

THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES
DE L'UNIVERSITÉ DE GRENOBLE

POUR OBTENIR

LE GRADE DE DOCTEUR-INGÉNIEUR

PAR

Bernard BONNIN

PREMIÈRE THÈSE

Étude des supraconducteurs du système Aluminium-Magnésium

DEUXIÈME THÈSE

Propositions données par la Faculté

Soutenues le 17 mai 1965 devant la Commission d'examen

MM. L. WEIL

Président

R. PAUTHENET

B. B. GOODMAN

A. LACAZE

} Examineurs

FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE GRENOBLE

Doyens honoraires

M. FORTRAT P., M. MORET L.

Doyen

M. WEIL L.

Professeurs titulaires

MM. NEEL	Magnétisme et physique du solide	MM. BLAMBERT	Mathématiques
HELLMANN R.	Chimie organique	BOUCHEZ	Physique nucléaire
KRAVCHENKO	Mécanique rationnelle	LLIBOUTRY	Géophysique
CHABAUTY	Calcul différentiel et intégral	MICHEL	Géologie et minéralogie
PARDE	Potamologie	BONNIER	Electrochimie
BENOIT	Radioélectricité	DESSAUX	Physiologie animale
CHENE	Chimie papetière	PILLET	Electrotechnique
BESSON	Electrochimie	DEBELMAS	Géologie
WEIL	Thermodynamique	GERBER	Mathématiques
FELICI	Electrostatique	PAUTHENET	Electrotechnique
KUNTZMANN	Mathématiques appliquées	VAUQUOIS	Mathématiques appliquées
BARBIER R.	Géologie appliquées	BUYLE-BODIN	Electronique
SANTON	Mécanique des fluides	KOSZUL	Mathématiques
OZENDA	Botanique	SILBER	Mécanique des fluides
FALLOT	Physique industrielle	DREYFUS	Thermodynamique
GALVANI	Mathématiques	VAILLANT	Zoologie
MOUSSA	Chimie nucléaire	MOUSSIEGT	Electronique
TRAYNARD	Chimie	BARBIER J. C.	Physique
SOUTIF	Physique	KLEIN	Mathématiques
CRAYA	Hydrodynamique	ARNAUD	Chimie
REULOS	Théorie des champs	SENGEL	Zoologie
AYANT	Physique approfondie	BARJON	Physique nucléaire
GALLISSOT	Mathématiques appliquées	BARNOUD	Bio-synthèse de la cellulose
Mlle LUTZ	Mathématiques		

Professeurs sans chaire

Mme KOFLER	Botanique	MM. GLENAT	Chimie
MM. GIRAUD	Géologie	DUCROS	Minéralogie et cristallographie
GIDON	Géologie et minéralogie	ANGLES D'AURIAC	Mécanique des fluides
PERRET	Servomécanismes	DEGRANGE	Zoologie
Mme BARBIER	Electrochimie	BARRA	Mathématiques appliquées
Mme SOUTIF	Physique	COUMES	Electronique
MM. COHEN	Electrotechnique	GAGNAIRE	Chimie papetière
BRISSONNEAU	Physique	PERRIAUX	Géologie
DEPASSEL	Mécanique	RASSAT	Chimie systématique
CASTINEL	Mathématiques appliquées	ROBERT	Chimie papetière
LACAZE	Thermodynamique	PEBAY-PEROULA	Physique

Professeurs associés

M. WAGNER	Botanique	M. NAPP-ZINN	Botanique
-----------	-----------	--------------	-----------

Maîtres de conférences

MM. BIAREZ	Mécanique physique	MM. CAUQUIS	Chimie générale
DODU	Mécanique des fluides	BONNET	Physique expérimentale
HACQUES	Calcul numérique	Mme BONNIER	Chimie
LANCIA	Physique automatique	MM. KAHANE	Physique générale
Mme KAHANE	Physique	COLOBERT	Physiologie animale
MM. POLOUJADOFF	Electrotechnique	PAYAN	Mathématiques
DEPOMMIER	Physique nucléaire	BRIERE	Physique expérimentale
DEPORTES	Chimie	VALENTIN	Physique générale
Mme BOUCHE	Mathématiques	LAJZEROWICZ	Physique générale
MM. DOLIQUE	Electronique	DESRE	Métallurgie
SARROT-REYNAULD	Géologie	BONNETAIN	Chimie minérale

