$\mu_4 = \mu_4(0,0,0) + \int \frac{\partial \mu_4}{\partial P}\bigg|_{\substack{T=0\\x=0}} dP + \int \frac{\partial \mu_4}{\partial T}\bigg|_{x=0} dT + \int \frac{\partial \mu_4}{\partial x} dx \qquad 1.3$$

Or la thermodynamique classique donne

$$\frac{\partial \mu_4}{\partial P}\bigg|_{\substack{T=0\\x=0}} = V_4 \qquad \frac{\partial \mu_4}{\partial T}\bigg|_{x=0} = -S_4 \qquad 1.4$$

le deuxième terme représente la pression fontaine :

$$P_{fontaine} = \int_0^T \left(\frac{S}{V}\right) dT \qquad (S/V \text{ est l'entropie par volume}).$$

Celle-ci est due au mouvement de l'^4He superfluide qui tend à circuler des régions froides aux régions plus chaudes. Elle a en général une valeur faible par rapport à la pression osmotique. Le dernier terme, en utilisant la relation de Gibbs-Duhem :

$$x \frac{\partial \mu_4}{\partial x}\bigg|_{T,P} + (1-x) \frac{\partial \mu_4}{\partial x}\bigg|_{T,P} = 0 \qquad 1.5$$

peut être écrit comme

$$\int_0^x \frac{x}{1+x} \frac{\partial \mu_{34}}{\partial x}\bigg|_{T,P} dx = V_4 \Pi \qquad 1.6$$

et donc

$$\mu_4 - \mu_4(0,0,0) = V_4 (P - P_f - \Pi) \qquad 1.7$$

Si $P + P_f << \Pi$

$$\mu_4 = \mu_4(0) - V_4 \Pi \qquad 1.8$$

Dans ce cas, les isobares osmotiques sont équivalentes aux courbes μ_4 = constant (fig. 1.3).

Si on prend le cas classique d'une solution idéale, le potentiel chimique est donné par

$$\mu_{34}(T, P, x) = \mu_3(T, P) + RT \ln x$$

$$\left(\frac{\partial \mu_{34}}{\partial x_4}\right)_{T,P} = \frac{RT}{x} \qquad 1.9$$

Si on considère encore que la solution est très diluée ($1-x \approx 1$), alors

$$\Pi = \frac{RTx}{V_4}$$

Si $V_4/x = V_{34}$ est le volume molaire de l'^{3}He dans la solution diluée, on obtient finalement :

$$\Pi = \frac{RT}{V_{34}} \qquad 1.10$$

qui est l'expression de la pression pour un gaz parfait de la même densité que le gaz de quasi-particules en solution. Cette équation (1.10) est valable si la solution est assez diluée et si le quasi-gas est peu dégénéré, c'est-à-dire : $T >> T_F$.

Dans le cas d'une solution de 6,4% de ^{3}He, la température de dégénérescence est approximativement 0,3°K. A basses températures, si le quasi-gaz est fortement dégénéré ($T << T_F$),

$$\Pi V_{34} = \frac{2}{5} R T_F. \qquad 1.11$$

L'équation d'état d'un gaz de Fermi, c'est-à-dire

$$\Pi = \frac{2 R T_F}{5 V_{34}} \sim 20 \text{ torr}$$

pour une solution 6,4%.
La fig. 1.4 montre la variation de la pression osmotique de différentes solutions de ^3He en ^4He en fonction de la température. A titre comparatif, on montre aussi la variation de la pression fontaine.

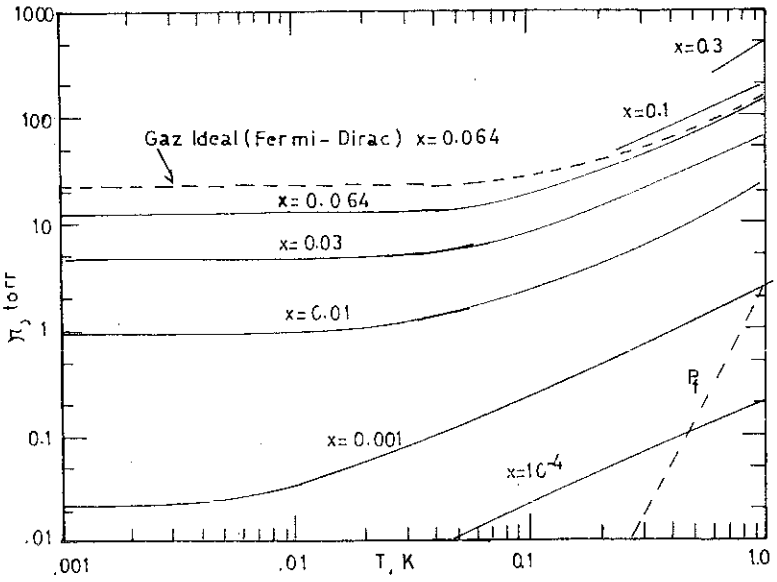


Fig. 1.4

Pression osmotique

1.4. CALCUL D'ENTHALPIE

La différence d'enthalpie en général est donnée par

$$dH = T\,d\,S + V\,dp. \qquad 1.12$$

Pour le côté concentré dans lequel on considère l'^3He comme un liquide, on peut négliger le terme de pression

$$\Delta H = T\,\Delta S$$

$$H_{33} = \int_0^T T ds \quad , \quad dS = \frac{C_v}{T}\,dT$$

$$H_{33} = \int_0^T C_v \, dT = \int_0^T 25 T \, dT$$

$$H_{33}(0) = 0$$

$$H_{33} = 12,5\, T^2 \qquad 1.13$$

En ce qui concerne la partie <u>diluée</u> assimilable à un gaz, il faut considérer que les quasi-particules de ^3He sont soumises à l'effet d'une certaine pression osmotique qui correspond à la pression du gaz

$$dH = T\, d\, S + V\, dp$$

Or $$T dS = C_p dT - T \left(\frac{\partial V}{\partial T}\right) d\Pi$$

$$dH = C_p dT + \left(V - T \frac{\partial V}{\partial T}\right) d\Pi \qquad 1.14$$

(Π est la pression osmotique).

On peut évaluer le second terme en considérant qu'au moment de la séparation de phase, l'équilibre thermodynamique entre les deux phases nous permet d'écrire :

$$G_{33} = G_{34}$$

$$H_{33} - T\, S_{33} = H_{34} - T\, S_{34}$$

$$H_{34} = H_{33} + T\,(S_{34} - S_{33}) = H_{33} + T\Delta S$$

où $T\Delta S$ est la chaleur de dilution $(\overset{\circ}{q})$

$$\overset{\circ}{q} = 82\, T^2 \qquad 1.15$$

donc

$$H_{34} = 94,5\, T^2 \text{ J mole}^{-1} \qquad 1.16$$

sur la courbe de séparation $(T < 110$ m°K)

Par contre dans le cas d'une transformation à pression osmotique constante comme c'est le cas entre la B.M. et l'évaporateur l'enthalpie sera de la forme

$$\Delta H_{34} = \int_{T_1}^{T_2} C_\Pi \, dT \sim 58\, T^2 \text{ J mole}^{-1} \qquad 1.17.$$

I.5. PUISSANCE FRIGORIFIQUE

Un bilan d'enthalpie au niveau de la chambre de mélange nous permet de connaître la puissance frigorifique d'un appareil à dilution. Soit H_e l'enthalpie des atomes d'^3He qui entrent dans la chambre de mélange, H_c et H_d les enthalpies des solutions concentrée et diluée dans la chambre juste avant et après la dilution et H_s l'enthalpie du liquide qui sort.

On a alors, si $\dot{n}_3$ est le flux molaire d'atomes d'He^3

$$\frac{\dot{Q}}{\dot{n}_3} = \Delta H \quad J\ mole^{-1} \qquad 1.18$$

c'est à dire

$$\frac{\dot{Q}}{\dot{n}_3} = (H_s - H_d) + T_{B.M.}\,\Delta S + (H_c - H_e)$$

Avec les valeurs données précédemment, on peut écrire :

$$\frac{\dot{Q}}{\dot{n}_3} = 58\,(T_s^2 - T_{B.M.}^2) + 82\,T_{B.M.}^2 - 12{,}5\,(T_e^2 - T_{B.M.}^2) \quad J\ mole^{-1}$$

Si on considère que $T_s = T_{BM}$ (c'est-à-dire, dans la mesure où la phase diluée ne s'échauffe pas au moment d'abandonner la chambre de mélange)

$$H_s - H_d = 0$$

donc la puissance sera donnée par

$$\frac{\dot{Q}}{\dot{n}_3} = 94{,}5\,T_{B.M.}^2 - 12{,}5\,T_e^2 \quad J\ mole^{-1} \qquad 1.19$$

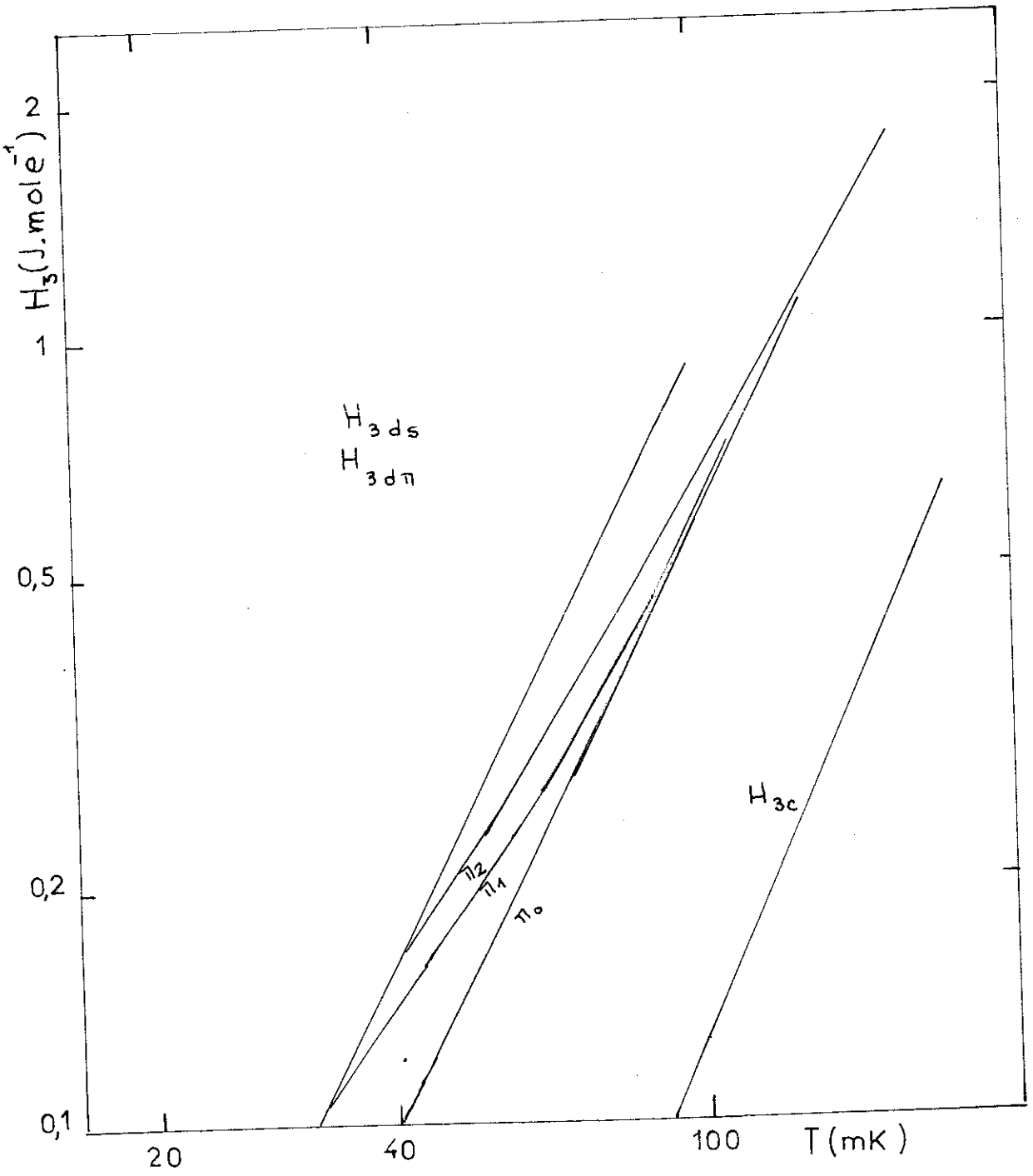
Si $\dot{q}$ représente les pertes thermiques, $\dot{Q} - \dot{q}$ sera la puissance frigorifique utile et la température minimale T_M c'est-à-dire $\dot{q} = \dot{n}_3\,(94{,}5\,T_M^2 - 12{,}5\,Te^2)$

Dans le cas optimal où les pertes seraient nulles

$$T_M = 0{,}36\,Te \qquad 1.20$$

donc avant tout, la température minimale dépend du bon échange thermique de la phase concentrée avec la phase diluée avant

FIG 1.5



Enthalpies

d'arriver à la chambre de mélange, fait qui met en évidence le rôle primordial joué par les échangeurs de chaleur.

I.6. LIMITATIONS

La température minimale qui peut être obtenue dans un réfrigérateur à dilution est limitée par les propriétés intrinsèques des solutions d'hélium qui entrent dans la dilution.

Une solution à 6% de ^3He, sous l'effet d'une perte de charge osmotique de $\Delta\Pi$= 1 millibar, subit un réchauffement visqueux spontané, de 10°mK à 30°mK environ. Pour éviter ou diminuer ce phénomène, il faut augmenter la section de passage des capillaires de pompage. Mais puisque la conductivité thermique (K) du mélange croît comme l'inverse de la température ($K = 25\ T^{-1}$ erg/sec.cm.K), le fait d'augmenter le passage peut court-circuiter thermiquement le dernier échangeur et la boîte à mélange. Un bilan de ces divers phénomènes [4] permet de définir une relation donnant la température minimale qu'il soit possible d'obtenir :

$$T_{B.M} = 4 \left(\frac{1}{d}\right)^{1/3} \text{ mK} \qquad 1.21$$

où d est le diamètre du capillaire de sortie en milimètres.

Comme conclusion, on peut dire que pour une géométrie et des apports de chaleur raisonnables, la température limite qu'on peut espérer d'un bon réfrigérateur à dilution en régime continu est de l'ordre de 10 mK.

I.7. L'EVAPORATEUR

L'évaporateur est l'élément qui assure la circulation et impose le flux ($\dot{n}_3$ = mol/sec). Le flux de ^3He vaporisé détermine la puissance frigorifique (sec. I.5) dans la chambre

de mélange. Il est facile d'évaporer et pomper l'^{3}He (34 μHg à 0,6K , 126 μHg à 0,85K)(5), mais un phénomène parasite dû au film d'^{4}He superfluide conduit à pomper également l'^{4}He. La concentration de ^{3}He dans les vapeurs varie de 90% à 0,8K, à 99% à 0,6K. A cela s'ajoute le ^{4}He superfuide qui s'évapore dans la canalisation de pompage et par conséquence diminue la proportion de ^{3}He pompée.

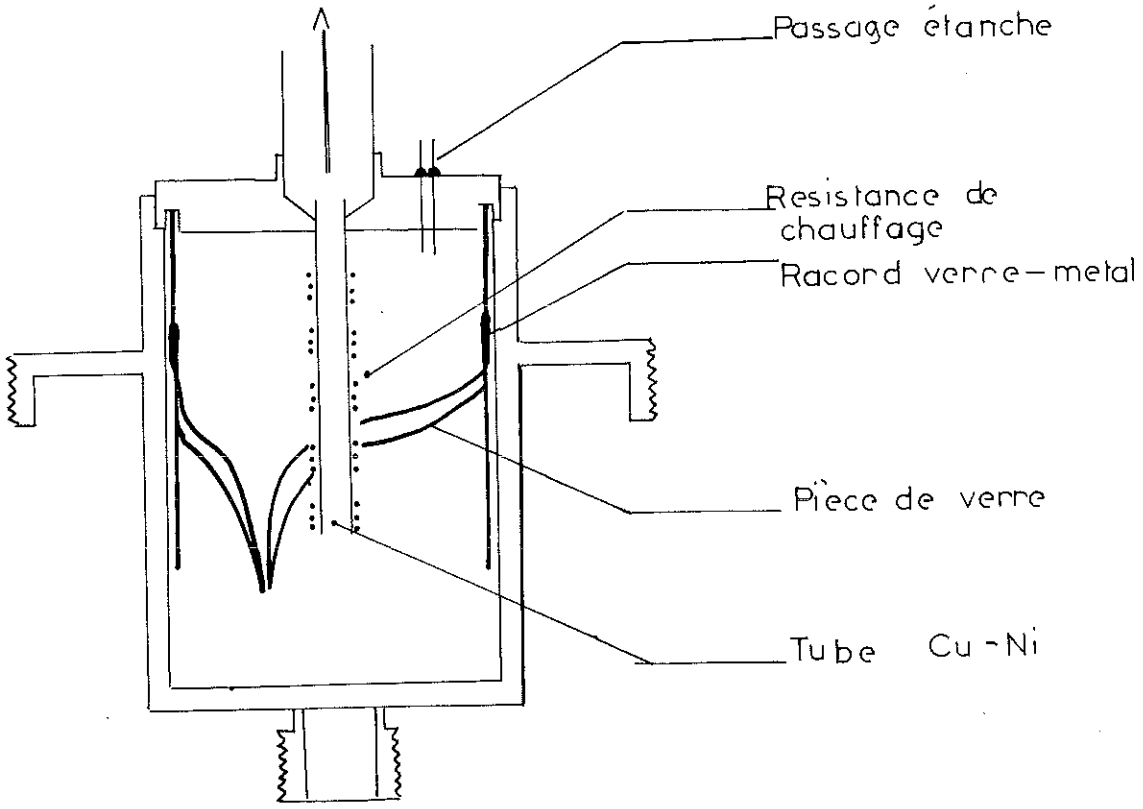
Le système qu'on a adopté dans notre réfrigérateur pour limiter la pellicule de ^{4}He superfluide (fig. 1.6) a été initialement proposé par Wheatley (6) et modifié par la suite par Frossati. Ce type d'évaporateur permet d'obtenir des concentrations d'^{3}He de l'ordre de 99% à 0,6K (avec un débit de 30 μmole/Sec.) (fig. 1.7). Le chauffage se fait sur le tube de pompage (Cu-Ni) ϕ_{int} = 3,8mm ϕ_{ext} = 4,0mm, au moyen d'une résistance en fil de constantan (ϕ = 0,05mm).

Le fil est enroulé et collé avec du cyanolite en plusieurs sections de 7 tours chacune, séparés par une distance égale au diamètre du tube de pompage. Cette disposition permet de chauffer localement la canalisation, empêchant que l'^{4}He superfluide qui descend sur les parois du tube ne soit pompé. Le film d'^{4}He superfluide qui monte par les parois de la pièce en verre est en partie recondensé, et le reste, qui arrive jusqu'au tube de pompage, est vaporisé.

Une partie de la chaleur dissipée sert pour couper la pellicule, et le reste détermine le flux de ^{3}He.

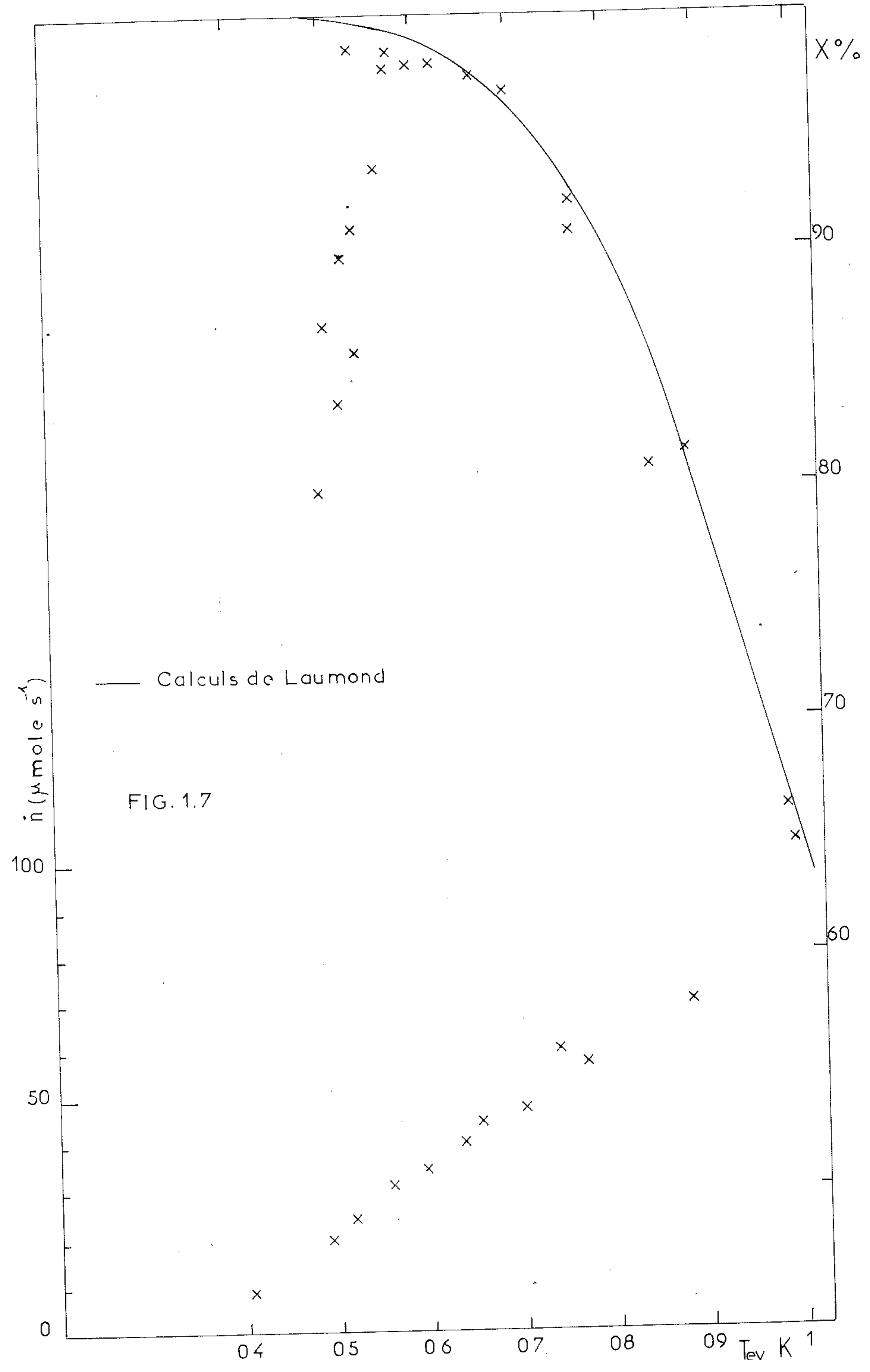
En-dessous de 0,6K, la quantité de ^{4}He pompé commence à augmenter. La quantité de chaleur $\dot{Q}_E$ dissipée dans l'évaporateur n'est pas suffisante pour couper la pellicule. Au-dessus de cette température, la concentration de gaz pompée est celle du gaz évaporé.

La fig. 1.7 montre les concentrations de ^{3}He pour différentes températures de l'évaporateur.



EVAPORATEUR

FIG. 1.6


X%
90
80
70
60
Calculs de Laumond
ṅ (μmole s⁻¹)
100
50
0
04
05
06
07
08
09
T_{ev} K
1
FIG. 1.7

$\dot{Q}_E$ m watt	4,9	2,2	1,78	1,4	1,3	1,23	1,07	0,86	0,5	0,08	0,02
T_{ev} K	0,81	0,66	0,64	0,61	0,6	0,595	0,578	0,55	0,54	0,525	0,505
$^3He/^4He$	9,45	37,2	38,8	51,8	52,2	48,3	46,5	0,5	7,55	6,5	5
$\dot{n}_3$ µmole	76,5	44,5	-	34,2	-	31,3	30,8	28,6	23,8	20,4	17,2

$r_{ev} = 550\,\Omega$

Table 1

I.8. ECHANGEURS DE CHALEUR

La température minimale, aussi bien que la puissance frigorifique d'un réfrigérateur à dilution sont fortement liées à l'efficience de l'échange thermique entre les deux phases. D'où l'importance des échangeurs de chaleur dans ces appareils. Les principaux paramètres qui interviennent dans le calcul d'un échangeur de chaleur sont la résistance de Kapitza, la viscosité et la conduction.

Résistance de Kapitza

A basses températures, l'échange thermique entre deux corps qui se trouvent respectivement à température T_1 et T_2 ($T_2 > T_1$) suit une loi de la même forme que la loi de Stephan pour le rayonnement :

$$\frac{\dot{Q}}{S} = \alpha (T_2^4 - T_1^4) \qquad 1.22$$

Pour de petites différences de température :

$$\frac{\Delta \dot{Q}}{S} = 4 \alpha T^3 \Delta T = \frac{\Delta T}{R_K}$$

où $R_K = \dfrac{1}{4 \alpha T^3}$ est la résistance de Kapitza.

La forte variation de cette résistance avec la température limite le transfert d'énergie thermique à très basses températures.

En ce qui concerne la viscosité et la conduction on peut voir, sur la fig. 1.8 qu'elles croissent à basses températures comme T^{-2} et T^{-1} respectivement.