Maître de conférences associé

M. RADELLI	Géologie
------------	----------

à mes parents

Ce travail, présenté à la Faculté des Sciences de Grenoble, pour l'obtention du grade de Docteur Ingénieur, est une étude sur les supraconducteurs du système Al-Mg.

Il a été accompli au Centre de Recherches sur les Très Basses Températures de Grenoble, dirigé par Monsieur le Doyen Louis WEIL.

Commencé avec l'aide du Commissariat à l'Energie Atomique qui m'a accordé une bourse, ce travail a été terminé au cours de mes obligations militaires grâce à la compréhension de Monsieur le Ministre des armées, que je remercie ici en la personne du Capitaine de Corvette VILLAT, Chef de la Section Magnétisme de la D.R.M.E.

Que tous ceux, professeurs, chercheurs, techniciens, qui m'ont aidé dans ce travail trouvent ici l'expression de ma profonde gratitude.

TABLE DES MATIÈRES

	Pages
INTRODUCTION	7
CHAPITRE I - GENERALITES	8
I-1 - Etat mixte. Etat intermédiaire	8
I-2 - Paramètre d'énergie de surface	10
I-3 - Rôle des défauts étendus	11
I-4 - Influence des impuretés	11
I - PARTIE EXPERIMENTALE	13
CHAPITRE II - LE CRYOSTAT	14
II-1 - Introduction	14
II-2 - Réalisation	14
CHAPITRE III - BOBINE DE CHAMP MAGNETIQUE	16
III-1 - Introduction	16
III-2 - Réalisation	16
III-3 - Etalonnage	17
CHAPITRE IV - MESURE DE L'AIMANTATION	19
IV-1 - Principe de mesure	19
IV-2 - Réalisation	20
IV-3 - Etalonnage	20
CHAPITRE V - MESURE DE LA TEMPERATURE	21
V-1 - Principe	21
V-2 - Susceptibilité et température absolue	21
V-2.1 - Calcul de la variation de mutuelle due au sel paramagnétique	21
V-2.2 - Loi de Curie. Température absolue	22
V-2.3 - Calcul de la constante de Curie de l'alun de fer-ammonium	26
V-3 - Méthode expérimentale	28
V-3.1 - Le pont de mesure de l'inductance mutuelle	28
V-3.2 - La bobine de mutuelle	31
V-3.3 - Mesure de l'inductance mutuelle	33
V-3.4 - Mesure expérimentale du déphasage	33
V-4 - Etalonnage	35
V-4.1 - Précision de l'étalonnage	37
V-4.2 - Précision sur la mesure de la température au-dessous de 1° K	40

	Pages
CHAPITRE VI - LES ECHANTILLONS	42
VI-1 - Préparation	42
VI-1.1 - Introduction	42
VI-1.2 - Homogénéisation	42
VI-1.3 - Laminage	43
VI-2 - Forme	43
VI-3 - Pureté	43
 II - PARTIE RESULTATS	 45
CHAPITRE VII - RESISTIVITES RESIDUELLES	46
CHAPITRE VIII - MICROSCOPIE ELECTRONIQUE	50
CHAPITRE IX - COMPORTEMENT MAGNETIQUE	61
IX-1 - Température critique et chaleur spécifique électronique γ	61
IX-1.1 - Détermination de T_c et de $(dH/dT)_{T_c}$	61
IX-1.1.1 - Précision	63
IX-1.1.2 - Résultats	63
IX-1.2 - Variation de T_c avec ρ_0	69
IX-1.2.1 - Résultats	69
IX-1.2.2 - Discussion des résultats	73
IX-1.3 - Détermination de γ	73
IX-1.3.1 - Résultats	73
IX-1.3.2 - Discussion des résultats	74
IX-2 - Etude du flux gelé	75
IX-2.1 - Définition	75
IX-2.2 - Résultats	75
IX-2.2.1 - Variation de μ avec T	81
IX-2.2.2 - Variation de μ avec ρ_0	81
IX-3 - Phénomènes annexes	82
IX-3.1 - Largeur de transition	82
IX-3.2 - Supercooling dans l'aluminium de zone fondue	83
IX-3.3 - Vérification de la théorie des supraconducteurs de 2ème espèce	83
CHAPITRE X - CONCLUSION	91

INTRODUCTION

Actuellement les supraconducteurs peuvent se diviser en deux espèces différentes (supraconducteurs du type I et supraconducteurs du type II) mais à l'époque où nous avons commencé nos travaux l'existence du second type de supraconducteurs, prévue par la théorie de Ginzburg et Landau n'était pas encore unanimement admise.

Dans la mesure où cependant cette théorie était exacte on pouvait raisonnablement penser, comme nous le verrons au cours du chapitre I, que le flux gelé caractérisant l'irréversibilité d'un cycle magnétique serait beaucoup plus important pour un supraconducteur de la 2ème espèce que pour un supraconducteur de la 1ère espèce. Afin de vérifier cette hypothèse nous avons étudié le comportement magnétique des alliages de magnésium dans l'aluminium ; les raisons de ce choix, comme nous le verrons par la suite, nous ont été dictées par des considérations à la fois physiques et métallurgiques.

L'ensemble de ce travail peut se décomposer en deux parties. Dans une première partie (partie expérimentale) nous décrirons les appareils que nous avons construits et que nécessitait l'étude de tels alliages et nous indiquerons les caractéristiques des différents échantillons étudiés.

Dans une seconde partie (partie résultats) nous rendrons compte des résultats obtenus tant en ce qui concerne l'irréversibilité des courbes d'aimantation, qu'en ce qui concerne des résultats annexes observés sur les alliages Aluminium-Magnésium.

CHAPITRE I

GÉNÉRALITÉS

Il apparaît dans la théorie de Ginzburg et Landau [1] que les supraconducteurs peuvent être divisés en deux groupes suivant la valeur d'un paramètre sans dimension κ .

Nous avons résumé figure 1 les différences essentielles entre les deux groupes. Pour une bonne compréhension de ce qui va suivre il est indispensable de définir ou de rappeler brièvement quelques notions générales sur les supraconducteurs.

I-1 - ETAT MIXTE ETAT, INTERMEDIAIRE

Lorsqu'un échantillon supraconducteur de la première espèce ($\kappa < \frac{1}{\sqrt{2}}$) dont le champ démagnéisant n'est pas nul ($4\pi n \neq 0$) est placé dans un champ magnétique, la destruction de la supraconductivité a lieu progressivement à partir d'un champ H_1 jusqu'au champ critique H_c (figure 1 a). Dans cet état intermédiaire l'échantillon est constitué par un mélange de régions normales et supraconductrices et dans le cas d'un disque plat d'épaisseur L la pénétration du flux dans l'échantillon peut se faire comme il est indiqué figure 2. Ceci a été montré expérimentalement par Faber [2] sur l'aluminium par une technique de poudre analogue à la méthode bien connue de Bitter utilisée pour l'étude des domaines ferromagnétiques.

L'échelle de la structure à l'état intermédiaire peut être caractérisée par d , espacement moyen entre domaines, et des considérations analogues à celles faites sur les ferromagnétiques conduisent à (figure 2) :

$$d = f \left(\frac{H_e}{H_c} \right) \sqrt{\Delta L} \quad (I-1)$$

H_c est le champ critique, Δ paramètre d'énergie de surface et L la dimension de l'échantillon dans le sens du champ appliqué H_e .