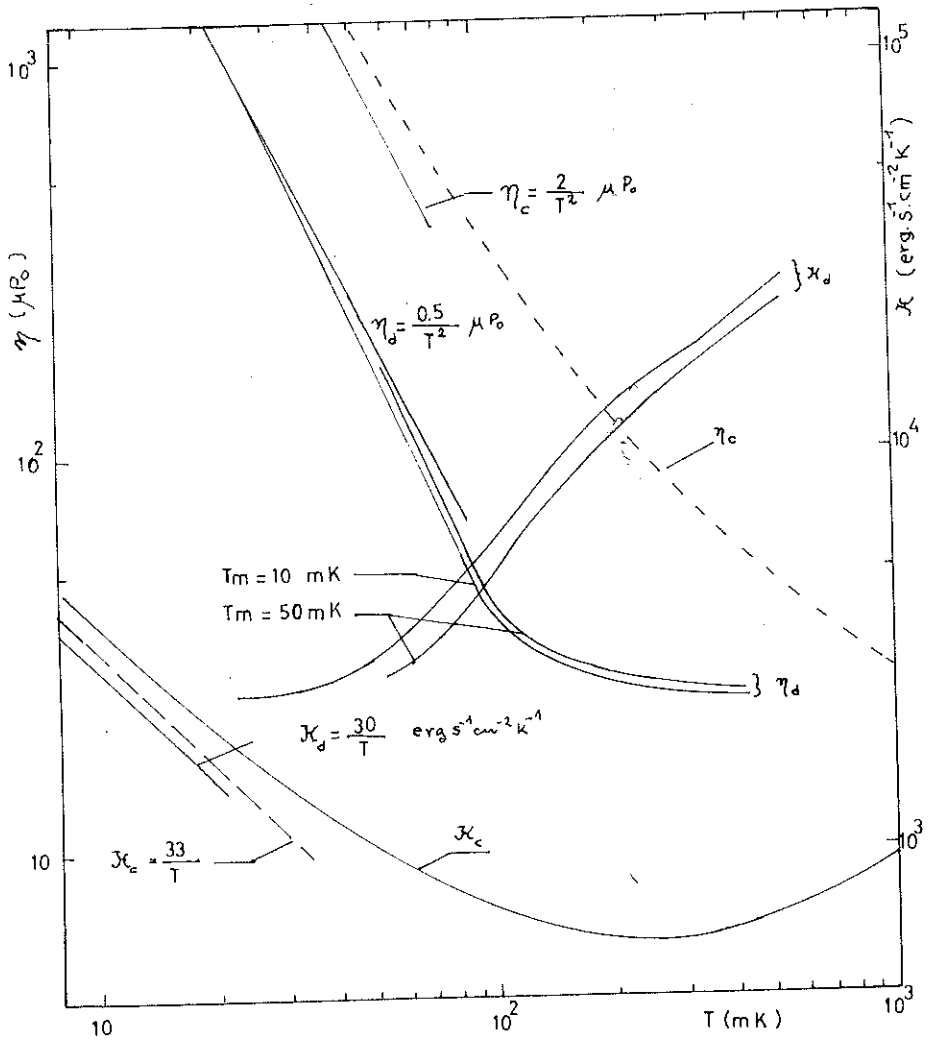


FIG. 1.8 Viscosité et Conduction

Le chauffage dû à la viscosité peut être calculé

$$\Delta Q_v = \eta \dot{v}^2 \Delta Z \qquad 1.23$$

où

$$\Delta Z = \begin{cases} \frac{128}{\pi d^4} \Delta x & \text{pour un tube de diamètre } d \\ \frac{12}{a b^3} \Delta x & \text{pour une canalisation de section rectangulaire, de côté a et b avec } a > b \end{cases}$$

(perte de charge en régime moléculaire $\Delta P = \Delta Z \eta \dot{V}$)

La relation de Poiseuille.

Le chauffage par <u>conduction</u> peut être déduit de la relation

$$\Delta Q_c = S \frac{d}{dx} \left(K \frac{dT}{dx} \right) \Delta x \qquad 1.24$$

où S est la section de la canalisation.

Des relations précédentes, on peut déduire qualitativement qu'un échangeur sera plus efficient dès que le volume du liquide qui circule est petit, pour rétablir l'équilibre quand la température change. L'impédance doit être faible, la conductivité thermique limitée au minimum, et les surfaces d'échange suffisantes pour compenser l'effet de la résistance de Kapitza.

L'évolution de la température des deux phases dans l'échangeur peut être calculée au moyen d'un bilan de chaleur en une section Δx de l'échangeur

$$S\left[K \frac{d^2T}{dx^2} + \frac{dK}{dT}\left(\frac{dT}{dx}\right)^2\right] + \frac{d\Sigma}{dx}\int_{T_b}^{T} \frac{dT}{\rho} + \eta \dot{v}^2 \dot{n}_3 \frac{dz}{dx} = \dot{n}_3 C_3 \frac{dT}{dx} \qquad 1.25$$

conduction — kapitza — viscosité — changement d'enthalpie

où

A : est la surface de la section transversale ;

$\mathcal{K}$: la conductivité thermique du liquide ;

$\frac{d\sigma}{dx}$: surface de la surface d'échange par unité de longueur :

T_b : température du corps

ρ : résistivité de Kapitza

η : viscosité

$\dot{v}$: volume molaire de ^3He

n_3 : flux molar

$\frac{dZ}{dx}$: impédance par unité de longueur .

Cette équation est en général difficile à résoudre et on ne peut trouver des solutions que pour des cas particuliers avec des calculs numériques (ref. 7). Cependant, il existe des simplifications qui admettent des solutions analytiques donnant dans certains cas une bonne approximation (ref. 8).

Echangeur continu

La solution la plus simple pour un échangeur continu est de supposer que la viscosité et la conduction sont nulles ($\eta = 0$, $\mathcal{K} = 0$).

Si on suppose encore qu'il n'y a pas de pertes sur la chambre de mélange ($T_c(0) = 3\ T_m$, $T_d(0) = T_m$) et que l'échange thermique est parfait ($C_d\ dT_d = C_d\ dT_c$), on arrive à une solution (ref. 9) qui lie la surface totale de l'échange et le flux d'atomes de ^3He avec la température minimale de la chambre de mélange :

$$T_m = K \left(\frac{\Sigma}{\dot{n}_3} \right)^{-\frac{1}{2}} \qquad 1.26$$

avec $K \sim \alpha^{-\frac{1}{2}}$

(9)

Cu : 36 , Cu-Ni : 27 , plastique 15

D'autres solutions analytiques et numériques tenant compte séparément de chaque facteur qui intervient dans le processus (viscosité, conduction, charge thermique sur la chambre de mélange) ont été traitées par Laumond (7) et Radebough (8) dans de récentes publications.

Ces calculs montrent que dans un échangeur tubulaire classique, il est très difficile d'obtenir des températures inférieures à 20mK. Les paramètres qui interviennent dans l'échange ne sont pas ajustables ; le fait d'augmenter la surface effective a comme conséquence une augmentation de l'impédance du circuit si on augmente la longueur ou une augmentation de conduction si on augmente le diamètre ($\frac{2}{d} = 13\ d^{-5}$).

Notre échangeur continu est fait de deux capillaires concentriques de Cu-Ni ($\phi_o = 0,4$; $\phi_i = 0,2$; $\phi_e = 1mm$; $\phi_e = 1,5$) d'une longueur de 1,50m ; l'impédance du côté concentré $Z_c = 7,7 \times 10^{8}\ cm^{-3}$.

Les caractéristiques de ces échangeurs sont données dans la Fig.1.9 et le tableau (2).

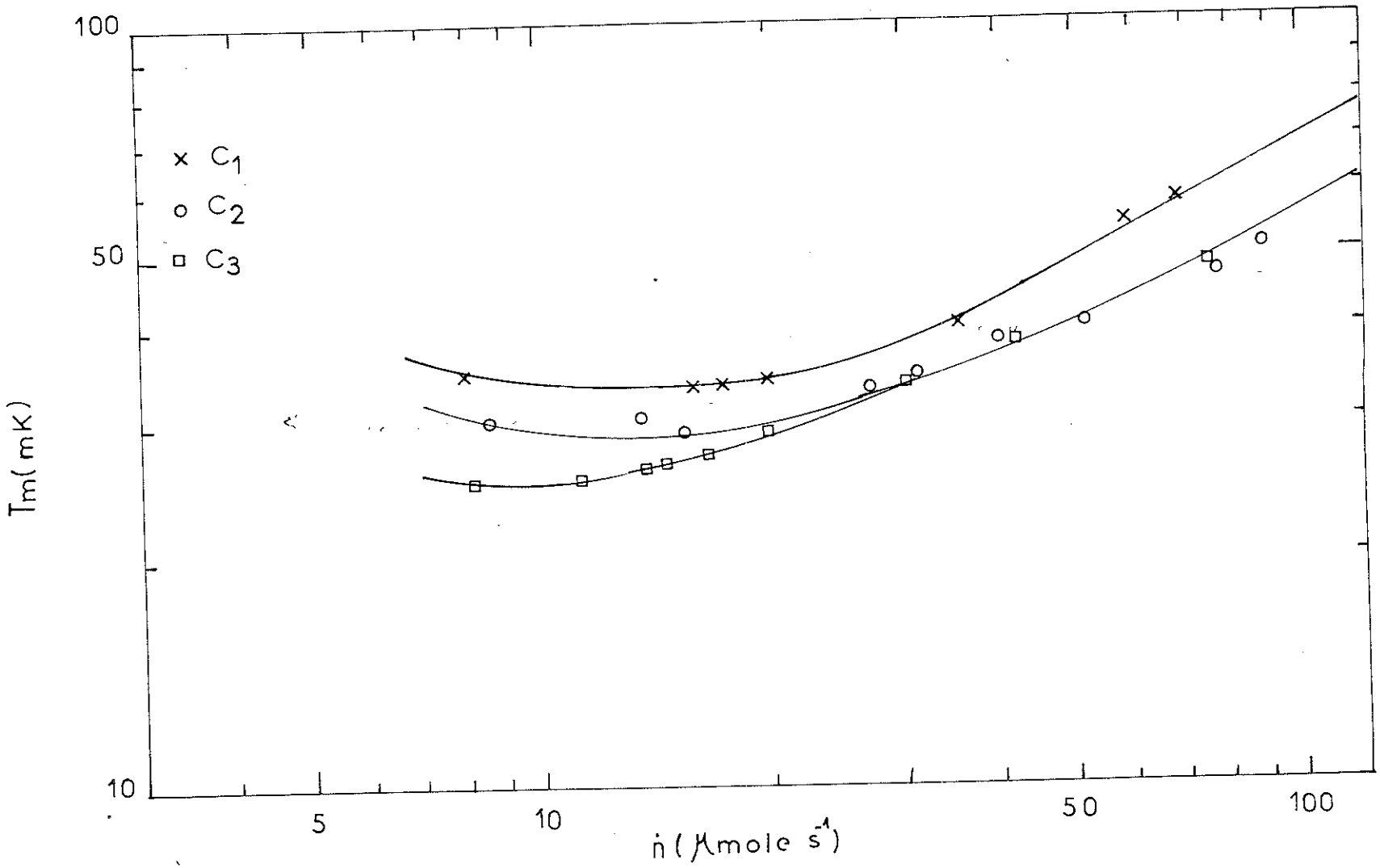
La température à l'entrée de la chambre de mélange (T_o) a été mesurée avec une résistance de carbone qui est serrée sur un petit bloc de poral dans lequel circule le liquide.

TABLEAU 2

Cu-Ni $K = 27\ cm\ s^{-\frac{1}{2}} mole^{\frac{1}{2}}$ (9)

C	σ cm^2	$\dot{n}_3$ min mole S^{-1}	T_o mK	$0,36T_c$ mK	T_{min} mK mesurée	k $cm^{-1}S^{-1/2}mole^{+}$
1	10,7	13	76	27,4	34	24
2	10,7	13	76	27,4	29	20
3	10,7	13	64	23	25	22

FIG · 1.9

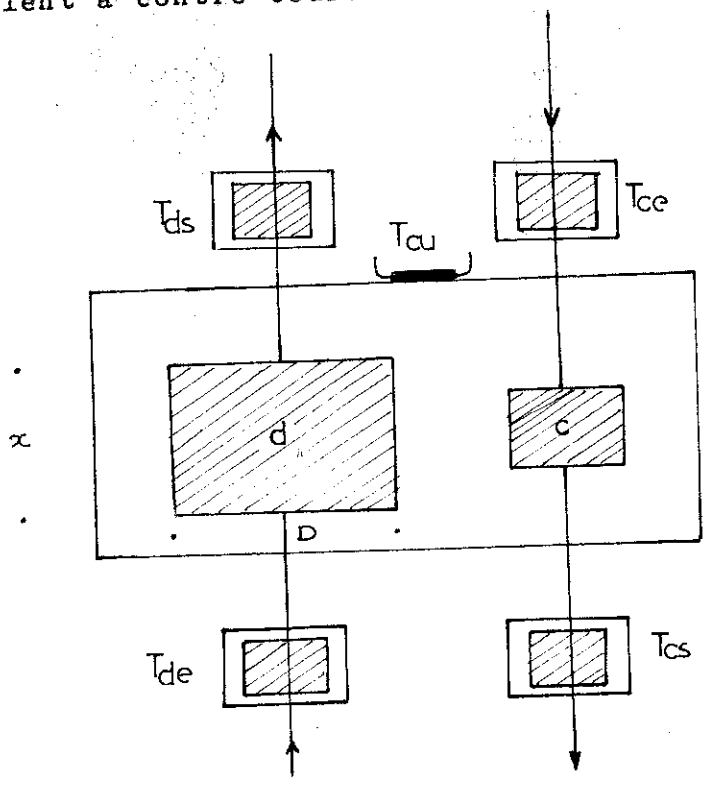


Echangeurs continus

La géométrie de ce type d'échangeurs continus tubulaires (en général deux ou trois tubes métalliques concentriques) présente l'inconvénient d'une surface d'échange limitée et d'une impédance importante. Ces facteurs limitent les performances à très basses températures. Un échangeur dont la géométrie permet de varier indépendamment ces deux paramètres et dans lequel l'échange s'effectue à travers des feuilles de plastique (Kapton) de résistance de Kapitza bien inférieure, a permis d'en améliorer considérablement les performances, et sera présenté par la suite.

Echangeurs discrets

Dans un échangeur localisé les deux liquides qui circulent à contre-courant sont séparés par une paroi isotherme (T_{cu})



Echangeur localisé

Fig.1.10

Le type d'échangeur localisé le plus utilisé est celui utilisant du cuivre fritté. L'utilisation de ce matériel permet d'obtenir de grandes surfaces d'échange [11], la surface par unité de volume $\sigma_\mu = 4,44/d$ où d est le diamètre des billes, tout en conservant une impédance raisonnable [7] ($Z = \frac{x}{S} \times 10^{-8}$ cm où $S = \pi \frac{D^2}{4}$).

Le liquide provenant de la chambre de mélange va "récupérer" l'enthalpie de la phase concentrée qui va à la chambre de mélange et il la refroidit. La quantité de chaleur que la phase diluée peut absorber est :

$$\dot{Q}_c = \dot{n}_3 \, \Delta H_d$$

ou

$$\Delta H_d = 58 \, (T_{ds}^2 - T_{de}^2)$$

En principe cette quantité est égale à la quantité de chaleur libérée par la phase concentrée, soit

$$\dot{Q}_c = \dot{n}_3 \, \Delta H_c$$

ou

$$\Delta H_c = 12{,}5 \, (T_{ce}^2 - T_{cs}^2)$$

Expérimentalement, on peut voir que $H_d > H_c$, ce qui est dû aux entrées de chaleur parasite, probablement par conduction dans le liquide. C'est pourquoi dans nos calculs, nous prendrons

$$\dot{Q} = \frac{\Delta H_c + \Delta H_d}{2} \qquad 1.27$$

Par ailleurs, la quantité de chaleur transmise à travers la résistance de Kapitza est

$$\dot{Q}_c = \alpha_c \, \sigma_c \, (T_c^4 - T_{cu}^4) \qquad 1.28$$

(côte concentrée)

$$\dot{Q}_d = \alpha_d \, \sigma_d \, (T_{cu}^4 - T_d^4) \qquad 1.29$$

(côte diluée)

où Tc et Td représente la température dans l'échangeur. Donc le coefficient de Kapitza sera défini par :

$$\alpha_i = \frac{\dot{Q}}{\sigma_i \Delta(T_i^4)} \qquad 1.30$$

(i = c ou d).

Pour calculer ce coefficient, il faut connaître le profil de température des fluides (concentré et dilué) dans l'échangeur.

Pour le premier calcul, on a fait une hypothèse optimiste en considérant que Tc et Td sont égales à la température de sortie de chaque phase.. A l'aide de 1.27, 1.28 et 1.29, on a calculé et Pour l'échangeur pris globalement, on a par conservation d'énergie :

$$\dot{Q} = \alpha_c \sigma_c (T_c^4 - T_{cw}^4) = \alpha_d \sigma_d (T_{cw}^4 - T_d^4)$$

En éliminant la température de la paroi (T_w).

$$\dot{Q} = \frac{\alpha_d \alpha_c \sigma_c \sigma_d}{\alpha_d \sigma_d + \alpha_c \sigma_c} (T_c^4 - T_d^4)$$

Si on définit

$$(\alpha A)_m = \frac{\alpha_d \alpha_c \sigma_d \sigma_c}{\alpha_d \sigma_d + \alpha_c \sigma_c}$$

alors

$$(\alpha \cdot A)_m = \frac{\dot{Q}}{T_c^4 - T_d^4} \qquad 1.31$$

Pour simplifier $\sigma_m = \sigma_d + \sigma_c / 2$ et nous calculons α_m qui caractérisera l'échangeur.

Dans notre deuxième calcul de coefficient de Kapitza, nous avons pris une valeur moyenne de température, en supposant un profil thermique linéaire

$$T_c = T_{cm} = T_{ce} + T_{cs} / 2$$

$$T_d = T_{dm} = T_{de} + T_{ds} / 2$$

Cette approximation est d'autant plus valable que la température de sortie est proche de la température d'entrée. Les valeurs ainsi obtenues seront plus faibles puisque le ΔT est

plus grand, pour un flux de chaleur $\dot{Q}$ échangé donné.

Nous avons essayé deux types d'échangeurs localisés. Le premier comportait cinq étages d'échangeurs de poral dont les billes ont un diamètre compris entre 60 et 150 μ. Ces éléments en forme de disque étaient ajustés et soudés sous argon dans des boîtes cylindriques en cuivre.

Les résultats sur ces échangeurs sont montrés dans les tableaux 3 et 4

Dans un deuxième montage, on a substitué aux cinq étages de poral un échangeur tubulaire classique suivi d'un échangeur fait d'une mince feuille de cuivre (20 μ) pliée en zig-zag et séparant les deux phases diluée et concentrée.

Dans les deux cas, les valeurs du coefficient d'échange correspondent à la résistance de Kapitza du cuivre massif trouvées dans la littérature ($\alpha_c \sim 1,5 \times 10^4$ (12) $\alpha_d \sim 3,5 \times 10^4$ (13) un peu plus faibles cependant que le poral. On ne trouve donc pas là l'augmentation importante observée pour les billes de poral de plus petit diamètre (12) et dans des lames fines (14).

Nos résultats correspondent bien à ceux de Radebaugh (12) qui ne trouve une anomalie que pour des diamètres de billes inférieurs à 20 microns.

Les résultats obtenus avec l'échangeur en zig-zag dans lequel l'échange s'effectue perpendiculairement au plan de la feuille de cuivre sont comparables à ceux obtenus par d'autres auteurs (14,15).

On peut noter cependant que les valeurs de observées avec ce dernier type d'échangeur sont plutôt meilleures que celles observées dans le cas de l'échangeur en poral. Ceci se traduit aussi dans le fait que les températures obtenues dans la boite à mélange sont comparables, bien que l'échangeur en zig-zag ait une surface 10 fois inférieure à celle de l'échangeur en poral, ce qui demande une efficacité supérieur

T_{min} en K	25	26	28,5	30	33
T_{ce} mK	62	67	79,5	96	112
T_{cs}	52	53,5	57	69,5	66
T_{de}	40	40,5	42	43,5	45
T_{ds}	49	50,5	54	58,5	63
T_{cu}	50,5	52,0	55,5	60,0	64,5
ΔH_c erg/sec	2,85	4,06	7,68	10,96	20,46
Δ Hd	9,29	10,55	13,36	17,7	25,55
$\dot{Q}$	6,07	7,31	10,52	14,33	21,5
$\alpha c \times 10^{-4}$	0,79	1,07	1,12	-	1,58
$\alpha d \times 10^{-4}$	0,58	0,54	0,70	0,80	0,89
Tm mK	35,26	36,04	37,85	58,38	42,37
$\alpha m \times 10^{-4}$	0,32	0,36	0,42	0,1	0,57
T_{cm}	57	60,25	68,25	82,75	89
T_{dm}	44,5	45,5	48,0	51	54
$\alpha m \times 10^{-4}$	.078	.069	.055	.030	0,034

TABLEAU 3

Poral $\sigma_c = 852$ cm^2

$\dot{n}_3$=20 mole/sec σ_p=1500 cm^2

5 étages - poral

$\dot{Q} = \Delta Hc + \Delta Hd/2$

$\alpha c = \dot{Q}/\sigma c\ (T_{cs}^4 - T_{cu}^4)$

$\alpha d = \dot{Q}/\sigma d(T_{cu}^4 - T_{ds}^4)$

$T^4_m = T_{cs}^4 - T_{ds}^4$

avec Am=1176 $\alpha m = \dot{Q}/Am\ T_m^4$

$T_{cm} = T_{ce} + T_{cs}/2$

$T_{dm} = T_{de} + T_{ds}/2$

avec Am=1176 $\alpha m = Q/Am\ (T_{cm}^4 - T_{dm}^4)$

Zig-Zag

μ mole/sec	11,5	19,6	23	19,6	19,6	19,6	19,6	19,6	19,6
T_{min}	24	23	26	32	16	21	24	26	29
T_{ce} mK	103	103	112	103	105	107	122,6	143	158
T_{cs}	68	72	80	75	70	72	75	80	83
T_{de}	43	49	56	48	46	48	49	50	50
T_{ds}	55	57	65	59	54	56	62	74	75
T_{cu}	56	61	71	64	62,5	61,5	66	69	75
ΔH_c erg/sec	8,6	13,29	17,6	12,2	15	15,4	23	34,4	44,2
ΔH_d erg/sec	7,84	9,64	14,53	13,38	9	9,5	16,4	33,8	35,5
$\dot{Q}$ erg/sec	8,22	11,46	16,06	12,79	12	12,4	19,7	34,1	39,85
$\alpha_c \times 10^{-4}$	0,72	88	1,04	86	1,36	0,99	1,55	1,86	2,52
$\alpha_d \times 10^{-4}$	11,74	3,47	2,11	2,78	1,76	2,75	4,69	-	-
T_m mK	59,14	63,56	69,33	66,47	62,75	64,25	64,08	57,96	63,03
$\alpha_m \times 10^{-4}$	0,67	0,70	0,69	0,66	0,77	0,73	1,16	3,1	2,52
T_{cm}	85,5	87,5	96	89	87,5	89,5	98,8	111,5	120,5
T_{dm}	49	53	60,5	53,5	50	52	55,5	62	62,5
$\alpha_m \times 10^{4}$	0,17	0,226	0,224	0,234	0,229	0,218	0,229	0,244	0,204

$A_c = A_d = 100\ cm^2$

$\dot{Q} = \frac{1}{2}(\Delta H_d + \Delta H_c)$

$\alpha_c = \dot{Q}\,\sigma_c\,(T_{cs}^4 - T_{cu}^4)$

$\alpha_d = \dot{Q}\,\sigma_d\,(T_{cu}^4 - T_{ds}^4)$

$T_m^4 = (T_{cs}^4 - T_{ds}^4)$

$\alpha_m = \dot{Q} / AT_m^4$

$T_{cm} = T_{ce} + T_{cs}/2$

$T_{dm} = T_{de} + T_{ds}/2$

$\alpha_m = \frac{\dot{Q}}{A(T_{cm}^4 - T_{dm}^4)}$

TABLEAU 4

IMPROVED HEAT EXCHANGE IN DILUTION REFRIGERATORS BY USE OF CONTINUOUS PLASTIC EXCHANGERS

L. DEL CASTILLO, G. FROSSATI, A. LACAZE and D. THOULOUZE --
Centre de Recherches sur les Très Basses Températures - C.N.R.S. -
B.P. 166 - Centre de Tri 38042 - GRENOBLE-CEDEX - France.

The ultimate performances of a He^3 - He^4 dilution refrigerator depend largely upon the efficiency of the heat exchange between the concentrated and the dilute phases. This exchange is limited by the high surface boundary Kapitza resistance. The usual way of overcoming it has been to increase the surface by the use of sintered copper powder or foils[1][2]. Metals were always choosed for their high thermal conductivity, but the exchange can be improved for a given surface by using a material presenting a lower Kapitza resistance[2][3]. Plastics in that sense are very adequate since their Kapitza resistance should be of the order of that of Epibond, that is about 7 times lower than that of pure copper[3][4]. In spite of their low thermal conductivity[5], the exchange between the two phases remains possible through foils thin enough that the thermal resistance of the bulk material to the exchange is negligible compared to the Kapitza resistances. Furthermore, this low thermal conductivity makes possible the realization of continuous exchangers.

We have made such plastic exchangers providing a large exchange area, in which the heat is exchanged through thin foils of Kapton, 7 μ thick. Their thermal resistance is only about 1 % of the Kapitza resistance.

The general arrangement is shown in figure 1. The foils are glued on kapton spacers of a staggered geometry which determines the flow of the He^3 - He^4 mixture. The dimensions of the channels punched in the spacers are typically 350 x 2.6 mm, corresponding to an exchange area of 9 cm^2 for each foil. The thickness determines the impedance of the channels. In order to avoid viscous heating, it varies from 0.15 to 0.45 mm on the concentrated side and from 0.30 mm to 0.75 mm on the dilute side, according to the temperature of the liquid. Elementary exchangers are obtained by gluing in parallel some such circuits in which alternately each phase flows, in counterflow. Then such elements are connected in series to obtain the total surface. The main advantage of this geometry is the possibility of adapting independantly the impedance Z and the surface σ. This exchanger is of the continuous type. The parameter Y of Radebaugh[3] is usually smaller than 10^{-2} in all the exchangers we tried, the main contribution being that of the column of liquid.

EXPERIMENTS

Three different arrangements of exchangers have been studied

1°/ one exchanger σ = 36 cm^2 - 5 circuits in parallel
- 3 for the dilute phase — $Z_d = 2.2 \cdot 10^7$ cm^{-3}
- 2 for the concentrated phase — $Z_c = 2.6 \cdot 10^8$

2°/ one exchanger σ = 200 cm^2 - 23 circuits in parallel
- 12 on the dilute side — $Z_d = 1.7 \cdot 10^6$
- 11 on the concentrated side — $Z_c = 6.4 \cdot 10^6$

3°/ Three exchangers in series :

σ = 18 cm^2	2 dilute	$Z_d = 3.3 \cdot 10^7$
	1 concentrated	$Z_c = 5.2 \cdot 10^8$
σ = 36 cm^2	3 dilute	$Z_d = 2.2 \cdot 10^7$
	2 concentrated	$Z_c = 2.6 \cdot 10^8$
σ = 36 cm^2	3 dilute	$Z_d = 6.4 \cdot 10^6$
	2 concentrated	$Z_c = 3.3 \cdot 10^7$

Each time, the plastic exchanger was in series with a classical tubular one consisting of two Cu-Ni tubes of 0.22-0.4 mm and 1-1.5 mm in diameter, and 1.5 m long[6], which was supposed to stop eventual instabilities at high temperatures.

The temperature T_0 of the concentrated phase was measured at the out put of the exchanger with calibrated carbon resistors screwed on a sintered copper block to insure a good exchange with the liquid. In the epoxy mixing chamber, the minimum temperature T_m^* was obtained by measuring the magnetic susceptibility of a cylinder of powdered cerium magnesium nitrate of height equal to the diameter, calibrated against the He^3 vapor pressure, and with calibrated carbon resistors. The helium flow rate was measured with a heated tube mass flowmeter and the concentration of He^3 deduced from the ratio of He^3 to He^4 obtained with the mass spectrometer of a leak detector. In all experiments the He^4 concentration was about 1 % for a molar flow rate of 26 μ mole s^{-1}.

RESULTS

The minimum temperature T_m^* of the liquid in the mixing chamber is reported in figure 2 as a function of the He^3 molar flow rate $\dot{n}_3$ for the tubular Cu-Ni exchanger alone and in series with the three different plastic exchangers.

T_m^* presents a slight minimum for $\dot{n}_3 \simeq 20$ μ mole s^{-1} which may correspond to a spurious heat flux of about 2 erg/sec for the three arrangements. Thus, **the performances of the exchangers themselves may be better described by 0.35 T_0 which represents roughly the value of T_m in the absence of heat leaks.**

As may be seen from figure 2, the results obtained with the first exchanger of 36 cm^2 and the second of 200 cm^2 are the same. This probably results from the fact that in the larger one the liquid circulates only in a few channels, due to some thermal or geometrical difference of impedance between the channels.

Thus only a small fraction of its surface would be effective. Indeed in the case of the third exchanger in which the elements are in series instead of being in parrallel, it becomes possible to reach much lower temperatures for a smaller total surface and the same impedance.

The significance of the physical parameters, surface, kapitza resistance, impedance, appears better by comparing the experimental results to those calculated for an ideal continuous exchanger[3]. In that case, neglecting viscosity and conduction effects, the temperature in the mixing chamber is, in first approximation

$$T_m^2 \propto \alpha \frac{\dot{n}_3}{\sigma} \qquad (1)$$

where σ is the exchange area, α the coefficient of the Kapitza resistance between the exchanger and the concentrated phase. In figure 3, T_m^* and 0.35 T_0 are reported as a function of the ratio $\sigma/\dot{n}_3$ for the different exchangers. In the calculation of the surface σ of the composite exchangers, the surface of the Cu-Ni exchanger has been reduced to its equivalent in plastic, proportionally to their respective Kapitza resistances, according to formula (1).

$$\sigma_{\text{equivalent Cu-Ni}} = \frac{\alpha_{\text{Epibond}}}{\alpha_{\text{Cu-Ni}}} \sigma_{\text{Cu-Ni}} = \frac{3.10^{-6}}{10^{-5}} \times 10.5$$

$$\simeq 3.1 \text{ cm}^2$$

As expected, for the same value of $\sigma/\dot{n}_3$, the temperatures which can be reached with the kapton exchangers are lower than those of the ideal exchanger made of Cu-Ni, assuming for Cu-Ni $\alpha = 10^{-5}$ cm^2 K^4 s/erg[3]. However this value seems to be rather high, with respect to different results on that type of exchangers. The performances of the ideal exchanger which would have the Kapitza coefficient of Epibond, $\alpha = 3.10^{-6}$ cm^2 K^4 s/erg, are reached by the exchanger 3, which means that kapton has at most the kapitza resistance of Epibond. On the other hand, the results of the exchanger 1 lie in an intermediate position. As in the case of the exchanger 2,

this probably results from the fact that only about half of the surface contributes to the exchange. Thus in both cases the fluid would only flow through one or two channels. For exchanger 3 it seems that no phenomenon of this type affects the performances. The curvature of the curves representing T_m^* arises from the heat leaks of about 2 erg/sec **but it is difficult to explain that the curves representing 0.35 T_0 since, according to the values of Z and Y no viscous or conduction effect would affect the results.**

In conclusion, this type of plastic exchanger providing a large exchange area for a required impedance allows to obtain the performances of the ideal exchanger down to very low temperatures. With a surface of 100 cm^2, we have reached a minimum temperature of 12 mK in spite of heat leaks amounting to 2 erg/sec, which would only be possible with surfaces at least 10 time larger if using sintered copper exchangers. A reasonable surface of 1000 cm^2 would allow to reach about 6 mK with the same heat leak. Those exchangers are easy to build, but rather sensitive to over pressures. To palliate this drawback, it may be possible to use thicker foils without affecting too much the performances.

✦ C.I.M. - U.N.A.M. (Mexico) fellow.

✱ C.N.Pq Fellow - On leave from University of Campinas (Brazil)

REFERENCES

(1) J.C. WHEATLEY, O.E. VILCHES and W.R. ABEL - Physics 4, 1 (1968)

B.S. NEGANOV - Preprint J.I.N.R., p. 13, 4014, Dubna, U.S.S.R.

G.J. ENHOLM and R.G. GYLLING - Cryogenics 11, 40 (1971)

(2) P. ROUBEAU, D. LE FUR and E.J.A. VAROQUAUX - Proc. 3rd Conf. I.C.E.C. 3, Berlin 1970, p. 315

(3) R. RADEBAUGH and J.D. SIEGWARTH - Cryogenics 11, 368. (1971) Rev. Sci. Inst. 43, 197 (1972)

(4) A.C. ANDERSON, J.I. CONNOLLY and J.C. WHEATLEY - Phys. Rev. 135 A, 910 (1964)

(5) R.E. PETERSON and A.C. ANDERSON - Rev. Sci. Inst. 43, 834 (1972)

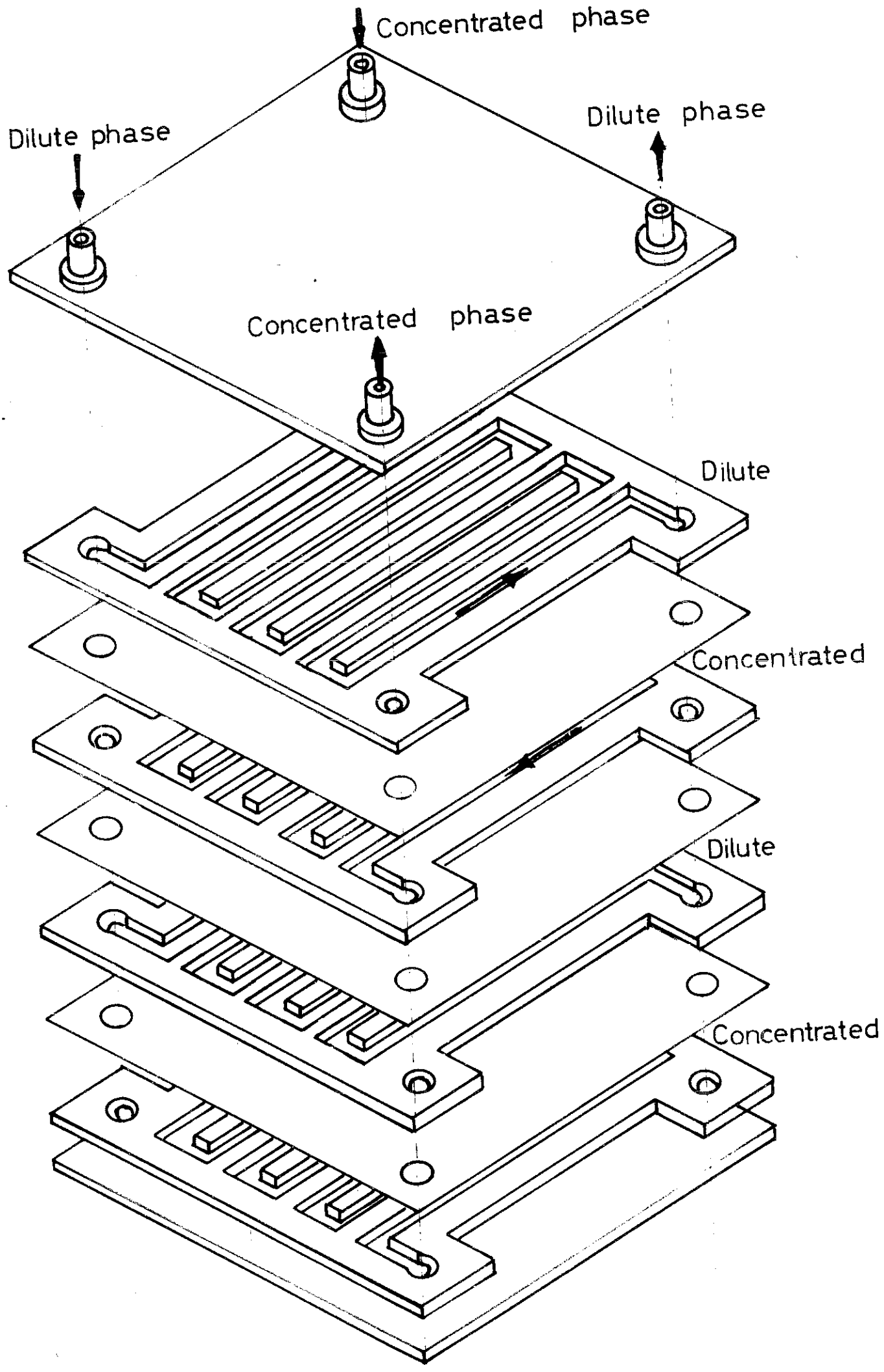
(6) J.C. WHEATLEY, R.E. RAPP and R.T. JOHNSON - J. Low Temp. Phys. 4, 1 (1971)

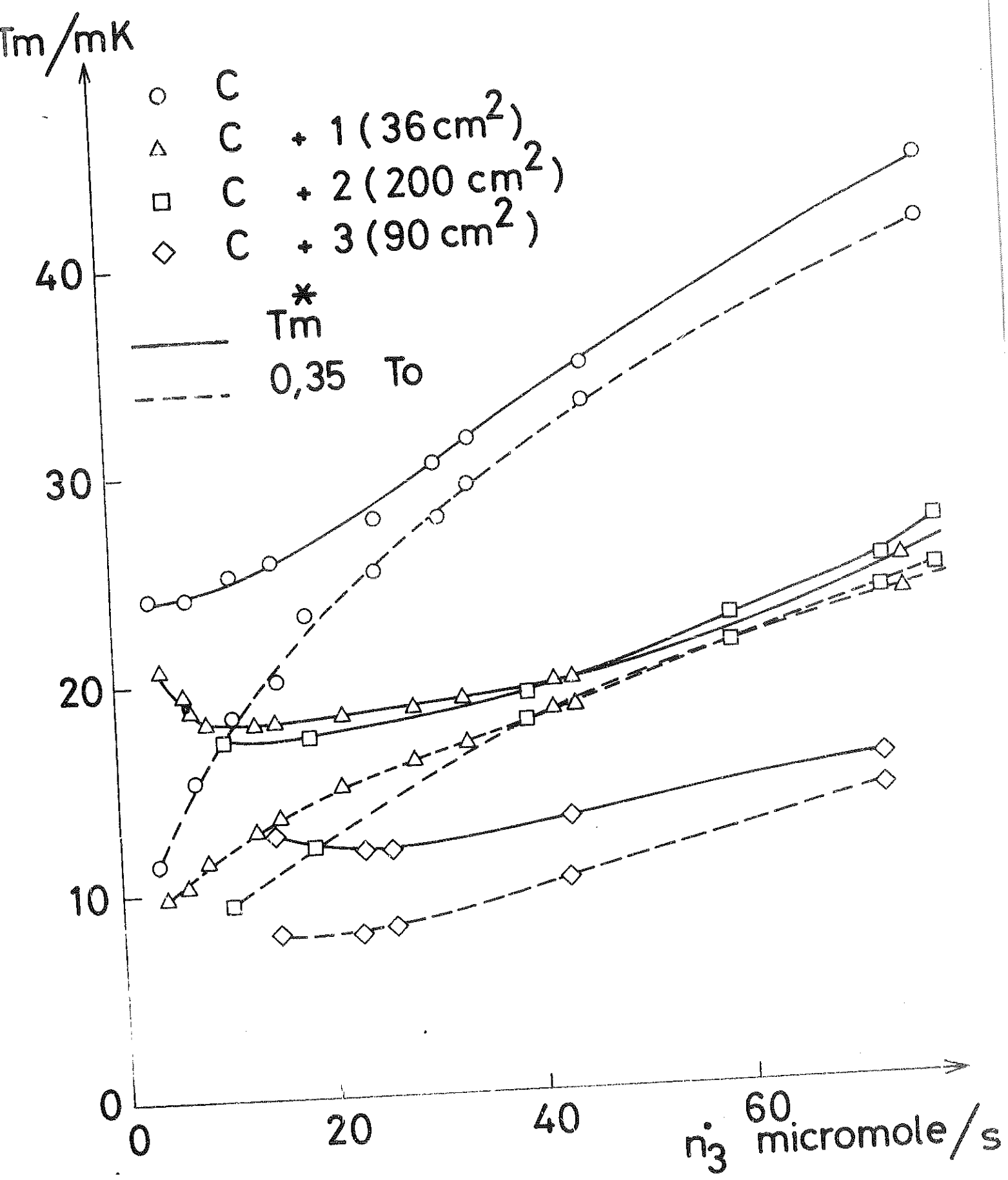
FIGURE CAPTIONS

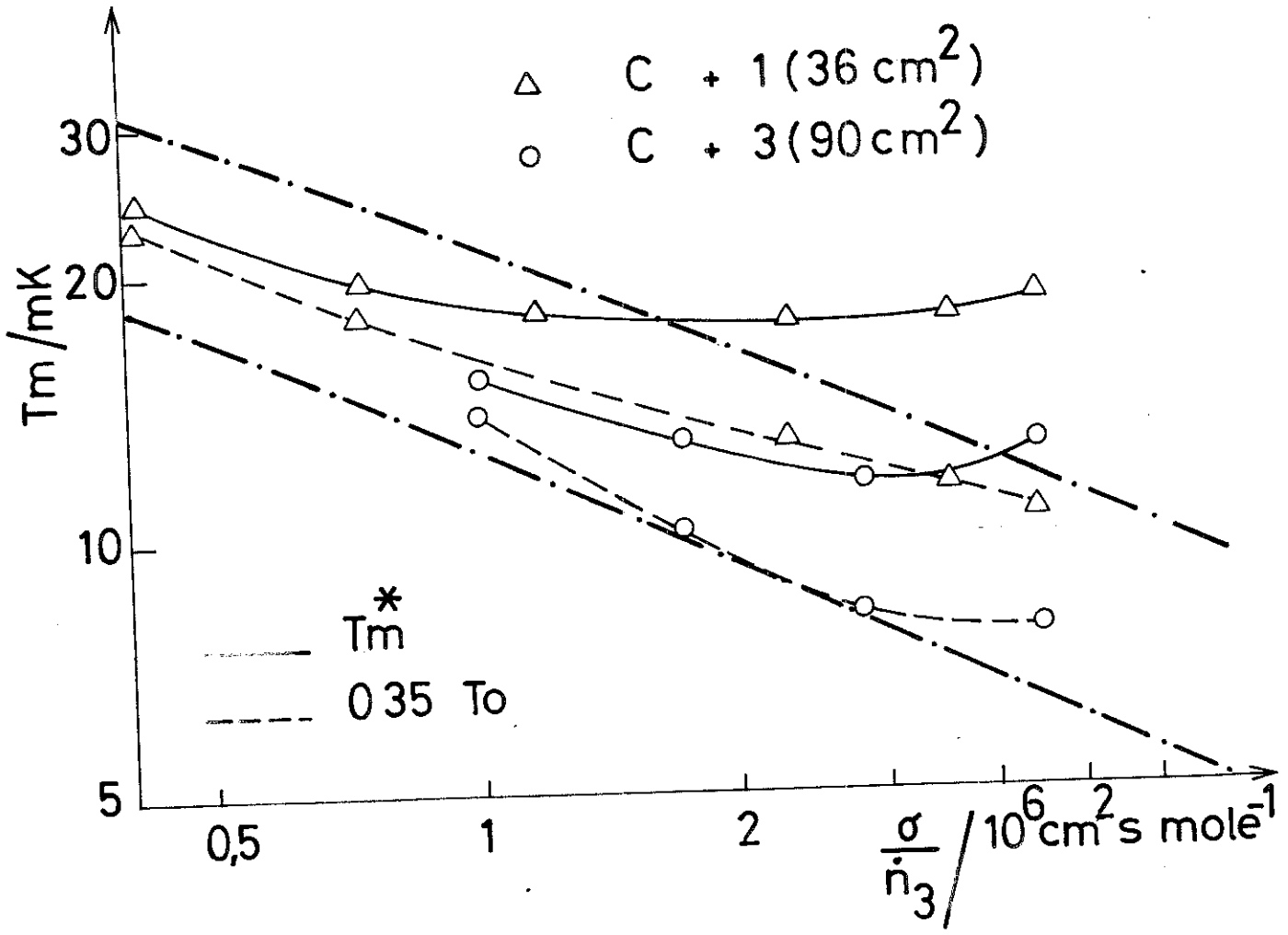
Figure 1 : Experimental arrangement of the plastic exchangers.

Figure 2 : Experimental minimum temperature T_m^* of the liquid in the mixing chamber and calculated minimum temperature (0.35 T_0) in absence of heat leaks as a function of the He^3 molar flow rate $\dot{n}_3$ for the tubular Cu-Ni exchanger alone (C) and in series with the plastic exchangers (1, 2 and 3).

Figure 3 : Experimental and calculated minimum mixer temperature as a function of the concentrated stream surface area divided by the He^3 flow rate. The dotted lines are calculated for an ideal continuous heat exchanger. The upper curve is for the Kapitza resistivity of Cu-Ni, the lower curve for that of Epibond.


Concentrated phase
Dilute phase
Dilute phase
Concentrated phase
Dilute
Concentrated
Dilute
Concentrated


Tm/mK
C
C + 1 (36 cm²)
C + 2 (200 cm²)
C + 3 (90 cm²)
Tm*
0,35 To
40
30
20
10
0
0
20
40
60
ṅ3 micromole/s


C + 1 (36 cm²)
C + 3 (90 cm²)
30
20
10
5
Tm /mK
Tm*
0 35 To
0,5
1
2
σ / ṅ3 / 10⁶ cm² s mole⁻¹

I.9. CHAMBRE DE MELANGE

La géométrie et le matériau des chambres de mélange dépendent presque exclusivement du type d'expérience qu'on veut faire.

Il y a cependant des caractéristiques qu'il faut prendre en considération pour obtenir la meilleure performance du réfrigérateur.

Le tube du côté concentré qui lie le dernier échangeur à la chambre de mélange doit avoir certaines dimensions pour empêcher que le film de ^4He superfluide qui tapisse la chambre soit diffusé et qu'il monte par le côté concentré. Le tube de pompage de l'^3He (phase diluée) doit avoir une section de passage assez grande pour empêcher le chauffage par viscosité (dans ce cas très important), mais il doit aussi empêcher le court-circuit thermique entre le dernier échangeur et la chambre de mélange ($T_m = 4\,(1\,mm/d)^{1/3}\,m\,K$)

Expérimentalement, il a été vérifié que la température au-dessous de la séparation de phase est supérieure à la température de la phase diluée, probablement à cause de la différence de diffusivité entre les deux phases :

$$D_c = 3{,}5 \times 10^{-5}\ cm^2\ S^{-1}\ T^{-2}$$
$$D_d = 6{,}5 \times 10^{-4}\ T^{-2}\ cm^2\ S^{-1}$$

Des expériences ultérieures de M. FROSSATI ont montré que la température de la phase diluée dans la boîte de mélange est uniforme.

Dans notre cas, la géométrie de la chambre de mélange est calculée pour que l'échantillon, aussi bien que les thermomètres, se trouvent dans la phase diluée. Puisque l'objet de notre expérience est la mesure du comportement magnétique d'alliages dilués à très basses températures, notre chambre de mélange a été faite en araldite.

Ce matériau ne semble pas avoir une influence importante sur la mesure et en même temps, il nous permet

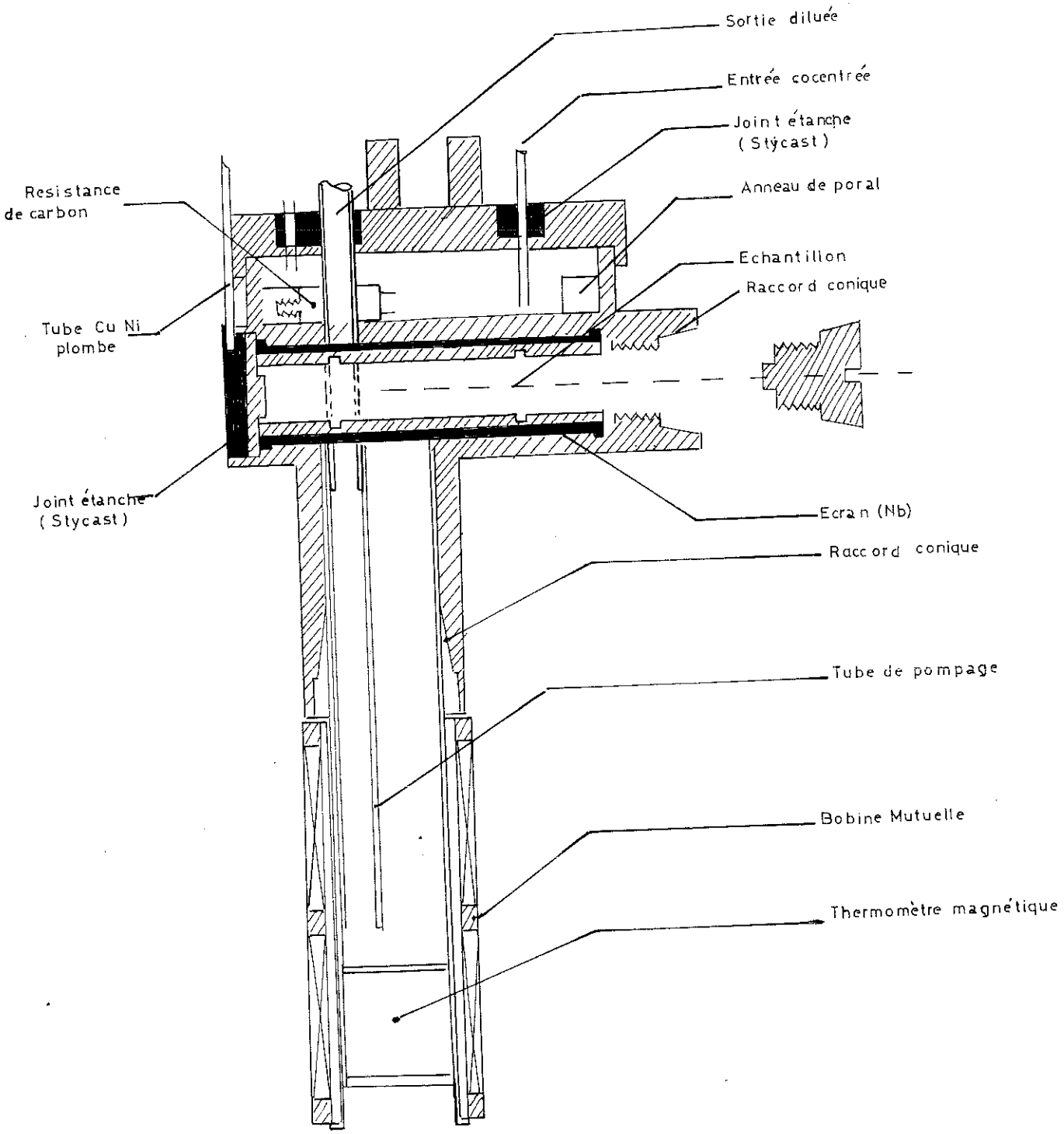

Sortie diluée
Entrée cocentrée
Joint étanche
(Stycast)
Anneau de poral
Echantillon
Raccord conique
Resistance
de carbon
Tube Cu Ni
plombe
Joint étanche
(Stycast)
Ecran (Nb)
Raccord conique
Tube de pompage
Bobine Mutuelle
Thermomètre magnétique
Chambre de mélange

FIG. 1.11

d'utiliser un thermomètre magnétique.

La fig.1.11 montre la chambre de mélange qui a été utilisée dans notre réfrigérateur. La séparation de phase se produit dans la partie supérieure.
La phase diluée qui noie l'échantillon et le thermomètre magnétique est pompée au moyen d'un tube d'araldite (ϕ_i = 4mm ; ϕ_{ext} = 5mm).
La séparation entre le thermomètre magnétique de CMN et le porte-échantillon [10] est nécessaire pour empêcher l'interférence entre les deux systèmes.

Une autre caractéristique de notre chambre est l'accès direct au porte-échantillons à travers un bouchon conique de 3° d'angle[16]. Ceci permet de changer d'échantillon très facilement, et garantit l'étanchéité de l'ensemble.

Chaque fois que l'échantillon est changé, on met une mince couche d'Apieson N sur le bouchon, et on visse au moyen du filetage pratiqué dans le bouchon.

En général, une simple vérification par transparence de la distribution de graisse sur l'araldite donne une garantie de l'étanchéité.

Un système semblable a été réalisé dans la partie qui lie le corps de la chambre à la queue. Ce système permet de substituer éventuellement le thermomètre magnétique.

1.10. THERMOMETRES

A l'exception de la chambre de mélange, toutes les autres températures ont été mesurées avec des résistances de carbone Speer 100 Ω 1/2 W. Pour éviter les échauffements internes dûs à leur mauvaise diffusivité, elles ont été coupées en fines lamelles de ℓ = 0,3mm, tout en gardant à peu près la même surface de contact. On a conservé les deux éléments de contact électrique d'origine, car cela permet d'espérer une reproductibilité acceptable, et en même temps diminue le

problème de bruit qui provient des contacts électriques entre le fil et le carbone. Une fois coupées et polies, elles sont entourées d'une mince feuille de "Kapton" de 7 μ d'épaisseur, imprégnée de graisse Apiezon N. Pour leur donner une certaine stabilité mécanique et par suite obtenir une meilleure reproductibilité, ces résistances ont été montées dans de petites capsules de cuivre doré, fig. 17. La résistance est mise entre deux moitiés d'un cylindre légèrement conique (2°).

Les contacts électriques se font avec du fil de cuivre de $\emptyset$ = 50 μ qui est ensuite enroulé autour du cylindre, ce qui donne de la rigidité à l'ensemble, et sert de masse thermique. Les extrêmités des fils de 50 μ sont soudées à des fils de cuivre de 0,8mm.

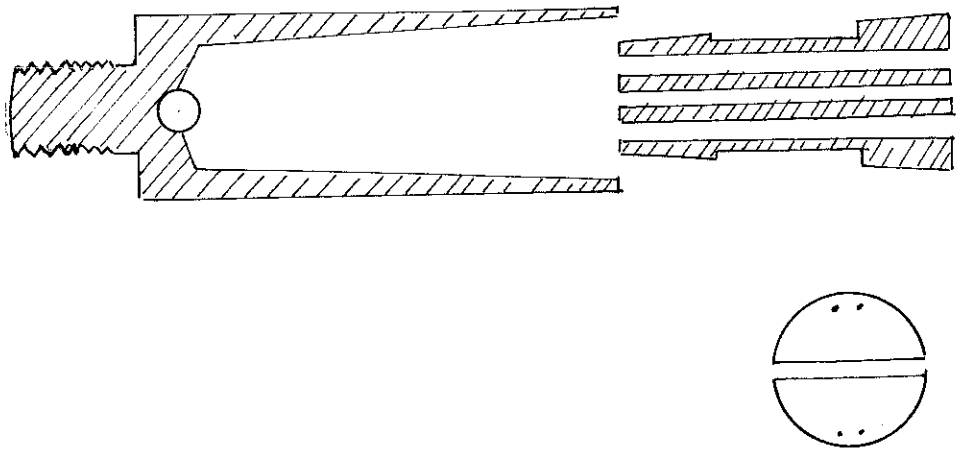


FIG 1.12

Un étalonnage typique de ces thermomètres est montré dans la fig. 1.13 A température ambiante, la résistance du thermomètre est de 516 Ω ; à l'azote de 590 Ω et à 4°K de 832 Ω. Au-dessous de 1K, la tension de mesure est d'approximativement 30 μV et la puissance dissipée est de l'ordre de 10^{-14} watt à plus basse température.