Les valeurs numériques de $f \left(\frac{H_e}{H_c} \right)$ ont été calculées par Lifshitz et Sharvin [3] ; sauf dans le cas où l'échantillon est presque entièrement normal ou presque entièrement supraconducteur, $f \left(\frac{H_e}{H_c} \right)$ est de l'ordre de 10.

Considérons maintenant la courbe d'aimantation d'un supraconducteur du deuxième groupe (figure 1 b). Les théories fondées sur l'existence d'une énergie de surface négative [4, 5] prévoient deux champs de transition H_{c1} et H_{c2} . Pour des champs compris entre H_{c1} et H_{c2} l'échantillon est dans un état spécial qui n'est ni normal, ni supraconducteur, et qu'on appelle état mixte. On peut représenter cet état par un réseau de filaments de flux traversant l'échantillon. L'échelle de la structure que l'on caractérise toujours par d , espacement moyen entre domaines, est maintenant de l'ordre de ξ , longueur de cohérence du matériau.

Donc :

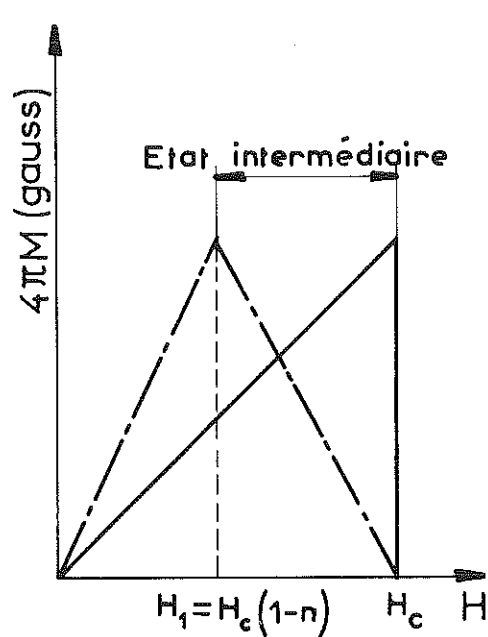
$$d \simeq \xi \quad (I-2)$$

On verra plus tard que d'après (I-1) et (I-2) on peut déduire que la structure de l'état mixte est beaucoup plus fine que celle de l'état intermédiaire.

Courbe d'aimantation type des supraconducteurs de 1ère et de 2ème espèce.

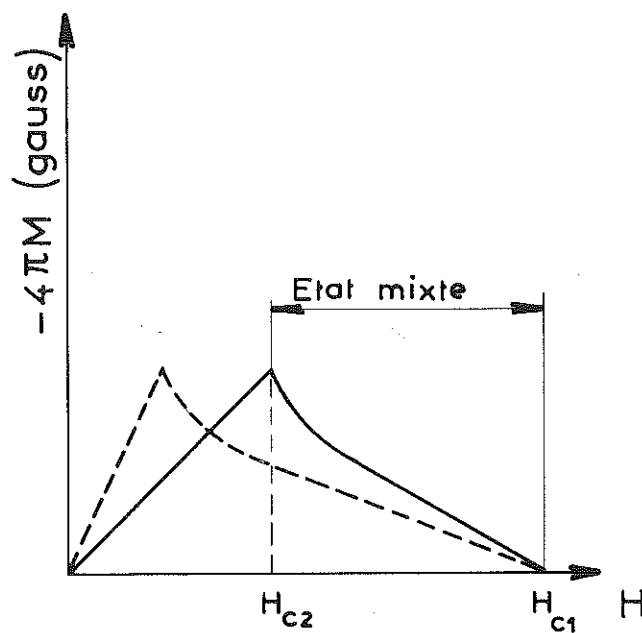
— $4\pi n = 0$

- - - $4\pi n \neq 0$



$$\begin{aligned} \kappa &< 1/\sqrt{2} \quad \Delta > 0 \\ \xi &> \lambda \quad d \sim 10\sqrt{\Delta L} \end{aligned}$$

Figure 1a



$$\begin{aligned} \kappa &> 1/\sqrt{2} \quad \Delta < 0 \\ \xi &< \lambda \quad d \sim \xi \end{aligned}$$