La mesure des résistances est effectuée avec un pont de Wheastone qui fonctionne en alternatif à environ 200 Hz,

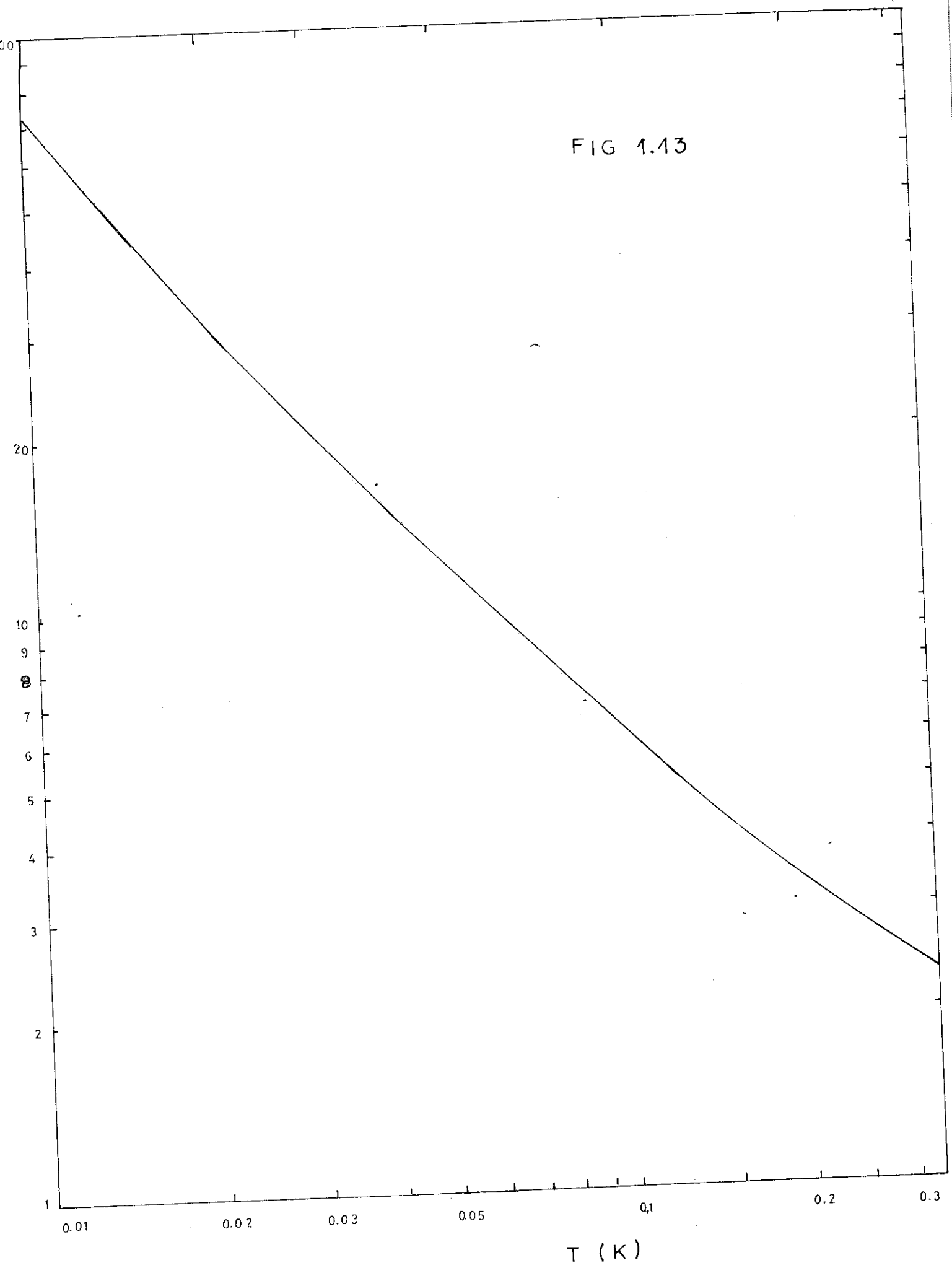


FIG 1.13

suivi d'une détection synchrone. L'étalonnage des résistances entre 4 K et 1,2K est fait par rapport à la pression de vapeur de l'^{3}He à l'aide d'un baratron .

Pour les températures inférieures à 0,7K, et jusqu'à 10 mK, l'étalonnage est fait avec le thermomètre magnétique de C.M.N. Pour celà, on fixe les résistances sur un bloc en poral, dans la phase diluée de la chambre de mélange où se situe aussi le C.M.N.

Les thermomètres suivent une loi du type

$$\left(\frac{\log R}{T}\right)^{\frac{1}{2}} = A \log R^{n} + B. \qquad 1.32$$

où A, B et n sont déterminés par la courbe dm étalonnage. Dans notre cas,

$n \sim 4$ pour $T < 0,4K$
$n \sim 2$ " $T > 0,4K$

La déviation de cette loi à très basses températures est de l'ordre de 0,1%.

En ce qui concerne la reproductibilité, nous n'avons pas assez de données pour donner une reproductibilité quantitative, mais elle semble être meilleure que 1%.

Thermomètre magnétique

Le thermomètre principal est un cylindre de 1,5 gr de C.M.N en poudre, et dont le diamètre est égal à la hauteur.

Ce cyclindre est placé à l'extrêmité inférieure de la chambre de mélange. Malgré la faible susceptibilité magnétique du C.M.N, ce type de thermomètre est très utile étant donné sa basse température d'ordre qui permet de définir une échelle de température jusqu'à quelques milli-Kelvin.

La susceptibilité magnétique est mesurée avec un pont suivi d'une détection synchrone qui permet la détermination de l'inductance mutuelle entre deux bobines.

La bobine d'inductance mutuelle consiste en deux enroulements secondaires en opposition, mis symétriquement sur une bobine primaire, bobinée uniformément. Chaque secondaire contient 4000 spires de cuivre de ϕ = 0,07mm.

Pour le primaire, on a utilisé du fil de Ni-Ti recouvert d'une mince couche de cuivre ϕ = 0,07mm. Celle-ci contient 1200 spires distribuées en deux couches sur une longueur de 49mm. (fig.1.14).

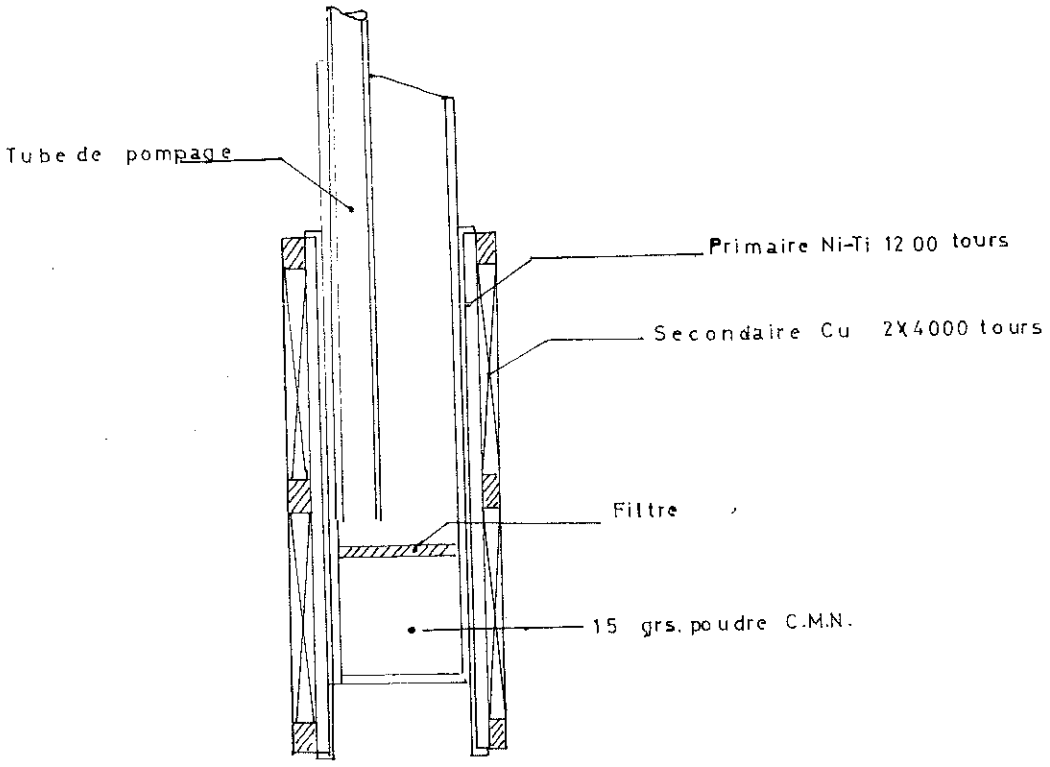


FIG 1.14

Pour empêcher une entrée possible de chaleur par conduction compte tenu du fait que la bobine se trouve directement sur la chambre de mélange, les connexions de la bobine ont été faites en fil de Nb de ϕ = 0,12mm. Par ailleurs, le courant d'alimentation du primaire a été réduit à 1,25mA (original 16mA) au moyen d'un diviseur de courant. La sensibilité de nôtre pont nous permet de mesurer 10^{-1} H. Le fait de débrancher la bobine de mutuelle n'a pas d'influence sur la

température minimale, et n'affecte pas non plus la mesure avec le SQUID.

De façon générale, on peut définir une échelle de température T^* déduite de la loi de Curie

$$\chi = \frac{C}{T^*}$$

Pour le C.M.N.

$$\chi = \frac{0,83 \times 10^{-3}}{T^*} \quad \text{U.E.M.}$$

Cependant, la température magnétique T^* donnée par la mesure de la susceptibilité magnétique, ne correspond pas rigoureusement à la valeur réelle de la température T. Les variations de T^* en fonction de la susceptibilité suivent une loi

$$\chi = \frac{C}{T + \Delta}$$

où Δ varie selon la configuration géométrique du sel.

Dans le cas d'une poudre tassée sous la forme d'un cylindre de hauteur égale au diamètre, des mesures récentes[17] donnent comme valeur de

$$-0,5 \text{ mK} < \Delta < +0,3 \text{ mK}.$$

II.I. CARACTERISTIQUES DE JONCTIONS FAIBLES

2.I.I. INTRODUCTION

La supraconductivité peut être expliquée comme un phénomène de cohérence à grande distance[18] entre électrons interagissant par l'intermédiaire des phonons. Ce phénomène de cohérence implique que les fonctions d'onde associées aux électrons ont la même fréquence et surtout la même phase. On peut alors associer une fonction d'onde unique macroscopique à toutes les paires d'électrons, qui en l'absence de champ externe ont la même phase.

La théorie B.C.S. du couplage par paires explique la résistance électrique nulle à fréquence zéro, ainsi que l'effet "Meissner", qui consiste en l'exclusion d'un champ magnétique du volume du supraconducteur par des courants superficiels. Les supraconducteurs ont une troisième propriété : la quantification du flux, c'est-à-dire que la quantité de flux contenue dans un anneau supraconducteur n'est pas arbitraire, mais quantifiée[19] en unités de quantum de flux.

$$\phi_0 = \frac{h}{2e} = 2{,}07 \times 10^{-7} \text{ gauss/cm}^2 \qquad 2.1$$

Quand le flux dans un anneau supraconducteur est nul, il se trouve à l'état quantique $n = 0$. L'application d'un champ magnétique induit la circulation de supercourants superficiels qui empêchent l'entrée du champ magnétique, conservant l'anneau à l'état $n=0$.

Si on impose artificiellement un gradient de phase entre deux parties d'un supraconducteur, les paires supraconductrices peuvent traverser cette barrière, faisant circuler un

supercourant, sans l'apparition de tension entre les deux parties de la barrière.
L'expression analytique de ce supercourant et sa variation avec le gradient de phase imposé ont été données par Josephson[20].

$$i_s = i_c \sin \Delta\phi \qquad 2.2$$

où i_c est appelé courant critique.

L'effet Josephson est produit quand $i_s \leqslant i_c$; quand $i_s > i_c$ un voltage fini apparaît aux bornes de la barrière

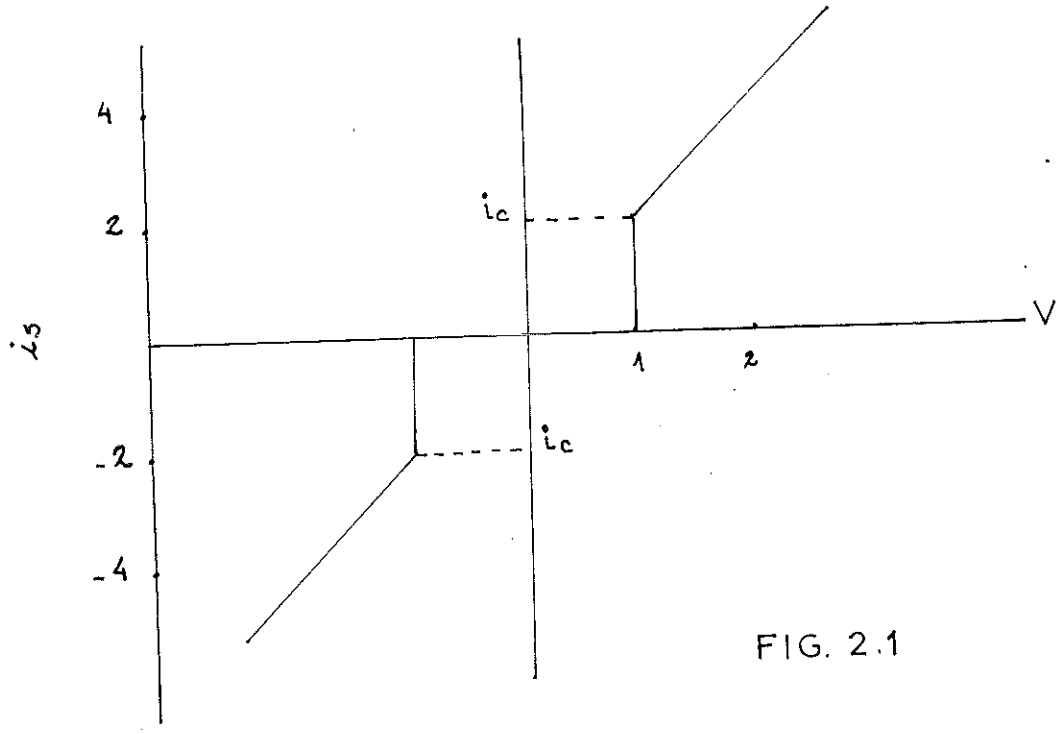


FIG. 2.1

Ce supercourant sans tension et sa forte dépendance en fonction du champ magnétique continu caractérisent l'effet Josephson continu.

2.1.2. QUANTIFICATION DE L'INTEGRALE DE PHASE

Les variables macroscopiques qui peuvent être mesurées dans un anneau supraconducteur sont essentiellement : le flux magnétique piégé et le courant qui circule [21,22], dont la valeur est liée linéairement au moment magnétique de l'anneau.

On caractérise généralement le système par deux paramètres : un facteur purement géométrique qui est l'inductance, et un facteur qui dépend du type de couplage, le courant critique i_c.

Théorie linéaire :

Considérons deux supraconducteurs faiblement couplés. La fonction d'onde que détermine l'état quantique macroscopique dans chaque supraconducteur est donnée par :

$$\psi = \psi_0 \, e^{i\varphi} \qquad 2.3$$

où la phase φ est liée aux variables cinématiques par la relation

$$\nabla \varphi = \bar{P}/\hbar \qquad 2.4$$

Dans l'équation précédente $\bar{P}$ est le moment généralisé :

$$\bar{P} = 2(m\bar{v} + e\bar{A}) \qquad 2.5$$

$\bar{v}$ étant la vitesse moyenne des électrons
$\bar{A}$ " le potentiel vecteur.

La quantification de l'intégrale de phase fait que, sur un circuit fermé, la phase peut varier seulement d'un nombre entier de fois 2π (fig. 2.2).

$$\oint_c \nabla \varphi \, dx = 2\pi k$$

De 2.5

$$\oint (2m\bar{v} + 2e\bar{A})\, dx = h k \qquad 2.6$$

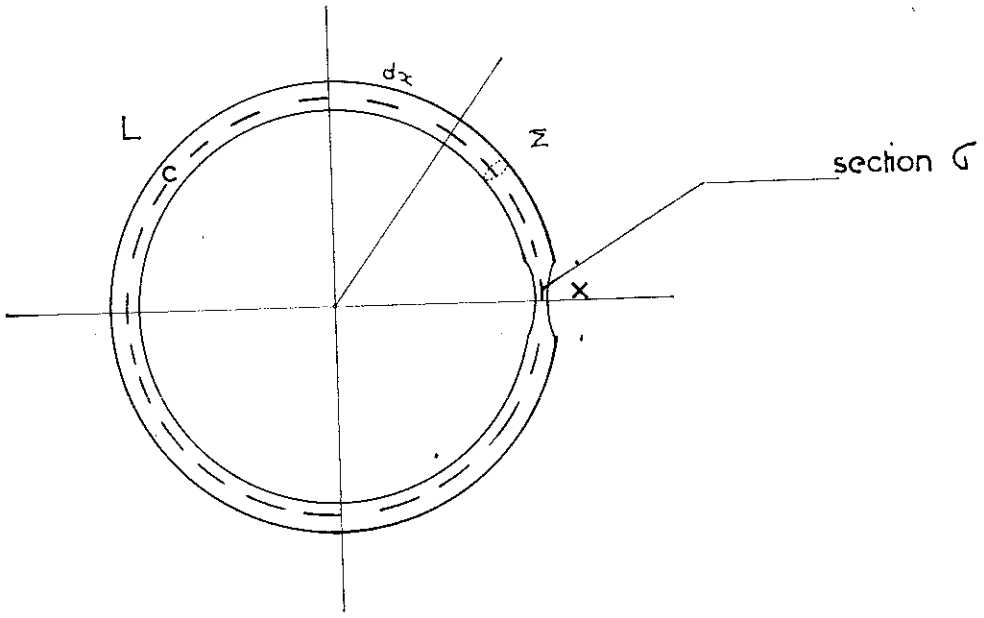


FIG. 2.2

Si on considère que la section de l'anneau (Σ) est assez grande par rapport à la profondeur de pénétration de London (λ), la présence d'un champ magnétique induit la circulation de super-courants superficiels dans une couche d'épaisseur λ . Dans le volume, la densité de courant est nulle. Par ailleurs, si la section de couplage (Σ) est inférieure à la profondeur de pénétration λ , la densité de courant à l'intérieur de ce contact n'est jamais nulle[23] et l'on a :

$$\oint 2m\bar{v}\, dx = \int_x 2m\bar{v}\, dx$$

2.6 prend la forme

$$\int_x 2m\bar{v}\, dx + \int 2e\bar{A}\, dx = h k \qquad 2.7$$

Puisque la densité de courant $j = nev$,

$$\int \frac{m j}{n e^2} dx + \oint_C \bar{A} \cdot dx = \frac{h k}{2e} \qquad 2.8$$

fluxoïde de London — Flux magnétique dans l'anneau (Φ)

Or, la densité de courant sur la section transversale de la jonction σ est uniforme [23] (n = constante) et $j = \frac{i}{\sigma}$, donc

$$L \frac{m i x}{n e^2 \sigma L} + \Phi = k \Phi_0 \quad ;$$

en posant $\gamma = \frac{m x}{n e^2 \sigma L}$

$$\gamma L i + \Phi = k \Phi_0 \qquad 2.9$$

où L est l'inductance totale de l'anneau et i le courant total.

2.1.3. ETATS MAGNETIQUES STATIONNAIRES

Le flux qui traverse l'anneau sans jonction est : le flux appliqué Φ_x et le flux L i, produit par le courant qui s'oppose à la pénétration du flux à l'intérieur de l'anneau

$$\Phi = \Phi_x + L i \qquad 2.10$$

De 2.9 et 2.10 on déduit

$$L i (1 + \gamma) + \Phi_x = k \Phi_0 \qquad 2.11$$

$$\Phi = \frac{k \Phi_0 + \gamma \Phi_x}{1 + \gamma} \qquad 2.12$$

La présence d'un couplage faible équivaut à l'introduction d'une auto-inductance supplémentaire .

L'équation 2.11 montre que pour un même état, quand le flux externe ϕ_x augmente, le courant qui s'oppose à la pénétration augmente aussi jusqu'à la valeur limite $\pm i_c$. Si on arrive à cette valeur, la jonction transite et le flux pénètre entièrement.

Pour une valeur donnée de k, la valeur de ϕ_x peut seulement varier dans les limites :

$$\Delta\phi_x = 2(1+\gamma) L i_c$$

Si ϕ_x continue à augmenter au delà de cette limite, on a une transition

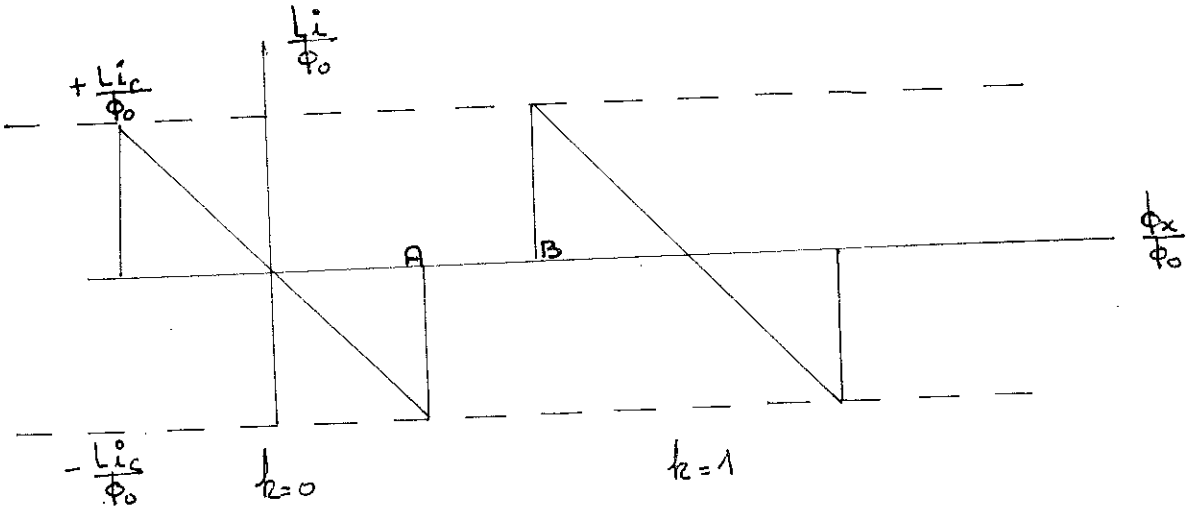


FIG. 2.3

On déduit de la Fig. 2.3 que la différence de flux entre A et B est

$$\frac{\Delta\phi_x}{\phi_0} = 1 - \frac{2L(1+\gamma)}{\phi_0} i_c \qquad 2.14$$

Les caractéristiques des transitions de l'anneau faiblement couplé vont dépendre de la valeur du courant critique ($i_c = j_c G$).

Si $i_c < \phi_0/2L(1+\gamma)$, le système est peu diamagnétique, le contact transite à l'état normal avant que le flux appliqué ait varié de plus de $\phi/2L(1+\gamma)$ (point A dans la fig. 2.3). Le système devient résistif jusqu'à ce que ϕ_x arrive à la valeur ϕ_{xB}. A ce moment, il peut commencer à décrire

les caractéristiques de l'état $k=1$, c'est-à-dire que le contact est de nouveau supraconducteur.
Pour $i_c = \phi_o/2L\ (1+\gamma)$, les points A et B se confondent et le système peut passer d'un état à l'autre chaque fois que le courant arrive à la valeur i_c.

Quand $i_c > \phi_o/2L(1+\gamma)$, le système est fortement diamagnétique. Pour une série de valeurs de ϕ_x dans un certain rang, le courant peut avoir deux valeurs possibles selon que l'on applique un flux croissant ou décroissant. Dans le cas extrême, où le courant est très grand, $i_c >> 1/2\ L\ (1+\gamma)$ la transition peut se produire entre plusieurs états.

La fig. 2.4 montre la variation de ϕ dans l'anneau en fonction du flux magnétique appliqué, ainsi que la variation de Li pour 3 valeurs de i_c.

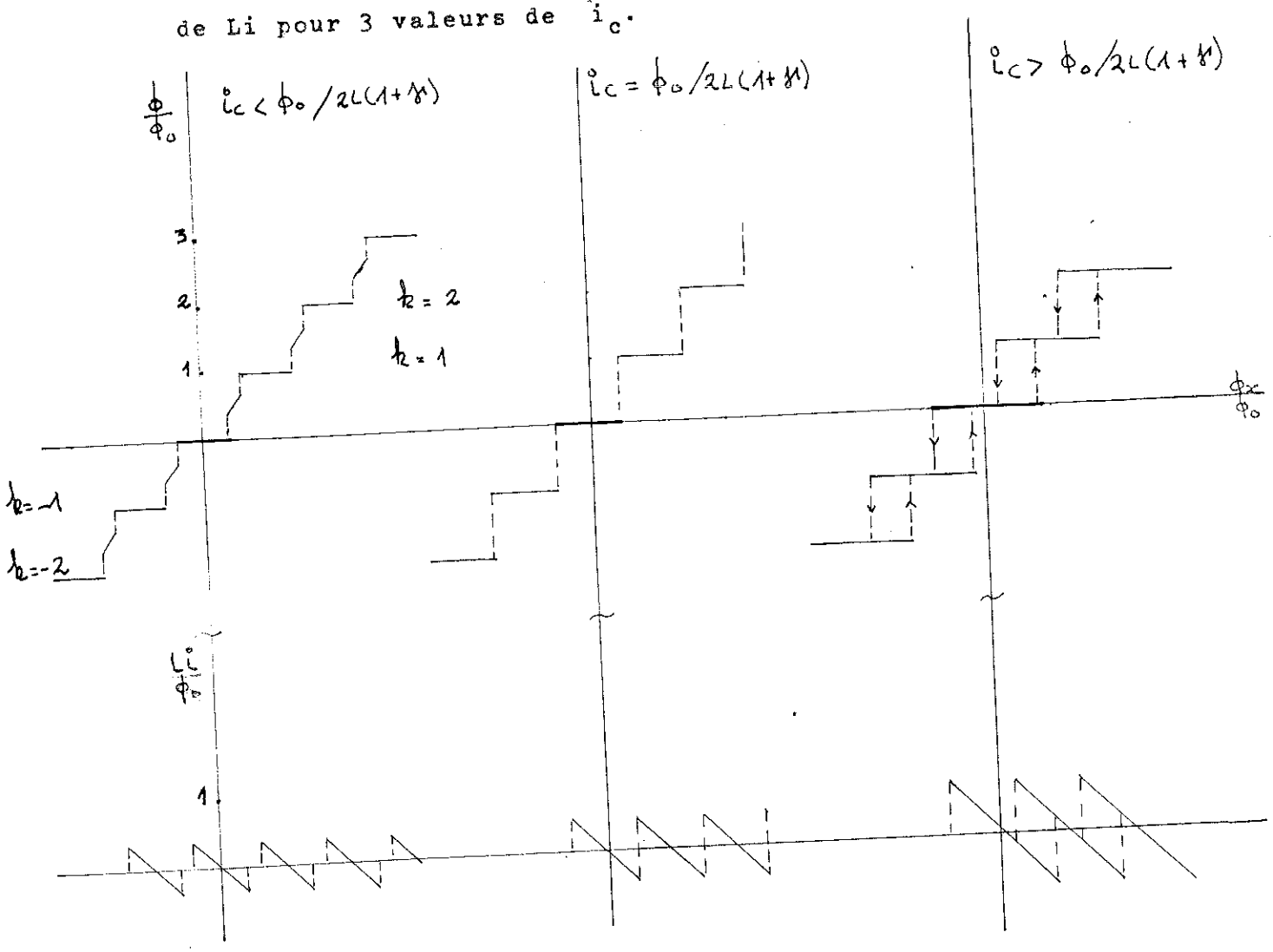


FIG. 2.4

2.1.4. INFLUENCE DES CARACTERISTIQUES DE LA JONCTION

L'expression analytique du courant en fonction des variables cinématiques, donnée par Josephson [24] est :

$$j = j_c \sin \left(h^{-1} \int 2m\, \bar{v}.\, dx\right) \qquad 2.15$$

Si on considère que σ est assez petit, on peut prendre la densité de courant uniforme. Alors dans les mêmes conditions que pour la section précédente :

$$\int_{\text{jonction}} 2\, m\, \bar{v}.dx = \hbar \sin^{-1} \frac{i}{ic} \qquad 2.16$$

Si on substitue cette condition dans l'intégrale de phase (équation 2.8) on a

$$\hbar \sin^{-1} \frac{i}{ic} + 2\, e\phi = k\, h$$

donc

$$Li = Lic \sin \frac{2e}{h} (k\, \phi_o - \phi)$$

Comme pour le cas précédent, 2.10 nous donne l'expression du flux accepté par l'anneau, la valeur de Li en fonction du flux appliqué ϕ_x [25] et le courant critique i_c

$$\phi = \phi_x + Lic \sin \frac{2e}{h} (k\, \phi_o - \phi) \qquad 2.17$$

$$Li = -Lic \sin \frac{2e}{h} (k\, \phi_o - \phi_x - Li) \qquad 2.18$$

Le fait d'introduire les caractéristiques de la jonction nous amène à des solutions dans lesquelles les états qui correspondent à différentes valeurs de k ne sont pas indépendants, mais passent de façon continue d'un état à un autre.

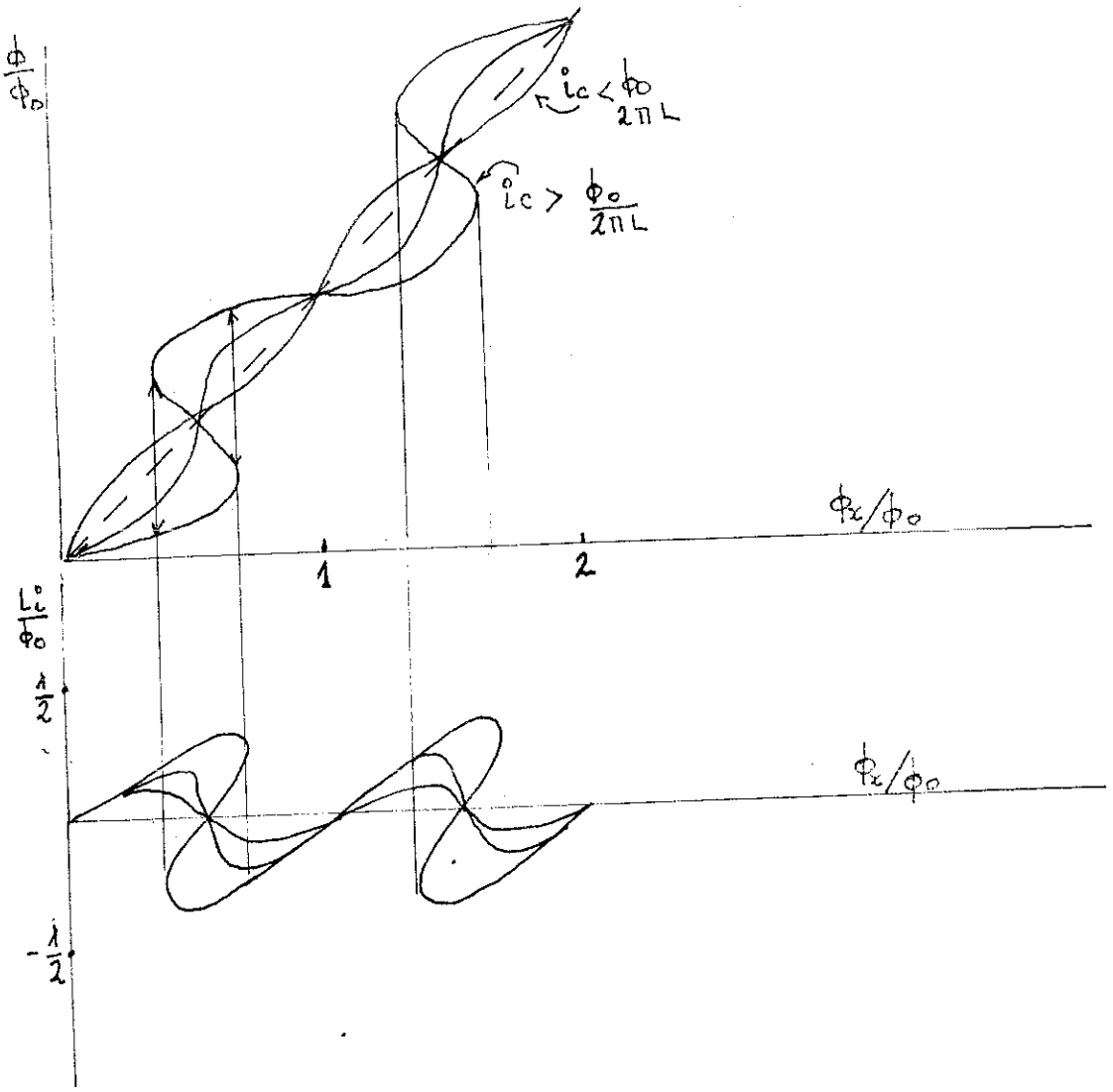


FIG. 2.5

Les courbes qui montrent la variation de ϕ et de Li avec ϕ_x (Fig. 2.5) dépendent, comme dans le cas précédent, de la valeur de i_c.

Dans l'équation 2.18 ont peut voir que Li/ϕ_o dans l'anneau est nul pour $\frac{2e}{h}(k\,\phi_o - \phi_x) = n\pi$,

C'est à dire pour $n = 0 \quad \phi_x = k\phi_o$

$n = \pm 1 \quad \phi_x = (k \pm \frac{1}{2})\,\phi_o$

L'état k passe à l'état $k+1$ à ce premier zéro. Physiquement, on peut considérer le dispositif comme un anneau où l'auto-inductance équivalente $L(1 + \gamma)$ dépend du courant i qui la traverse, donc du flux appliqué à l'anneau supraconducteur. Par suite, elle n'est pas linéaire[23].

L'anneau s'oppose à la pénétration du flux jusqu'à la valeur $\phi_x = \phi_o/2$. Pour cette valeur, on peut voir qu'il y aura deux types de fonctionnement essentiellement différents :

pour $i_c < \phi_o / 2\pi L$, on passe de façon continue et réversible d'un état à un autre, tandis que pour $i_c > \phi_o / 2\pi L$, on trouve plusieurs valeurs de flux total pour la même valeur de ϕ_x / ϕ_o (points stables aux extrêmités des flèches fig. 2.5). La transition se fait de façon que le système décrit un cycle d'hystérésis qui correspond à une énergie disssipée dans l'anneau.

II.2. UTILISATION DU SQUID COMME APPAREIL DE MESURE

2.2.1. LE SQUID

Le SQUID symétrique [24] est fabriqué dans un cylindre de Nb massif de 1 cm de diamètre. Dans son intérieur deux trous de 2mm de diamètre et 10mm de profondeur sont unis par une fente de 0,1mm (fig. 2, 6a)

FIG. 2.6

La liaison faible est faite à l'aide de deux vis en Nb, l'une plate, l'autre pointue qui traversent perpendiculairement le cylindre en son centre (σ probablement quelques centaines d'Angströms).

Etant donnée sa géométrie symétrique, le SQUID est insensible aux champs magnétiques homogènes, de sorte que pour faire une mesure, on doit déséquilibrer le dispositif. Pour cela, on introduit le signal dans une des deux cavités à l'aide d'une bobine. Dans la deuxième cavité, sera la bobine du circuit résonant (fig. 2.7) liée à l'éléctronique et à la détection.

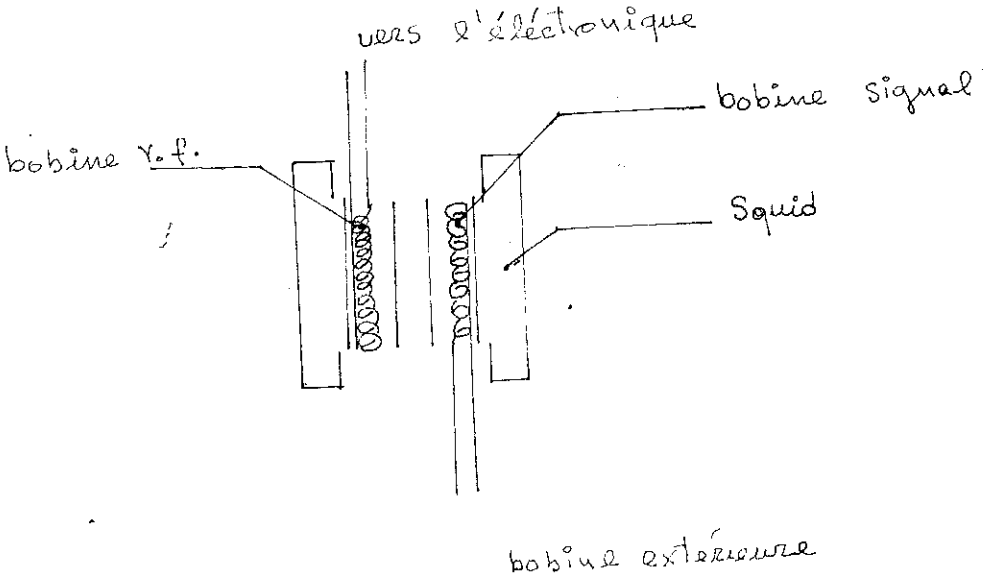
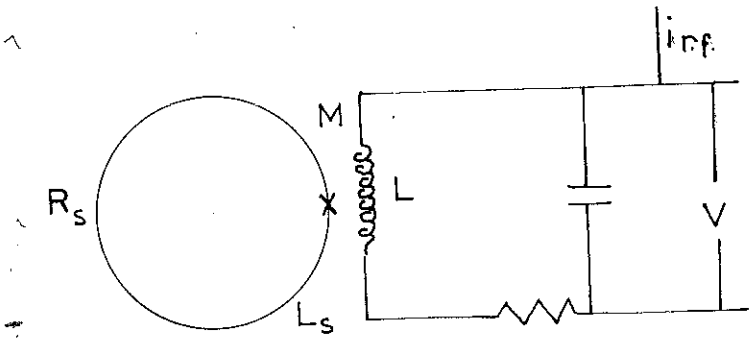


Fig. 2.7

2.2.2. CARACTERISTIQUES DU COUPLAGE ENTRE LE CIRCUIT RESONANT ET LE SQUID

La méthode consiste à fournir l'énergie perdue par un circuit résonant qui est couplé inductivement au SQUID. Ceci nous permet d'avoir une information sur le flux piégé dans l'anneau.

Etant donnée la géométrie fermée du SQUID, une bobine RF est nécessaire pour exciter le système et pour détecter les variations qui se produisent en lui.
Le facteur de qualité $Q^{(27)}$ du circuit est modifié selon le flux piégé. Ce flux piégé est périodique en Φ_o ainsi que la variation du coefficient de qualité et donc la tension V mesurée aux bornes de la bobine.



$Q \sim 100$

Fig. 2.8

On effectue cette mesure avec un circuit d'accord couplé faiblement (27) à un oscillateur RF de fréquence fixe (19MHz). Par ailleurs un oscillateur d'audio-fréquence (1KHz) permet de moduler l'amplitude du signal R.F, ce dont nous verrons par la suite l'utilité.

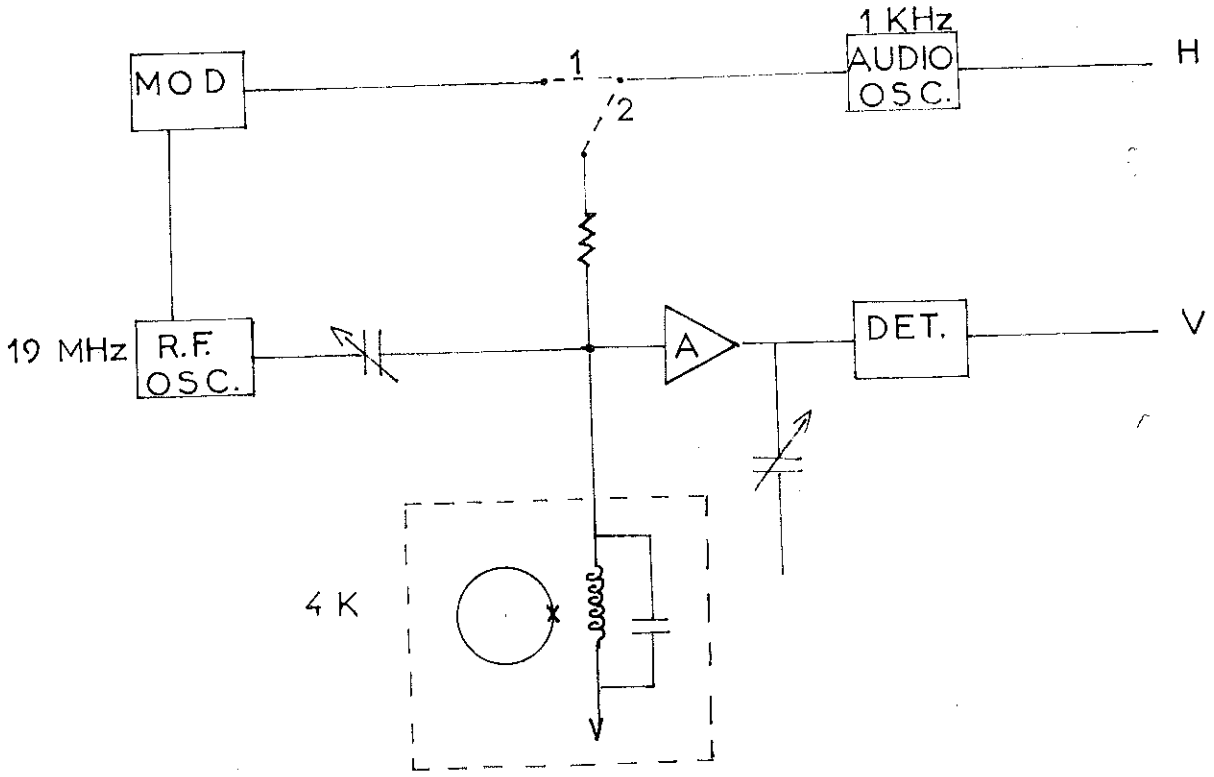
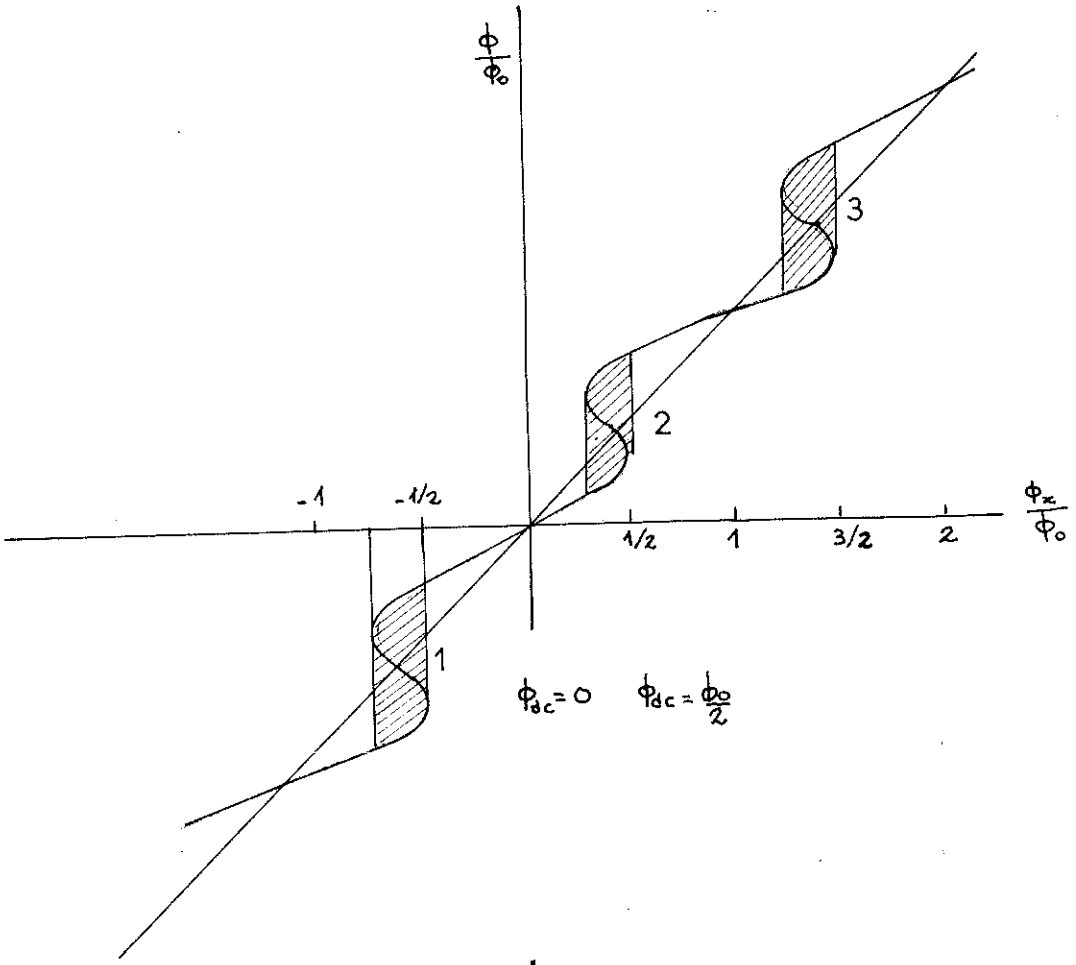
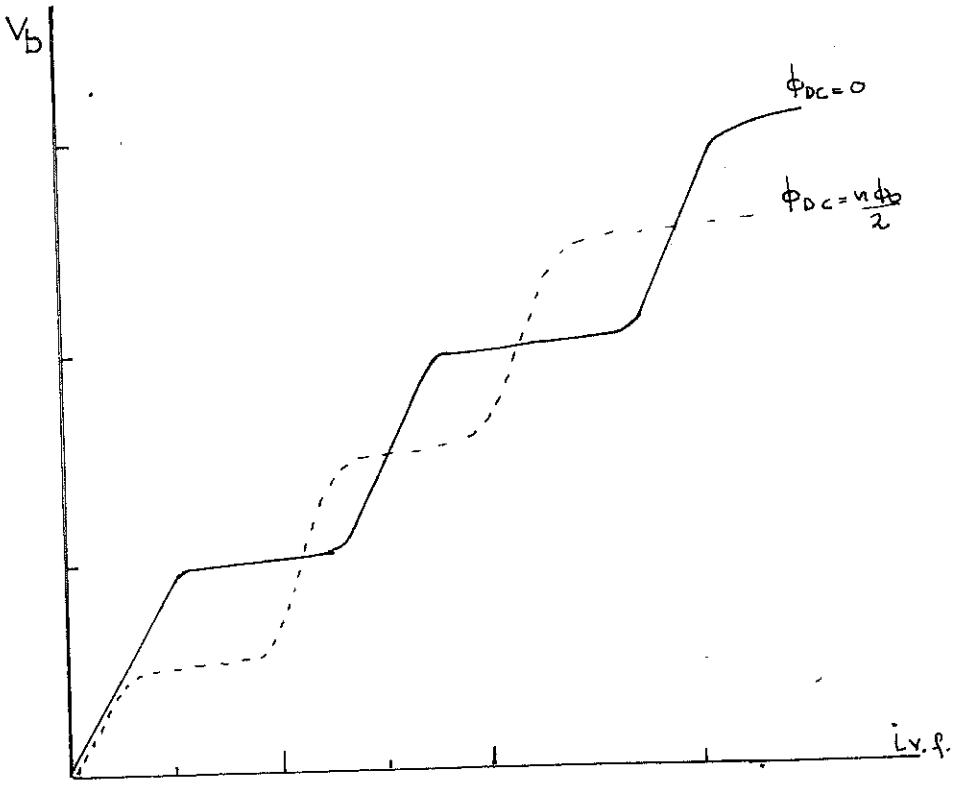


Fig. 2.9

FIG 2.10


$\frac{\Phi}{\Phi_0}$
3
2
1
-1
-1/2
1/2
1
3/2
2
$\frac{\Phi_x}{\Phi_0}$
$\Phi_{DC}=0$
$\Phi_{DC}=\frac{\Phi_0}{2}$

a


V_b
$\Phi_{DC}=0$
$\Phi_{DC}=n\frac{\Phi_0}{2}$
i.v.f.

b

Influence de l'intensité du champ R.F. : Supposons un SQUID avec un courant critique $i_c > \phi_o / 2\pi L$.
Lorsque le flux ϕ_x variera, il se produira des transitions irréversibles (fig.2.10a) et le circuit oscillant devra compenser les pertes de chaque cycle d'hystérésis pour que le SQUID puisse passer d'un état quantique au suivant.

Quand l'amplitude de flux R.F. appliqué est inférieure à ϕ_o, la seule énergie dissipée dans le circuit oscillant est celle propre au circuit ; l'amplitude de la tension détectée V_o est donc proportionnelle à ϕ_x, c'est-à-dire à l'amplitude $i_{R.F}$ injectée. Quand le flux appliqué á la valeur $\phi_o/2$, on a deux cycles d'hystérésis pour chaque cycle R.F. (1 et 2 dans la Fig. 2.10a) et une certaine énergie est dissipée dans l'anneau, la tension n'augmente plus et la courbe $V = f(i)$ présente un palier (Fig. 2.10b pour $\phi_{dc} = 0$). Si $i_{R.F}$ augmente encore, la tension V_b reste presque constante, jusqu'à ce que ϕ_x ait la valeur $(1 + \frac{1}{2}) \phi_o$. On a de nouveau des pertes supplémentaires dues aux phénomènes d'hystérésis et il y a un nouveau palier (Fig. 2.10 b $\phi_{oc} = 0$) .

On obtient ce comportement en branchant le circuit électronique en la position 1 (fig. 2.9) (R.F. MOD) (28).
L'oscillateur de basse fréquence module l'amplitude du signal de radio-fréquence de zéro jusqu'à une amplitude maximale. C'est ce signal qu'on peut obtenir à l'oscilloscope en portant l'AUDIO OUT(28) à la déflext on horizontale et le détecteur (DETECTOR OUT (28) à la déflexion verticale.
On utilise cette modulation (RF MOD) pour accorder le circuit oscillant.

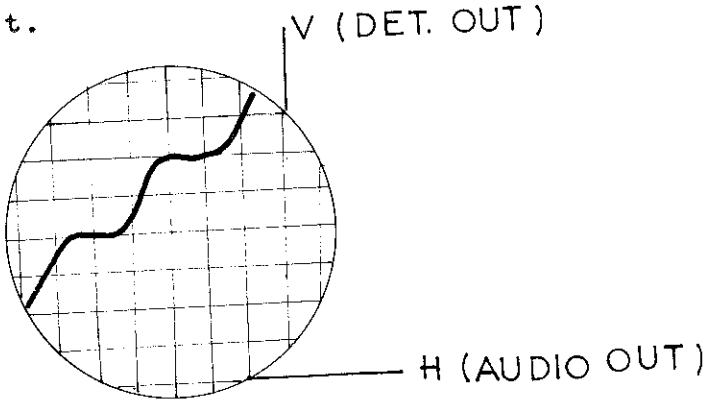


Fig. 2.11 RF MOD -- Relation entre l'amplitude de la tension R et l'intensité de champ radio fréquence

2.2.3. INFLUENCE D'UN CHAMP CONTINU

Supposons maintenant qu'on applique un flux continu ϕ_{dc} additionnel à l'anneau, de sorte que le flux appliqué sera de la forme :

$$\varphi_x = \varphi_{d.c.} + \varphi_1 \sin \omega_o t$$

où ω_o est la fréquence angulaire du circuit résonnant (RF)
φ_1 amplitude de signal RF.

Les caractéristiques des courbes v=f(i) vont varier selon la valeur de φ_{dc}.

Pour $\phi_{dc} = \phi_o/2$ et φ_1 plus grand qu'un cycle d'hystérésis mais moins grand qu'un état quantique, les courbes v=f(i) présenteront d'abord une pente due aux pertes propres du circuit résonant, ensuite et plus près de l'origine que dans le cas précédent, un palier dû aux pertes d'un seul cycle d'hystérésis (Fig. 2.10b $\varphi_{dc} \neq 0$). Ces pertes seront constantes lorsque le circuit résonant oscille avec une amplitude $\varphi_1 < \phi_o$. Quand $\varphi_1 \sim \phi_o$ de nouvelles pertes dans le circuit correspondront à deux cycles d'hystérésis supplémentaires.

La première absorption d'énergie apparaîtra pour une amplitude de φ_1 presque nulle due au décalage initial introduit par φ_{dc} et une valeur de v_b qui correspond à φ_{dc} (facteur de qualité Q et accouplement du circuit).

Les paliers représentés sur la Fig. 2.10b pour $\varphi_{dc} = n\phi_o/2$ sont donc décalés de $\phi_o/2$ par rapport à ceux qui représentent $\varphi_{dc} = 0$.

On peut vérifier facilement à partir des figures 2.10a et 2.10b que si φ_{dc} change, les caractéristiques de v = f(i) évoluent entre ces deux caractéristiques extrêmes. Ces caractéristiques s'obtiennent en mettant le système électronique à la position 2 (Audio MODE) (fig. 2.9). Ainsi, le niveau de radio-fréquence est fixe et le flux φ_{dc} est modulé

à l'audio-fréquence de 1KHz ce qui permet de balayer les deux caractéristiques des courbes. On obtient de cette façon une modulation de v_b entre une valeur $\pm|\Delta v_b|$ et une valeur nulle lorsque le niveau de radio-fréquence correspond à $(n+\frac{1}{2})\,\phi_o$ (intersection des deux courbes sur la fig. 2.10b). Si le flux φ_{dc} augmente en fonction du temps et l'amplitude φ_1 est constante et égale à $(\frac{1}{4} + \frac{n}{2})\,\phi_o$, la tension v_b est périodique en ϕ_o (fig. 2.11a). Ce signal audio-MOD peut être obtenu sur l'oscilloscope en mettant l'Audio OUT et DETECTOR OUT de la même façon que pour le cas précédent mais dans ces conditions l'audio-OUT libèrera un signal qui équivaut au flux moyen dans le SQUID. Les figures obtenues seront des triangles (résultant du couplage faible) de période égale à ϕ_o et d'amplitude $\phi_o/2$. Certaines figures de celles-ci qui correspondent à différentes valeurs d'accord sont montrées sur la fig.2.11 b.

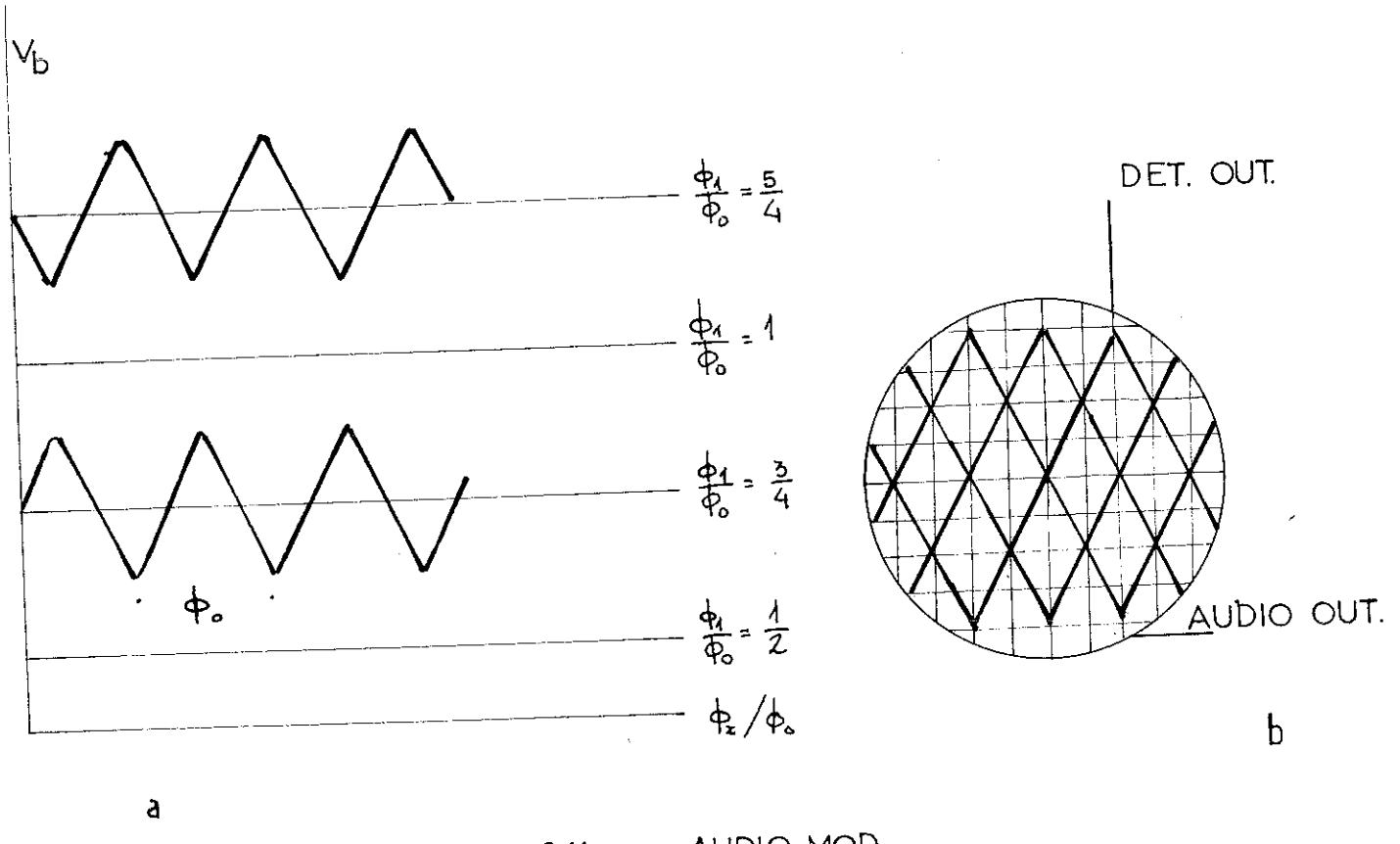


FIG.2.11 AUDIO MOD.

2.2.4. CIRCUIT DE DETECTION ET DE CONTRE-REACTION

Le signal d'audio-fréquence 1KHz qui contrôle le flux moyen dans le SQUID est aussi le signal de référence d'une détection synchrone. Après ce détecteur, un intégrateur libère un signal directement proportionnel au changement de flux dans le SQUID. On enregistre ce signal (LOCK in OUTPUT)[28] et on le réinjecte à travers une résistance de 10KΩ en contre-réaction avec la bobine R.F. à l'intérieur du SQUID (fig. 2.12). Puisque le SQUID symétrique est insensible à la variation de champs magnétiques homogènes, la seule façon de changer le flux dans le SQUID est d'injecter un signal dans la deuxième cavité à travers un transformateur de flux. Ce signal est enregistré par la bobine R.F et une fois amplifié , il apparaît à la sortie de la détection synchrone comme un signal d'erreur e qui est envoyé à l'intégrateur. Celui-ci intègre la tension par rapport au temps jusqu'à ce que le flux induit $\Delta\phi_v$ compense exactement la variation $\Delta\phi$. La tension de contre-réaction nécessaire pour compenser un quantum de flux dépend de l'inductance mutuelle entre la bobine R.F. et le SQUID. Pour le SQUID que nous utilisons (S.H.E.), celle-ci est d'environ 10 à 15 mV/ϕ_o.

L'électronique du SQUID peut maintenir fixe le signal en additionnant successivement les changements de flux $\Delta\phi$ produits dans le "SQUID". Néanmoins, l'amplificateur de l'intégrateur est saturé à $\pm$ 10V ($\sim$1000 ϕ_o). Il faut alors ramener l'intégrateur à zéro en déchargeant le condensateur C (fig. 2.12). Enfin, le changement maximal de flux par unité de temps ($\Delta\phi$/t) que l'électronique peut compenser est d'approximativement 250 quantum de flux par seconde.

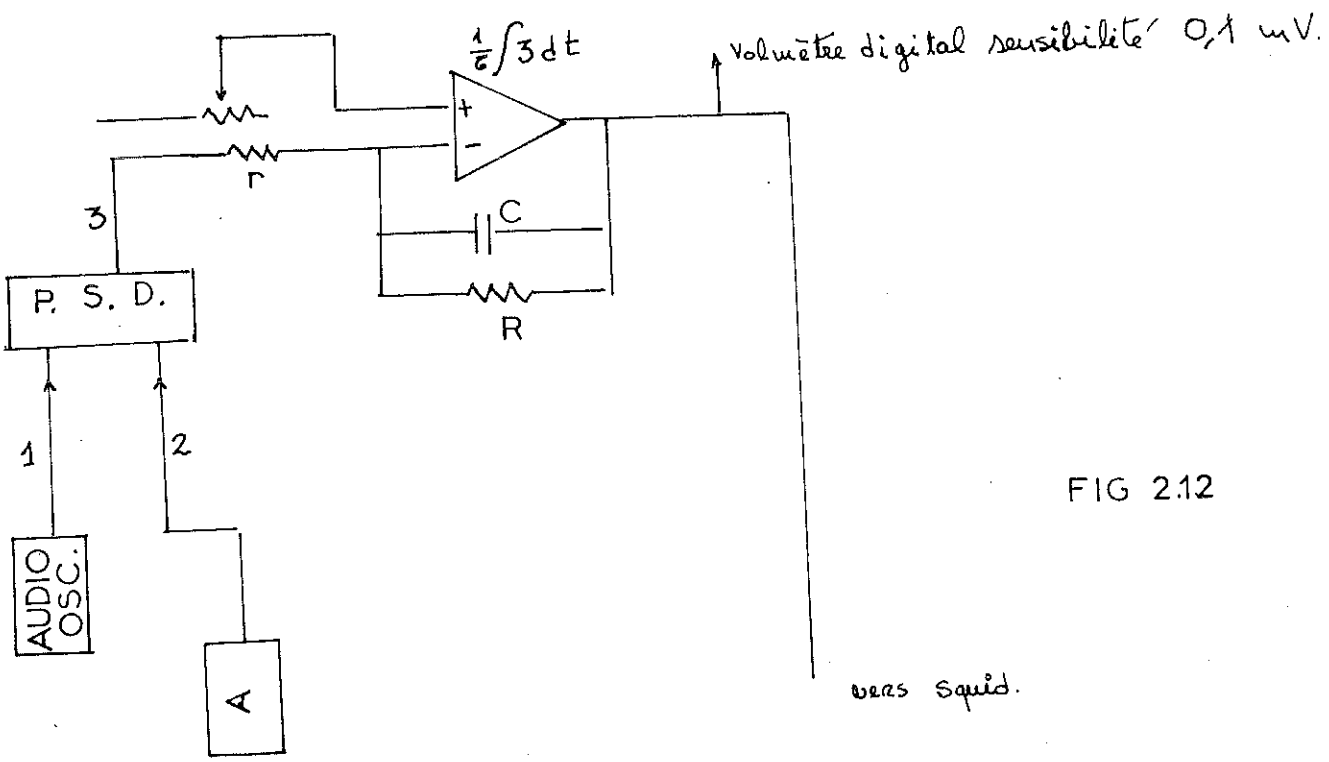


FIG 2.12

II.3. UTILISATION DU SQUID EN MAGNOMETRIE

2.3.1. PRINCIPE GENERAL

Le SQUID utilisé comme magnétomètre fournit un moyen très sensible pour faire des mesures d'aimantation dans des champs magnétiques très faibles.

La méthode de mesure consiste à utiliser un transformateur de flux supraconducteur dont l'un des enroulements (bobine de détection) est placé autour de l'échantillon et l'autre dans le SQUID (bobine de signal). Toute variation d'aimantation de l'échantillon produit un courant qui engendre une variation du flux moyen dans le SQUID. Celle-ci est annulé par le courant de contre réaction dans la bobine R.F., qui est proportionnel à la variation de l'aimantation.

La variation d'aimantation peut être produite de deux façons :

- soit en variant le champ magnétique dans lequel est placé l'échantillon, à température fixe,

- soit en laissant le champ fixe et en variant la température

Dans la première méthode, le champ variable suppose une alimentation extérieure de la bobine de champ, source de parasite, et une compensation parfaite des bobines de détection.

Par contre dans la seconde méthode, où l'on ne mesure que la variation thermique, on peut obtenir des champs extrêmement stables en les piégeant dans un cylindre supraconducteur qui sert en même temps de blindage contre les parasites. La compensation a peu d'importance[27].

C'est cette deuxième méthode que nous avons adoptée dans un souci d'efficacité. Cependant nous avons fait des essais préliminaires de la première méthode qui permettrait d'obtenir une mesure absolue de l'aimantation.

2.3.2. LE TRANSFORMATEUR DE FLUX

Le transformateur de flux qui forme le circuit d'entrée est constitué de deux bobines : une qui est à l'intérieur du SQUID (bobine de signal), à 4°K et une autre qui est placée autour de l'échantillon dans la chambre de mélange (bobine de détection). La bobine de signal est faite de fil de Nb (Ø = 0,08mm) et elle a 86 tours distribués de façon uniforme en deux couches sur une longueur de 4,2mm et un diamètre de 1,47mm (Fig. 2,13).

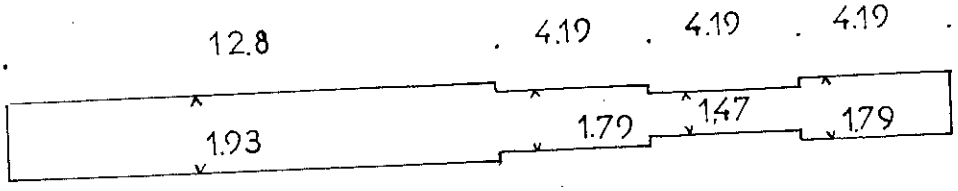


Fig. 2.13

La bobine de détection consiste en deux bobines de Nb (ϕ = 0,08) en opposition de 10 tours chacune enroulés sur une longueur de 1mm, avec une distance de 10mm d'un centre à un autre. Cette disposition réduit la sensibilité de l'ensemble aux perturbations extérieures. Les deux bobines qui forment le transformateur de flux sont unies par 50cm de fil de Nb (ϕ = 0,08, $L_{fils} \sim 3 \times 10^{-7}$ H/m).

-- ADAPTATION DES IMPEDANCES DANS LE TRANSFORMATEUR DE FLUX

Si la distance entre les deux enroulements en opposition de la bobine de mesure est assez grande pour pouvoir négliger leur inductance mutuelle, la variation de flux (ϕ_{Squid}) à l'intérieur du SQUID est, pour une induction B

$$\phi_{Squid} = \frac{M\, N_{ext}}{L_1+L_2+L_f} \times \phi_{ext} \qquad 2.19$$

où $\phi_{ext} = B\, S_2$;

M est l'inductance mutuelle entre la bobine de signal et le SQUID ;

N_{ext} et S_2, le nombre de tours et la section transversale de la bobine de mesure ;

L_2 , l'auto-inductance de la bobine de mesure et
L_1 , l'auto-inductance de la bobine de signal.

On appelle $\frac{M\, N_{ext}}{L_1+L_2+L_f}$ le facteur de réduction.

Pour une inductance mutuelle M donnée, la sensibilité du magnétomètre sera plus grande si le nombre de tours N_{ext} et la section sont plus grands. Or on ne peut pas augmenter ces deux paramètres de façon indépendante, puisqu'on obtient le meilleur couplage dans le circuit transformateur de flux quand l'auto-inductance de la bobine de mesure (L_2) est égale à l'auto-inductance effective de la bobine de signal dans le SQUID

FIG. 2.14

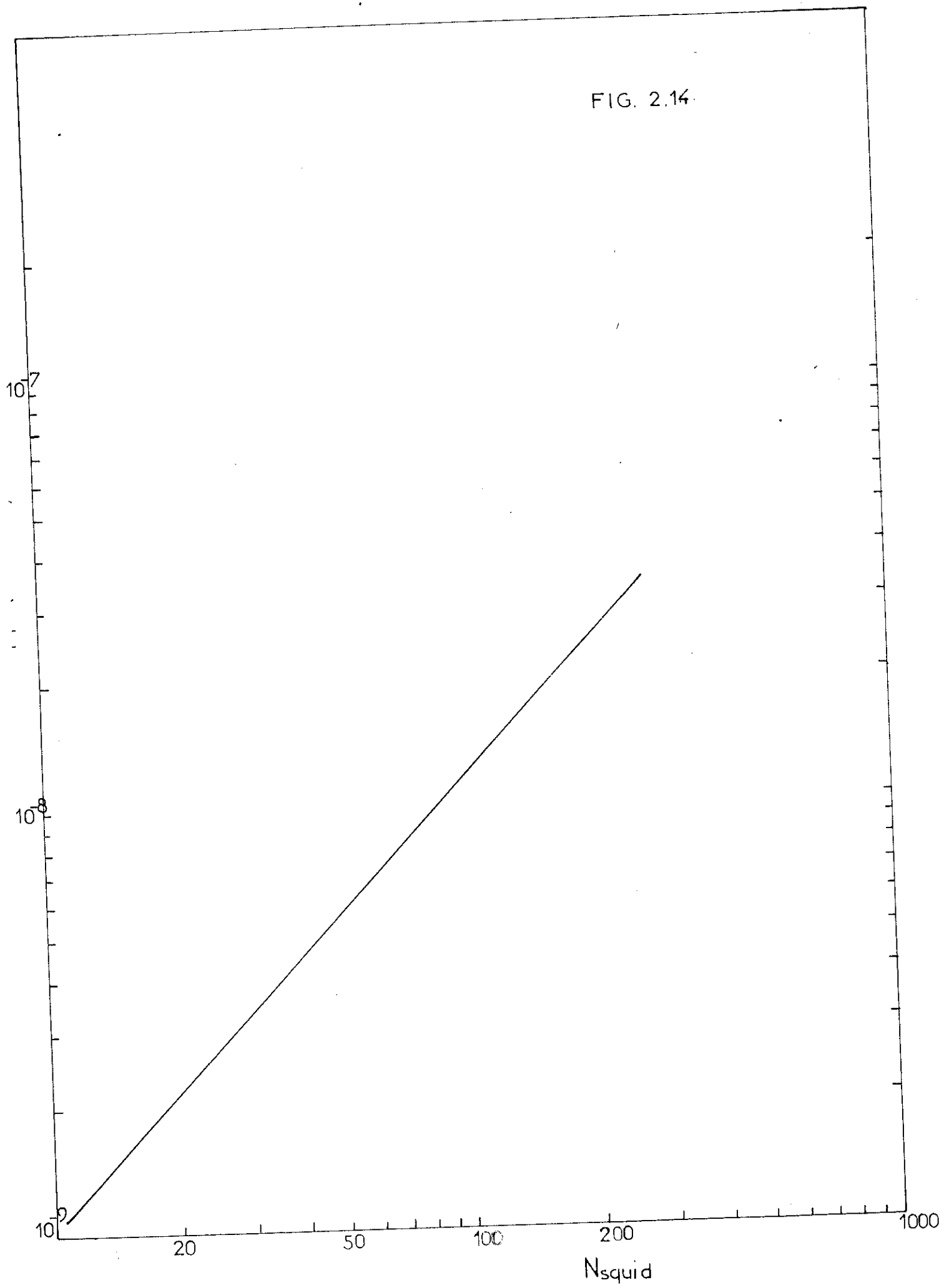
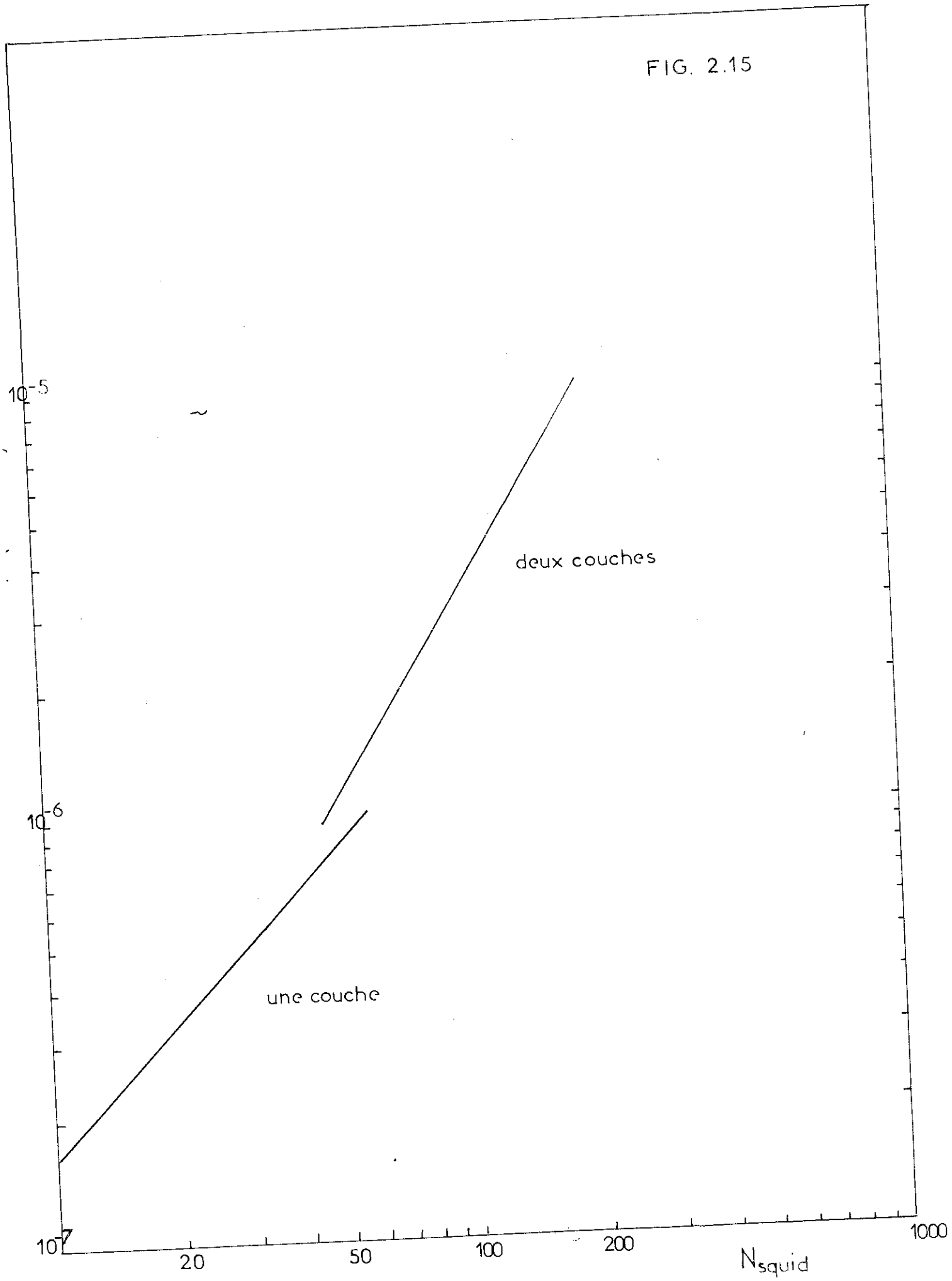


FIG. 2.15



ceci en supposant faible l'auto-inductance des fils de liaison. Les figures 2.14 et 2.15 montrent la variation de l'inductance mutuelle et l'auto-inductance effective de la bobine de signal dans le SQUID avec le nombre de tours [28]. Donc on a intérêt à mettre le maximum de tours dans la bobine de signal, dans notre cas 86 tours. L_2 étant déterminé par la condition d'adaptation des auto-inductances $L_1 = L_2$, le nombre de tours N_{ext} pour une géométrie déterminée est difficile à calculer. En effet, le fait d'avoir la bobine de détection dans un cyclindre supraconducteur modifie son auto-inductance effective. Une approximation raisonnable est la suivante [28] :

$$L_2 = 2\pi N^2 \bar{d} \; Ln\left[\frac{4\bar{d}}{Ndf} - \frac{1}{2}\right] \times 10^{-9} \; H/cm \qquad 2.20$$

où d_f = diamètre des fils de Nb : 0,0096 cm

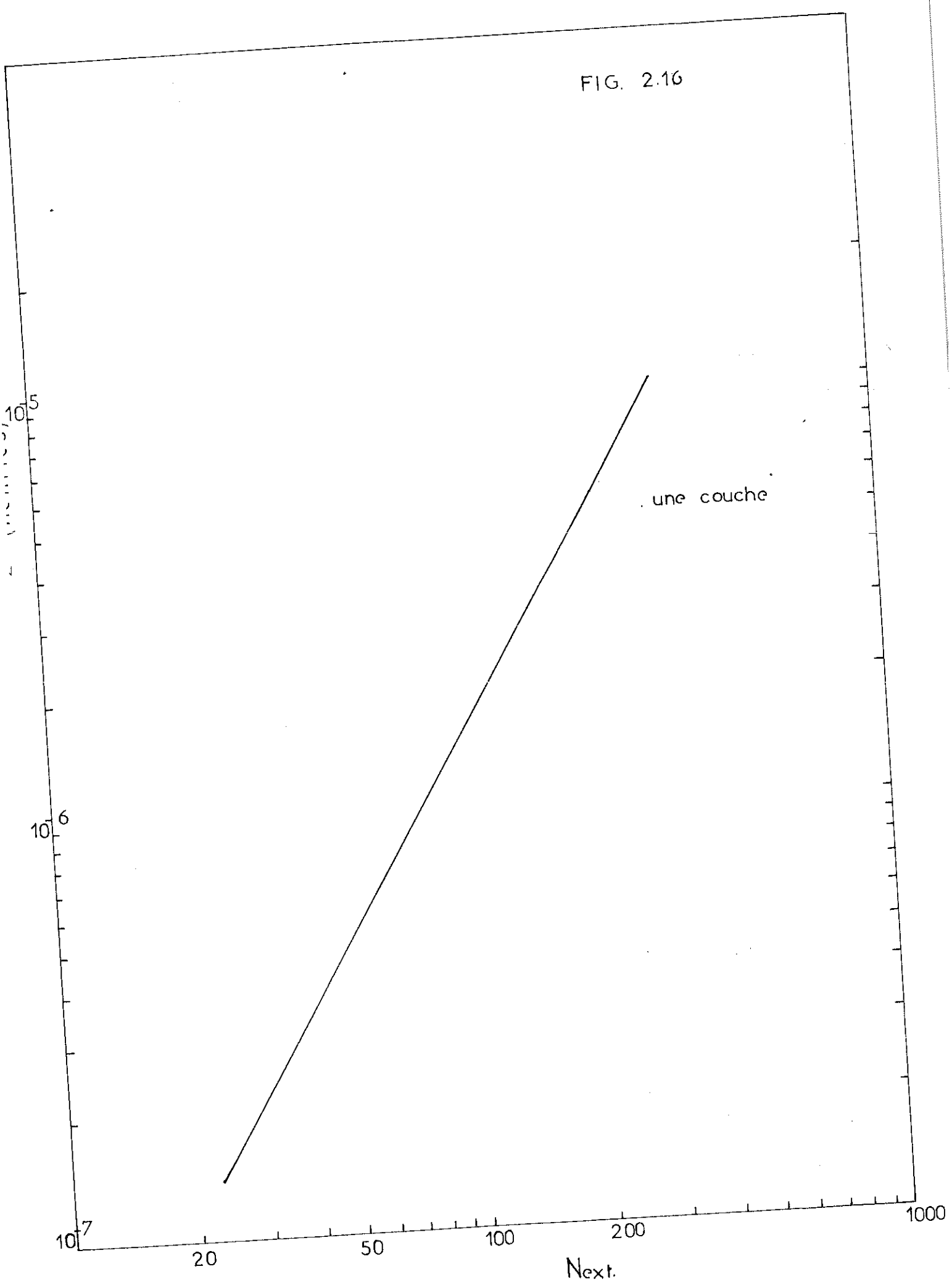
$\bar{d}$ = diamètre moyen de la bobine : 0,7696 cm.

La Fig. 2.16 montre la variation de l'auto-inductance de la bobine de détection (L_2) en fonction du nombre de tours. On peut voir de la fig.2.15 que pour notre géométrie, 86 tours en deux couches produisent une auto-inductance mutuelle $M = 1,07 \times 10^{-8}$ H et une auto-inductance (fig. 2.15)

$$L_1 = 3 \times 10^{-6} \text{ H.}$$

Si on néglige l'auto-inductance des fils, on voit (fig. 2.16) que la meilleure adaptation des auto-inductances est obtenue pou N_{ext} = 10 tours sur chaque enroulement de la bobine de mesure. On a vérifié ce résultat en mesurant directement l'auto-inductan L_2 dans le cylindre supraconducteur et on trouve $L_2 = 2,7 \times 10^{-6}$H. Ceci nous permet de supposer que nos auto-inductances sont adaptées avec une différence maximale de 10%. On peut estimer nos facteurs de réduction à 1/60 d'après les résultats précédents.

FIG. 2.16



Réponse du SQUID

La valeur de ϕ_x est difficile à calculer avec précision à cause des géométries respectives de l'échantillon et de sa bobine. Pour les géométries de la Fig. 2.17, ϕ_{ext} peut être estimé comme [27] :

$$\phi_{ext} = 4\pi\chi H_o A_{eff}$$

où $A_{eff} = \frac{V}{D}$ pour (a)

$A_{eff} = \frac{\pi d^2}{4}$ pour (b)

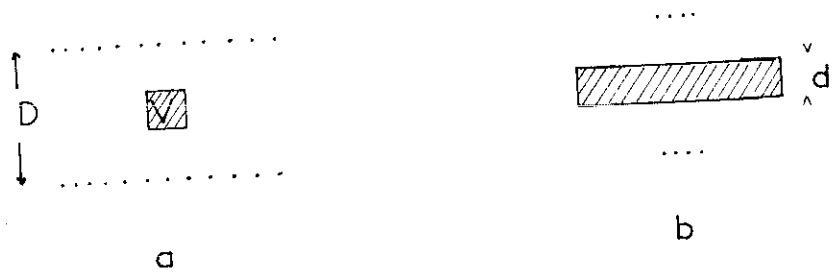


Fig. 2.17

Dans notre cas (b)

$$\frac{\phi_{Squid}}{\phi_o} = \frac{1}{60} \quad \frac{\phi_{ext}}{\phi_o}$$

pour un alliage dilué ayant une susceptibilité

$$\chi = \frac{10^{-6}}{T} \text{ uem/cm}^3 \quad \text{(correspondant à un Cu-Mn 3ppm)}$$

$$\phi_{ext} = 4\pi\chi H_o A_{eff}$$

Si d = 7mm $A_{eff} = \frac{\pi d^2}{4} = 0,4 \text{ cm}^2$

et $$\phi_{ext} = \frac{5 \times 10^{-6}}{T} H$$

$$\frac{\phi_{Squid}}{\phi_o} = \frac{1}{60} \times \frac{5 \times 10^{-6}}{T} H \times \frac{1}{\phi_o}$$

$$= \frac{0,8 \times 10^{-7}}{\phi_o} \times \frac{H}{T}$$

2.21

$$\frac{\phi_{Squid}}{\phi_o} = 0,3 \frac{H}{T}$$

Ceci est une valeur appropriée pour ce type de mesures, étant donn qu'un ensemble raisonnablement blindé est stable à $10^{-2}\phi_o$.

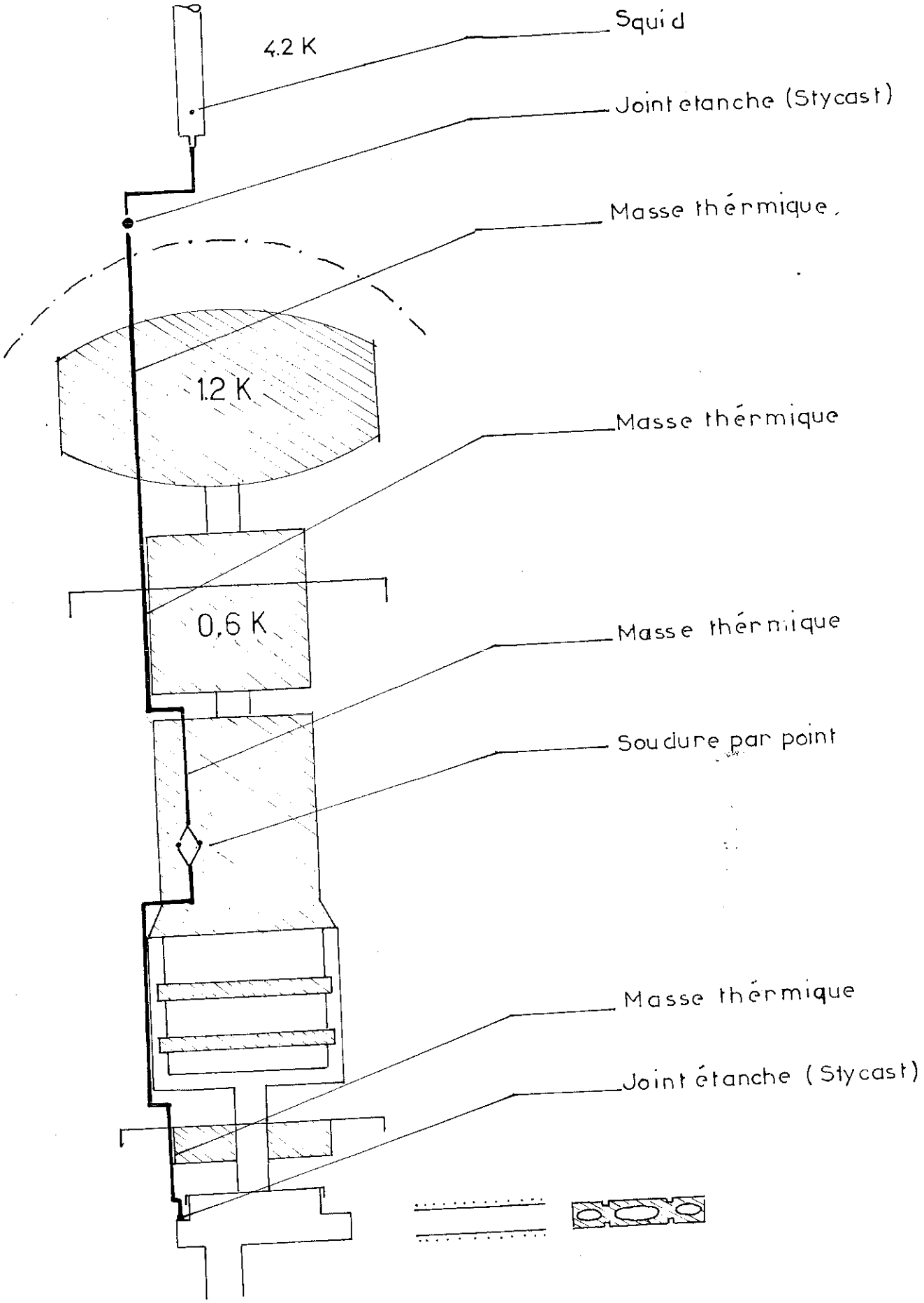
A 1°K et pour un champ de 10 Oe, ceci correspond à une sensibilité de 3%. A 10 m°K et avec le même champ, la sensibilité sera de 3×10^{-4}.

2.3.3. ENSEMBLE EXPERIMENTAL

La fig. 2.18 nous montre le dispositif utilisé pour ce genre de mesure (30).

Le"SQUID" se trouve dans un bain à 4,2°K, hors du calorimètre. Les fils de Nb qui lient les deux parties du transformateur du flux sont introduits dès la sortie du Squid dans un capillaire Cu-Ni (0,6 - 0,8mm) sur lequel est déposée une mince couche de Pb comme blindage supraconducteur.
Après, les fils entrent dans le calorimètre à travers un autre capillaire Cu-Ni plombé.
L'étanchéité entre le bain à 4°K et l'intérieur du calorimètre se fait à l'aide d'un joint hermétique en stycast.
Le capillaire est mis à la masse thérmique dans la boite à 1°K avec l'évaporateur à 0,6°K, sur l'échangeur de chaleur continu à 0,1°K, et avant d'entrer à la chambre de mélange à 20m°K.
Les fils qui proviennent de la bobine de signal et ceux de la bobine de mesure sont soudés par point au niveau de la pièce en nylon qui soutient les échangeurs de chaleur. A cet endroit, on ne peut pas torsader anti-inductivement les fils, ce

FIG. 2.18


4.2 K
Squid
Joint etanche (Stycast)
Masse thérmique
1.2 K
Masse thérmique
0,6 K
Masse thérmique
Soudure par point
Masse thérmique
Joint étanche (Stycast)

peut être une source importante de bruit. Les fils sont enveloppés dans une feuille de plomb pliée sur elle-même.
Les fils entrent dans la boite de mélange par un joint étanche en stycast avant d'aller former les deux enroulements de la bobine de mesure.

Le porte-échantillons, ainsi que la bobine de mesure, le cylindre supraconducteur et la bobine de champ, forment un ensemble compact dans la chambre de mélange qui empêche les mouvements relatifs. Par ailleurs, sa géométrie permet que la phase diluée puisse circuler librement, refroidissant l'ensemble de mesure et l'échantillon.
On peut obtenir une nette amélioration du signal si on imprègne les fils de Nb avec de la graisse apiezen N avant de les introduire dans les capillaires, ce qui améliore le contact thérmique et empêche le mouvement des fils dans les capillaires.

Le champ magnétique est produit par une bobine de Nb-Ti ($\emptyset$ = 0,08mm) de 2050 tours distribués uniformément en 4 couches sur le cylindre en Nb en une longueur de 43 mm (477 tours/cm).

Le champ produit par cette bobine est d'approximativement 0,520 Oe/mA (fig. 2.19).

2.3.4. LIMITATIONS

Puisque la tension de sortie du magnétomètre est une fonction périodique du flux à travers le Squid, le système peut se bloquer en n'importe quel minimum particulier du signal de sortie. Cependant un changement de tension de contre-réaction qui correspond à un ou plusieurs quanta de flux (multiple de 12mV peut résulter en une variation des conditions d'opération, c'est-dire un changement vers un autre minimum stable adjacent. Ce fait rend impossible la détermination d'un zéro absolu et on ne peut mesurer que des différences d'aimantation.

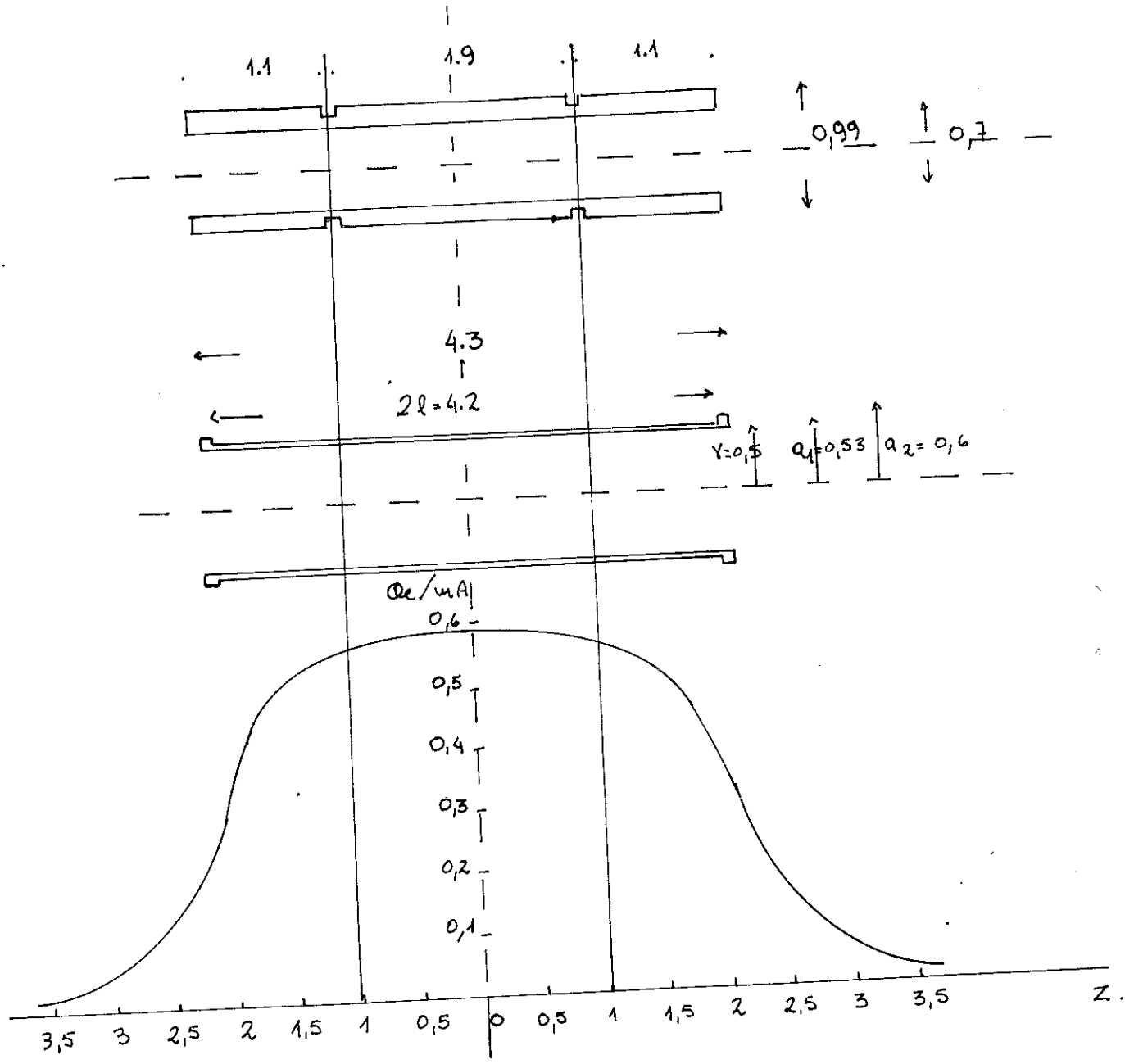

1.1
1.9
1.1
0,99
0,7
4.3
2l=4.2
Y=0,5
a1=0,53
a2=0,6
Qe/mA
0,6
0,5
0,4
0,3
0,2
0,1
3,5
3
2,5
2
1,5
1
0,5
0
0,5
1
1,5
2
2,5
3
3,5
Z.

FIG. 2.19

-- Autres limitations

Stabilité :

Par suite de la grande sensibilité du Squid, même avec un blindage soigné des perturbations se produisent et alors le signal du Squid "décroche". Le transfert de ^{4}He liquide ou n'importe quel autre processus d'entretien pendant la manipulation (3 ou 4 jours) tend à perturber le magnétomètre et quelques quanta de flux (ou fraction selon la grandeur de la perturbation) s'intègrent instantanément. On doit donc procéder à tous les transferts de fluides quand l'ensemble est en équilibre thermique. Ainsi tout changement peut être détecté et compensé de façon appropriée. Dans le cas de perturbations aléatoires on peut faire des compensations, mais elles sont toujours moins précises car en général on ne se trouve pas en équilibre thermique et l'on manque de point de référence. Sur notre montage, en plus des précautions déjà expliquées, on a plombé le calorimètre de cuivre et les écrans, réussissant à obtenir un blindage supraconducteur assez effectif ; notre "Squid" est stable à 10^{-2} ϕ_o pendant plusieurs heures.

Champ Magnétique Piégé

Puisqu'il est impossible d'avoir un contrôle précis sur la façon dont le cylindre devient supraconducteur, la valeur du champne sera connue qu'à 10 ou 20% [29] près.

Pour avoir un meilleur controle du champ magnétique appliqué, on a orienté le porte-échantillons pour minimiser le champ magnétique terrestre (0,040 Oe).

Nos résultats nous permettent de supposer qu'on peut piéger le même champ en suivant le même processus d'application du champ et de refroidissement de l'ensemble.

Linéarité

L'influence de l'échantillon sur le champ magnétique piégé peut être une source de non linéarité. Le cylindre et le transformateur piègent un flux constant, donc l'aimantation de l'échantillon va changer le flux incident.

Cependant si la section transversale de la bobine de détection est inférieure ou égale à la moitié de la section transversale du cylindre de Nb cette influence peut être négligée.

II.4. UNE METHODE POSSIBLE DE DETERMINATION DU ZERO

Nous avons vu dans les pages précedentes que le SQUID ne pouvait facilement mésurer que des variations de flux et par la suite les résultats étaient obtenus à une constante additive V_o près. Dans notre cas, c'est la variation thermique de l'aimantation à champ magnétique constant que nous mesurons aussi, de la façon la plus simple,

$$\Delta M = M - M_o$$

Très souvent cependant, il est ennuyeuex de ne pas connaître cette constante additive. Ainsi, il est impossible sans hypothèse supplémentaire de prendre des inverses des aimantations mesurées pour déduire la température de Weiss éventuelle de l'échantillon mesuré, dans un diagramme $\frac{1}{\chi}(T)$. Nous avons donc essayé de mettre au point une méthode qui rende possible la détermination de cette constante. On obtiendra ainsi une mésure relative de l'aimantation, et un étalonnage préalable suffira à en fournir la valeur absolue.

Nous allons considérer que l'aimantation peut s'écrire

$$M = M_o + \frac{CH}{T + \theta}$$

c'est à dire qu'elle est proportionelle au champ appliqué, ce qui doit être le plus souvent vrai puisque nous travaillons dans des champs très faibles. Il suffirait alors de varier le champ magnétique et d'effectuer la mesure pour divers champs, à température donnée. La valeur, mesurée ou extrapolée, en champ nul, sera la constante M_o.

Expérimentalement, pour avoir un champ variable, il faut supprimer le cylindre supraconducteur, mais cela risque d'augmenter considérablement le bruit de fond, car en même temps qu'il sert à piéger un champ donné, ce cylindre fait

écran aux perturbations extérieures, sources de bruit. Nous avons commencé par utiliser un mandrin de cuivre recouvert d'une mince couche de plomb fendue selon une génératrice du cylindre afin de laisser pénétrer le champ tout en écrantant les parasites. Cependant nous nous sommes aperçus que si le circuit est soigneusement protégé, un écran de cuivre est suffisant pour protéger la bobine de mesure contre les parasites de haute fréquence.

Toutes ces expériences ont été faites à 4,2 K, en champ variable de 0 à 50 oe.

La bobine au début en Nb a été changée par une bobine en cuivre (ϕ = 0,07 mm) pour éviter des phénomènes d'hysteresis dûs au champ magnétique rémanent.

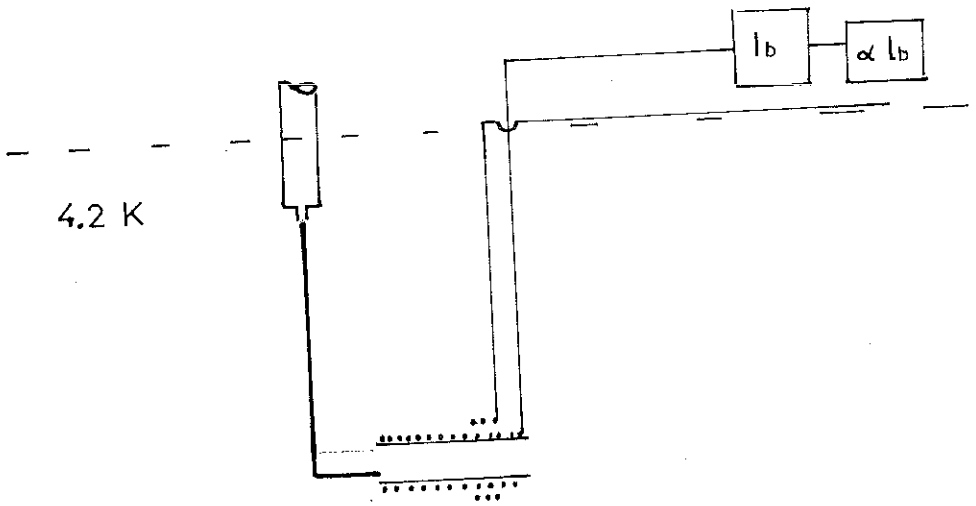
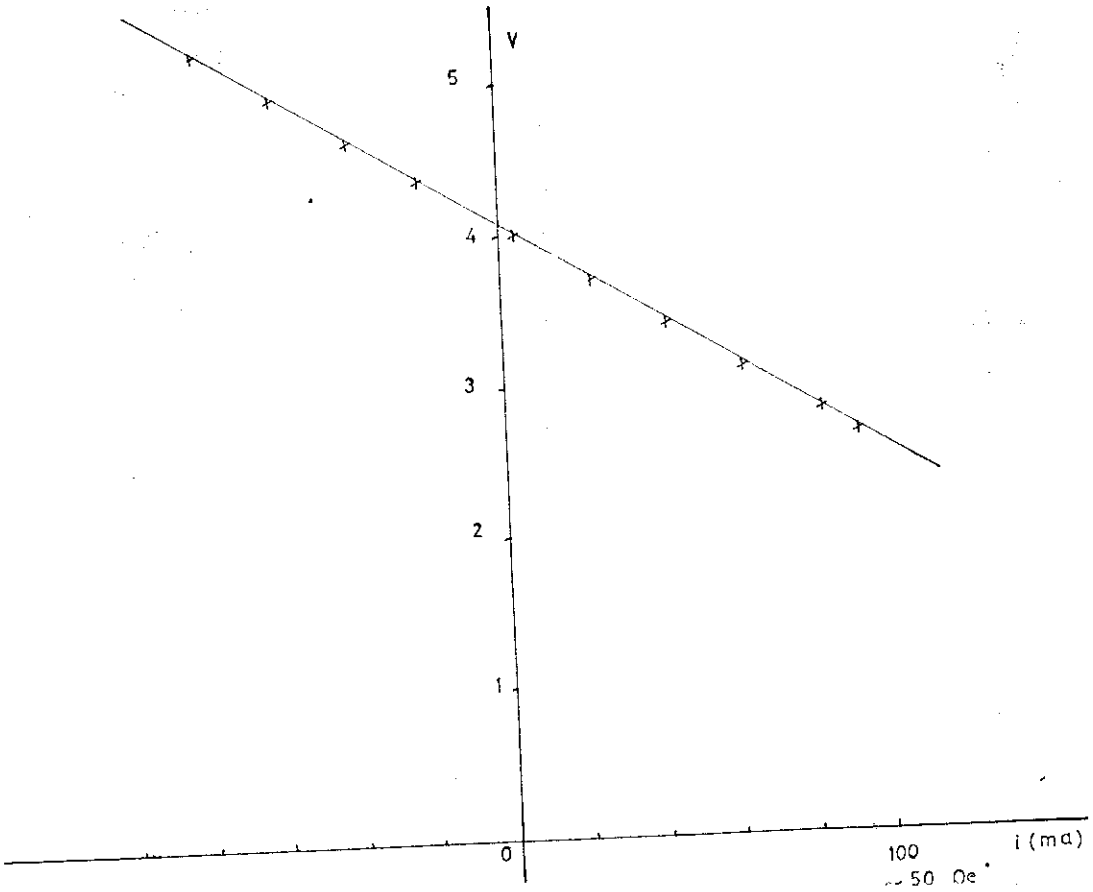


FIG. 2.20

Le problème qui se présente alors est de compenser les deux enroulements qui forment la bobine de détection. Dans le cas où l'on travaille à champ magnétique constant ce réglage n'est pas critique (10%), mais dans le cas où l'on veut varier le champ, il est très important, et peut donner

lieu à un signal de fond plusieurs centaines de fois supérieur au signal donné par l'échantillon. Le réglage fait à l'aide d'un pont d'inductance mutuelle ayant une sensibilité de $\Delta M = 2,5 \times 10^{-2}$ µH n'a pas été suffisant pour compenser ces bobines



Variation du SQUID en mV en fonction du courant dans la bobine de champ -

FIG 2.21

La solution finalement adoptée a été de déformer localement le champ magnétique au moyen d'une petite bobine de compensation mise sur la bobine principale et juste au dessus d'un des enroulements. Cette bobine avait 40 tours en 4 couches. Pour déterminer le courant de compensation, on a introduit un courant dans la bobine principale (I_b), on lisait la déviation en mV sur le SQUID et on compensait ce déplacement avec un courant dans la bobine de compensation (I_c Cette méthode permet d'eliminer pratiquement le signal

donné par le porte-échantillons.

Il faut signaler que le temps de montée du champ doit être inférieur ou égal au temps d'intégration de l'électronique du SQUID (250 Φ_0/sec $\sim 5 \times 10^{-5}$ G cm^2/sec). Pour notre cas, puisque $S_T \sim 1$ cm^2 et puisque la bobine fait approximativement 0,3 oe/sec correspondent à 1 mA/sec alors pour $\frac{dI_b}{dt} = 0{,}1\ \mu$A/sec le signal sera intégré complètement. Ce réglage peut être fait avec deux sources de courant couplées, l'une qui alimente la bobine principale (I_b) et la seconde qui alimente la bobine de compensation ($I_c = \alpha I_b$).

Pour faire l'experience, il faut compenser les bobines sans échantillon en obtenant une sortie de tension de SQUID minimale dans toute la gamme de températures nécessaire. De cette façon on détermine le coefficient de proportionalité α de la source. Après, il faut introduire l'échantillon et faire la mesure pour differents champs et pour chaque valeur de température, en déduisant la valeur avec le porte-échantillons vide.

REPRODUCTIBILITE

Il a fallu plusieurs expériences pour déterminer la fraction de courant à envoyer à la bobine de compensation ($I_c = \alpha I_b$). Ce courant n'était pas reproductible quand tout l'ensemble avait été réchauffé jusqu'à température ambiante, ce qui était probablement dû au déplacement relatif entre les spires. Afin d'eliminer ce phenomène, on a fait un ensemble rigide comme montré dans la Fig. 2.22. Le bloc unique semble avoir les caractéristiques nécessaires de reproductibilité. Cependant, nous n'avons pas eu assez de résultats pour conclure sur l'efficience de la méthode.

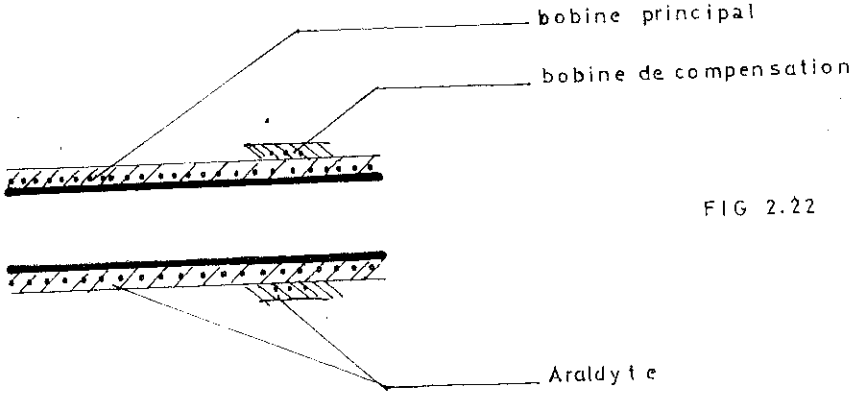


FIG 2.22

III - R E S U L T A T S

III.I. REALISATION D'UNE EXPERIENCE

Une fois le champ piégé dans le cylindre de Nb, on enlève le champ externe et on commence à abaisser la température. Lorsqu'elle atteint 1,2K, on injecte le mélange ^3He-^4He et on commence le processus de dilution. Ce processus est continué jusqu'à la limite du réfrigérateur (12mK à 20 μ mol/sec). En ce point on ajuste le niveau de r.f. et l'amplitude d'audio fréquence de façon à obtenir la sensibilité maximale du magnétomètre.

La température de la chambre de mélange est indiquée par le thermomètre magnétique et la valeur de la tension de contre-réaction du magnétomètre enregistrée.

On modifie la température de l'échantillon au moyen d'une résistance de chauffage mise à l'entrée de la chambre de mélange. On obtient ainsi des températures beaucoup plus stables qu'en chauffant directement la boite à mélange. Cela permet aussi d'éviter toute interférence avec le magnétomètre[29].

Le temps nécessaire pour que le système soit en équilibre après chaque changement est de deux à trois heures à la plus basse température. Une fois les mesures finies pour une valeur particulière du champ magnétique, la chambre de mélange est chauffée jusqu'à ce que le cylindre de Nb soit normal. On piège un autre champ magnétique dans le cylindre, et le processus de mesure est recommencé.

III.2. SYSTEME DILUE Cu-Mn

Ce premier échantillon étudié a été un de cuivre avec 25ppm de Mn et il a été mesuré dans un champ nominal de 5 Oe.

En effet, l'alliage Cu-Mn est connu pour se comporter jusqu'aux très basses concentrations comme un verre de spin. Ses propriétés ont été bien étudiées et il est donc tout indiqué pour vérifier l'exactitude des mesures de notre magnétomètre.

L'échantillon a été coupé en forme de cylindre $\emptyset$ = 7mm, l = 20mm. Avant de l'introduire dans le porte-échantillons, il a été nettoyé avec une solution 50-50 d'eau distillée et d'acide nitrique concentré. Pour cette première expérience, le magnétomètre se trouvait hors de la chambre de mélange, dans le vide. C'est pourquoi la température minimale est limitée à 25mK.

Dans la région des hautes températures, ici pour $T > 0{,}25$ K (fig. 3.1), les résultats semblent indiquer qu'on suit de très près une loi de Curie en 1/T. Pour déterminer une valeur zéro pour chaque expérience de façon systématique, on a supposé que cette dépendence (1/T) est maintenue jusqu'à une température infinie, c'est-à-dire 1/T=0. L'extrapolation à 1/T=0 a été prise comme valeur zéro de l'aimantation et à partir de cette valeur, on a pris les différences.

C'est l'inverse de cette quantité qui est reporté sur la fig. 3.1, en fonction de la température.

Vers les hautes températures, la susceptibilité suit bien une loi de Curie-Weiss $\chi = \frac{C}{T+\Theta}$, avec Θ=-6mK relativement inférieure donc à la valeur de - 9,5mK mesurée par ailleurs[30, 31]. Aux alentours de la température 50mK, l'ordre apparaît ; les moments se gèlent peu à peu dans un ordre en moyenne antiferromagnétique, dû aux interactions RKKY. La susceptibilité devient alors indépendante de la température. La température d'ordre T_o = 50mK est bien comparable avec celle trouvée par d'autres auteurs[32]

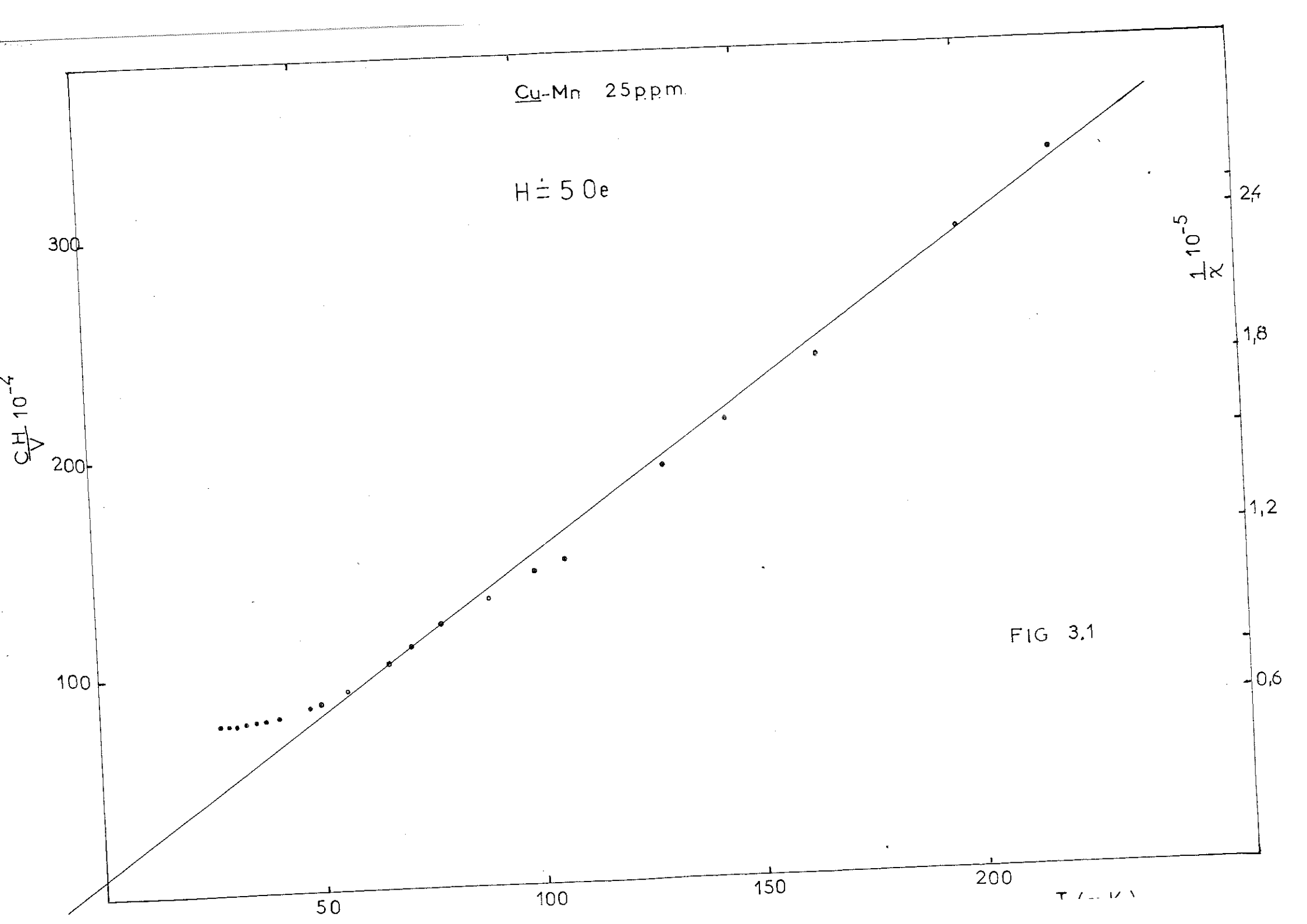

Cu-Mn 25p.p.m.
H ≐ 5 Oe
$\frac{CH}{V}\,10^{-4}$
$\frac{1}{\chi}\,10^{-5}$
300
200
100
2,4
1,8
1,2
0,6
50
100
150
200

FIG 3.1

$$T_o \simeq 1,87\ C/ppm + 6,6\ mK$$

soit ici $T_o \simeq 53mK$.

Pour se fixer une échelle absolue, on peut partir de la valeur de la susceptibilité à l'état d'ordre, indépendante de la concentration que l'on sait égale à environ $1,6 10^{-5}$ uem/g [33]. On peut en déduire alors la constante de Curie de l'alliage,

$$C = 0,95.10^{-6}\ K.uem/g$$

correspondant à un moment effectif de $4,6 \mu_B$ pour le manganèse, en bon accord avec les valeurs de 4.4. ou $4.7 \mu_B$ trouvées dans la littérature [30][33].

III.3- APPLICATION A L'ETUDE DU SYSTEME DILUE Pd-Fe

Il est maintenant bien connu qu'une très faible proportion de fer dans le Palladium établit un ordre ferromagnétique et des moments géants [34]. Des expériences de diffraction neutronique [35] montrent que la polarisation ferromagnétique créée par ces atomes de fer s'étend au-moins jusqu'à 10Å. La température de Curie T_c varie linéairement avec la concentration c de fer jusqu'à c_o = 0,1 at%, valeur au-dessous de laquelle elle varie comme c^2 [36]. L'état ferromagnétique disparaît alors rapidement. Pour ces faibles concentrations, l'aimantation à saturation, proportionnelle à c conduit à un moment moyen de $10\mu_B$ par atome de fer, tandis que la constante de Curie, également proportionnelle a c, donne un moment effectif de $13\mu_B$ par atome de fer. La température de Curie paramagnétique Θ varie presque proportionnellement à c, pour c < 0,03 at% [37].

avec Θ_o = 550K et $\Theta_1 = 1{,}8.10^6$ K

Pour ces faibles concentrations, les propriétés de ces alliages sont semblables à celles des verres magnétiques. En effet, pour c < 0,1 at %, correspondant à une distance entre atomes de fer de 15 à 20 Å, deux impuretés ne sont plus nécessairement couplées ferromagnétiquement. La polarisation redevient oscillante et l'on doit retrouver le comportement de verre de spin des alliages dilués. Ce comportement est clairement observé dans les chaleurs spécifiques [38] qui sont presqu'indépendantes de la concentration et linéaires en T au-dessous de la température d'ordre. Au-dessus de cette température, le supplément de chaleur spécifique $\Delta C = C_{alliage} - C_{Pd}$ suit une loi :

$$\Delta C = \frac{A}{T} - \frac{B}{T^2}$$

où A varie comme c^2 et B comme c^3. Tous ces résultats peuvent être interprétés en considérant une interaction ferromagnétique entre deux impuretés à l'intérieur d'une

distance critique $r_c \simeq 15$ Å, et une interaction RKKY à l'extérieur. Par contre, ce comportement est plus difficile à observer dans la susceptibilité par suite de l'existence de petites régions ferromagnétiques dues aux fluctuations statistiques de concentration. Cependant la température T_o à laquelle les courbes $\frac{1}{\Delta\chi}(T)$ (où $\Delta\chi = \chi_{alliage} - \chi_{Pd}$) dévient d'une loi de Curie-Weiss est proportionnelle à la concentration,[36] ce qui est comparable à ce qui se passe dans les verres magnétiques. De même aussi, la courbe d'aimantation à 50mK d'un alliage contenant 69ppm de fer varie moins vite que la fonction de Brillouin pour $J = 5$, ce qui indiquerait aussi une tendance antiferromagnétique.

C'est pour vérifier si ce comportement de verre de spin devient prépondérant aux très basses concentrations, pouvant peut être aller jusqu'à donner une température de Curie paramagnétique négative que nous avons mesuré l'aimantation de deux échantillons très dilués de Pd-Fe, contenant environ 40ppm et 8ppm de fer.

Ces échantillons ont été fabriqués au four à induction par une technique de semi-lévitation sur sole refroidie qui permet d'éviter l'introduction d'impuretés.

L'aimantation de l'échantillon le plus concentré a été mesurée dans un champ de 7,9 Oe ; le moins concentré l'a été accidentellement dans un champ bien inférieur, de l'ordre de 0,045 Oe, le tout entre 1K et 13mK.

La variation de tension de contre-réaction V du SQUID a été reportée en fonction de l'inverse de la température sur la fig. 3.2 Cette tension est proportionnelle à la variation thermique de l'aimantation et par suite, comme le champ de mesure est très faible, à la variation de la susceptibilité initiale.

Il est difficile dans ce type de diagramme de discerner une loi de Curie-Weiss et plus encore des déviations à la loi de Curie-Weiss qui se traduisent par des courbures différentes. Un diagramme $\frac{1}{\chi}(T)$ est d'un emploi beaucoup plus commode, mais le passage de l'un à l'autre est ici difficile car les valeurs ne sont connues qu'à une constante près et on ne peut donc pas prendre l'inverse. On peut tout de même séparer les différents termes en comparant les valeurs obtenues à une loi de Curie-Weiss $\chi = \frac{C}{T-\Theta}$

qui peut elle-même être assimilée à une loi de Curie pour $T \gg \Theta$, puisqu'on peut l'écrire :

$$\chi = \frac{C}{T}\left(1 + \frac{\Theta}{T} + \cdots\right)$$

Cette loi de Curie "haute température" sera, elle, représentée par une droite dans le diagramme $\chi\left(\frac{1}{T}\right)$. Il suffira de mesurer les déviations à cette droite pour obtenir Θ en fonction de la température. Une loi de Curie-Weiss correspondra à une valeur de Θ constante. Les déviations à cette loi de Curie-Weiss se traduiront par une variation du Θ "effectif" en fonction de la température.

Pour l'alliage le plus concentré ($c \simeq 40$ppm), les valeurs de Θ ainsi obtenues sont portées dans le tableau suivant :

mK^{-1} $\frac{1}{T}$	5	6	7	8	9	10	20	30	40	50	60	70
mK Θ	10,0	9,7	9,6	9,8	8,8	8,4	7,3	5,4	4,6	3,7	3,4	3,1

Il semble donc, d'après ce tableau, qu'une loi de Curie-Weiss avec $\Theta \simeq 9{,}8$mK soit suivi du côté "haute" température. La température de Curie observée a une valeur légèrement plus faible que celle que l'on pourrait obtenir à partir de la loi de variation observée par Chouteau pour les plus fortes concentrations.

$$\Theta = 550\,c + 2.10^{8}\,c^{2}$$

et qui donnerait ici environ 25mK.

Les déviations à cette loi de Curie Weiss apparaissent à partir de $\frac{1}{T_o} = 8$, c'est-à-dire $T_o = 125$mK, ce qui correspond bien à la loi $T_o = 2600\,c$

qui donne $T_o = 104$ mK dans notre cas.

Pour l'échantillon le moins concentré, l'analyse est beaucoup plus délicate, car la loi de Curie "haute température" est beaucoup plus difficile à déterminer. Celle indiquée sur la figure 3.2. semble être la détermination la plus "objective". Elle conduit aux valeurs suivantes de Θ.

mK^{-1} $\frac{1}{T}$	26	30	36	48	75
mK Θ	0,66	0,84	0,4	0	-0,4

On peut donc considérer qu'une température de Curie Weiss de l'ordre de 1mK existe, à comparer à la valeur de 4 mK extrapolée de la loi aux fortes concentrations. Dès la température $T_o \simeq$ 30mK, des déviations apparaissent et mènent à des valeurs négatives du Θ "effectif". Cependant on peut voir sur la fig. 3.2 que cette détermination d'une température de Curie-Weiss d'un mK ne dépend que de trois points de mesure très peu écartés de la droite figurant la loi de Curie "haute température". Dans le cas où l'on augmenterait très peu la pente de cette droite en tenant compte de ces trois points comme faisant partie de cette loi de Curie, on obtient directement une valeur unique négative, pour la température de Curie.

$$\Theta \simeq -0.50\text{mK}$$

Ceci signifierait la disparition des interactions ferromagnétiques et l'existence unique d'un ordre en moyenne "antiferromagnétique", caractéristique des interactions R.K.K.Y. des verres de spin.

Il semble donc difficile pour l'instant d'apporter une conclusion définitive sur le comportement des alliages très dilués de Pd-Fe . On peut cependant affirmer que le comportement ferromagnétique tend à disparaitre plus vite que la concentration - peut être même a t-il complètement disparu pour une concentration de 8ppm. Les déviations de plus en plus importantes apparaissant à besse température traduisent la prépondérance de plus en plus nette, sinon totale, des interactions R.K.K.Y entre les impuretés de fer. Il faudrait donc poursuivre ces expériences avec des échantillons encore plus dilués pour

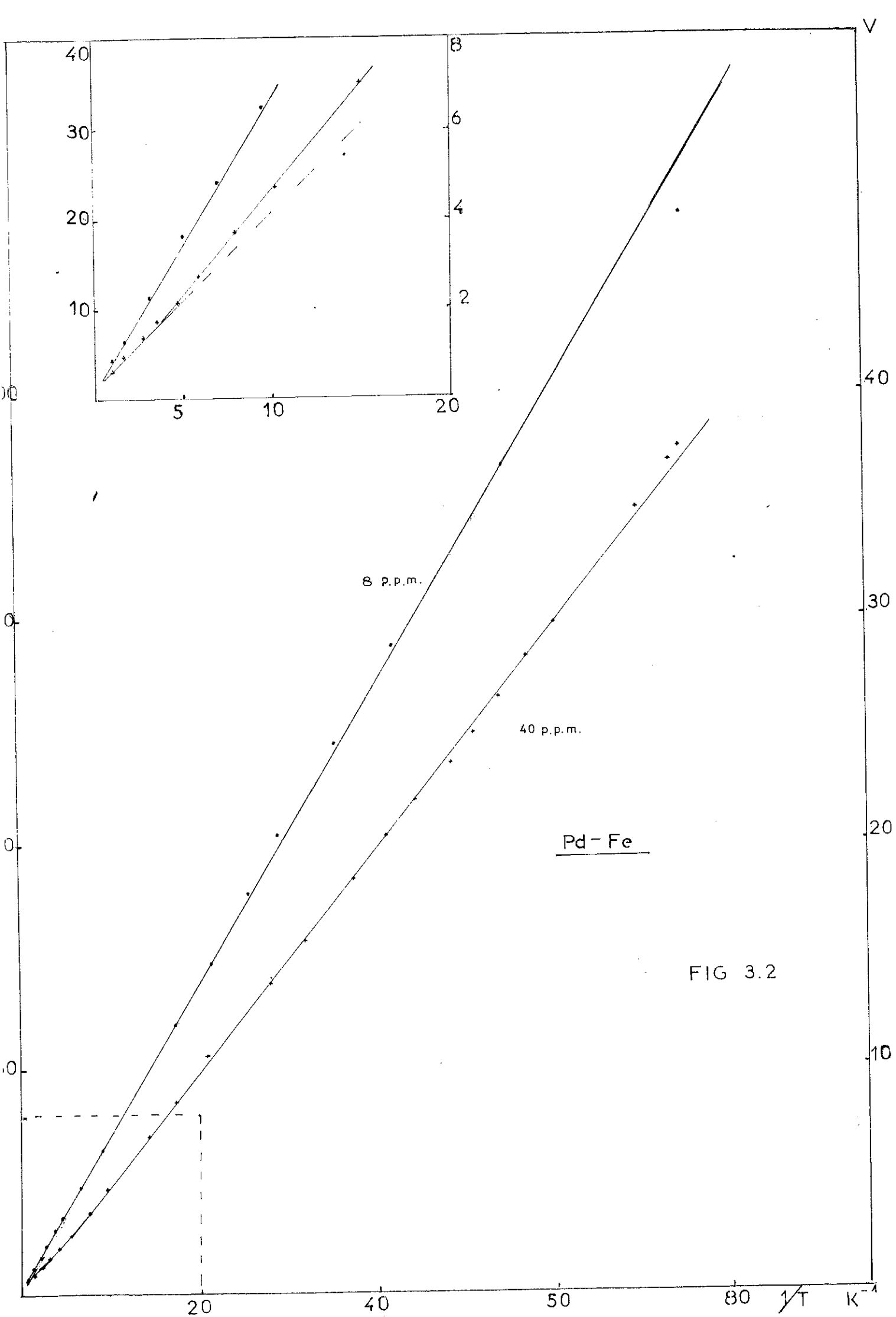

V
40
30
20
10
8
6
4
2
5
10
20
40
30
20
10
8 p.p.m.
40 p.p.m.
Pd - Fe
20
40
50
80
1/T
K⁻¹

FIG 3.2

obtenir le comportement du verre de spin. On peut même penser qu'aux concentrations évanescentes, il pourrait y avoir disparition du magnétisme à une température de l'ordre du millikelvin qui apparaitrait alors comme une température de Curie paramagnétique négative, indépendante de la concentration.

--- C O N C L U S I O N ---

Dans ce mémoire, nous avons fait une étude assez systématique des échanges de chaleur dans les réfrigérateurs à dilution. Il semble maintenant possible d'utiliser des matières plastiques pour la construction d'échangeurs dont les performances sont de beaucoup supérieures à celles des échangeurs jusqu'à maintenant utilisés.

Nous avons étudié le fonctionnement d'un magnétomètre supraconducteur commercial et l'avons monté dans notre réfrigérateur à dilution. Cela nous permet de mesurer de faibles aimantations de 13mK à 1K dans des champs de 10^{-2} Oe à 50 Oe, avec une sensibilité de 10^{-8} uem. Nous proposons aussi une méthode pour fixer le zéro de la mesure d'après les résultats obtenus hors de l'appareil à dilution. Toutefois, il faudrait continuer les expériences dans cette direction pour faire un ensemble reproductible.

Les résultats sur un échantillon de Cu-Mn 25ppm nous ont permis de vérifier le bon fonctionnement de notre appareil.

Finalement nous avons commencé à étudier le système Pd-Fe (40 et 8ppm), mais les résultats obtenus ne nous ont pas permis d'observer avec certitude la disparition de l'état ferromagnétique et le comportement de verre magnétique. Il est donc souhaitable de poursuivre l'étude de ce système pour des concentrations encore plus faibles.

REFERENCES

I - E.M. IFFT, D.O. EDWARDS, R.E. SARWINSKI, M.M. SKERLIK
Phys. Rev. Lett. 19, 831 (1967)

2 - H.E. HALL, P.J. FORD and K. THOMPSON
Cryogenics 80 (1966)

3 - R. RADEBAUGH - N.B.S. Technical Note 36, 2 (1967)

4 - J.C. WHEATLEY, O.E. VILEHES, W.R. AKEL,
Physics 4, I (1962)

5 - D.S. BETTS, Contemp. Phys. 9, 2 (1968)

6 - W.C. BLACK, E.C. HIRCHKOFF, A.C. MOTA, J.C. WHEATLEY
Rev. Sci. Instr. 40, 6 (Juin 1969)

7 - Y. LAUMOND - Thèse Docteur-Ingénieur - Université Scientifique et Médicale de Grenoble (1972)

8 - J.D. SIEGWARTH and R. RADEBAUGH
Rev. Sci. Instr. 42, IIII (1971)

9 - R. RADEBAUGH, J.D. SIEGWARTH, Cryogenics (Oct. I971)

IO - E.C.HIRCHKOFF, O.G. SYMKO, L.L. WANT HULL, J.C. WHEATLEY
Journ. Low Temp. Phys. 2, 5I6 (1970)

II - D.S. BETTS and R. MARSHALL - Cryogenics - 460 (1969)

I2 - R. RADEBAUGH, J.D. SIEGWARTH - Phys. Rev. Lett. 27, 12 (1971)

I3 - A.C. ANDERSON and W.L. JOHSON
J. Low Temp. Phys. 7 (1972)

I4 - P. ROUBEAU, D. LEFUR, E. VAROQUAUX, Proc. I.C.E.C. III
Berlin (1970)

I5 - J. AVENEL - Thèse (Université de Paris-Sud - Centre d'Orsay) (1973)

I6 - J.L. LEVINE
Rev. Sci. Inst. 43, 274 (1972)

I7 - N.J. HUISKAMP ; 11th Conf. on Low Temp. Phys. Scotland (1968)

I8 - J. BARDEEN, L.N. COOPER, J. SCRIEFFER, Phys. Rev. 108, 1175 (1957)

19 - B.S. DEAVER JR., W.M. FAIRBANK, Phys. Rev. Lett. 7 43 (1961)
R. DOLL, M. NABANER, Phys. Rev. Lett. 7 51 (1961)

20 - B.D. JOSEPHSON; Phys; Lett. 1 251 (1962)

21 - J.E. ZIMMERMAN, A.H. SILVER, Phys. Lett. 10 47 (1964)

22 - J.E. ZIMMERMAN, A.H. SILVER, Phys. Rev. 141 367 (1966)

23 - J.E. ZIMMERMAN, A.H. SILVER, Phys. Rev. 157 319 (1967)

24 - B.D. JOSEPHSON; Adv. Phys. 14 419 (1965)

25 - A.M. GOLDMAN, P.J. KREIMAN, D.J. SCALPINO, Phys. Rev. Lett. 15 495 (1965)

26 - J.E. ZIMMERMAN; P. THIEVE; J.T. HARDING, Journ. Appl. Phys; 41 1574 (1970)

27 - R.P. GIFFARD, R.A. WEBB, J.C. WHEATLEY, Journ. Low Temp. Phys. 6 533 (1972)

28 - Superconductor Quantum Interferometer Device; Notice S.H.E.

29 - E.C. HIRCHKOFF, O.G. SYMKO, L.L. VANT HULL, J.C. WHEATLEY, Journ. Low. Temp. Phys. 2 653 (1970)

30 - E.C. HIRCHKOFF, O.G. SYMKO, J.C. WHEATLEY, Journ. Low Temp. Phys. 5 155 (1971)

31 - E.C. HIRSCHKOFF, O.G. SYMKO, J.C. WHEATLEY, Phys. Lett. 33i 19 (1970)

32 - J.A. CAREAGA, B. DREYFUS, R. TOURNIER, L. WEIL, Low Temp. Phys. (Proceedings Moscou 1966) 10

33 - J.A. CARZAGA; Thèse, Université de Grenoble (1967)

34 - J. CRANGLE, W.R. SCOTT J; of Appl. Phys. 3 36 (1965)

35 - G.G. LOW, J.M. HOLDEN Proc. Phys. Soc. 89 119 (1966)

36 - G. CHOUTEAU, R. TOURNIER J. de Phys. Colloque C_1 supplément au No. 2,3 (1971)

37 - G. CHOUTEAU; Thèse Université de Grenoble (à apparaître)

38 - G. CHOUTEAU, R. FOURNEAUX, R. TOURNIER
XIIth International Conference on LOw Temperature Physics
(1970)