Figure 1b

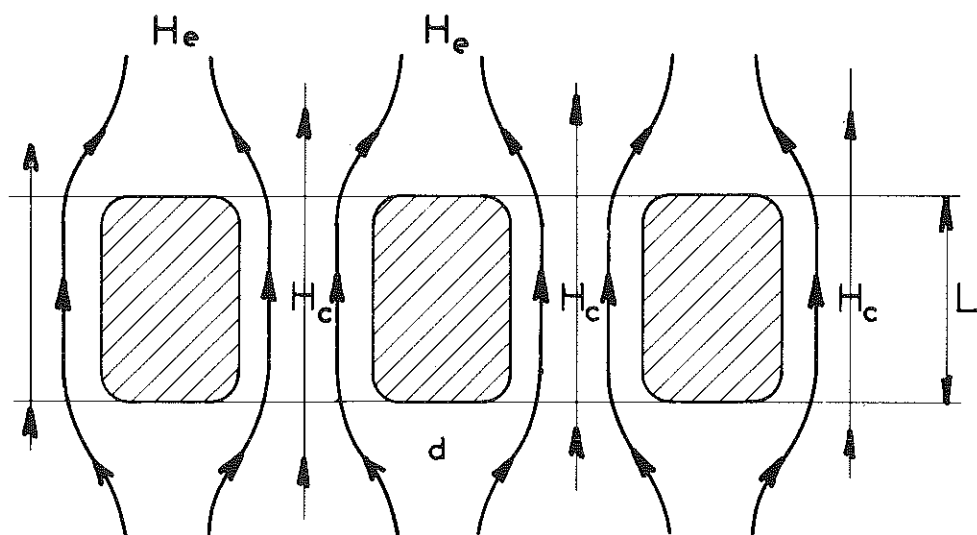


Figure 2 - Structure en domaine suivant la théorie de Landau de l'état intermédiaire. Les aires hachurées sont supraconductrices.

I-2 - PARAMETRE D'ENERGIE DE SURFACE. LONGUEUR DE COHERENCE

La différence d'énergie libre entre l'état normal et l'état supraconducteur est $\frac{H_c^2}{8\pi}$ par unité de volume. Si l'énergie libre par unité de surface d'une paroi entre un domaine supraconducteur et un domaine normal est α on peut définir une longueur caractéristique Δ telle que :

$$\Delta = \frac{8\pi}{H_c^2} \alpha \quad (I. 3)$$

Dans le cas des supraconducteurs du premier groupe ($\kappa < 1/\sqrt{2}$) cette énergie de surface est positive alors que pour ceux du second groupe ($\kappa > 1/\sqrt{2}$) elle est négative et de ce fait on doit s'attendre à ce que ceux-ci aient des propriétés différentes.

De même que la profondeur de pénétration λ est l'étendue spatiale sur laquelle le champ magnétique passe d'une valeur H dans une région normale, à une valeur nulle dans la région supraconductrice, la longueur de cohérence est l'étendue spatiale sur laquelle le paramètre d'ordre ω passe de la valeur 0 dans le domaine normal à la valeur ω_s dans le supraconducteur. Cette valeur tend vers 1 lorsque la température tend vers zéro (on appelle paramètre d'ordre le rapport du nombre d'électrons supraconducteurs au nombre total des électrons).

D'une manière générale, tous les paramètres que nous avons introduits varient en fonction de la température, mais en première approximation nous négligerons cette variation.

Sur la figure 3 on a représenté l'évolution des paramètres H et ω au passage d'une frontière entre l'état normal et l'état supraconducteur. La ligne B a été tracée à une position telle qu'un champ extérieur H_0 pénétrant sans diminution jusqu'à B, donnerait le même flux que celui que l'on obtient avec une variation de H , sur une distance λ telle qu'elle est indiquée figure 3. Des considérations analogues conduisent à représenter la variation du paramètre d'ordre par la ligne A. On a admis pour tracer cette figure que la phase ordonnée commence à apparaître dès que le champ magnétique décroît.

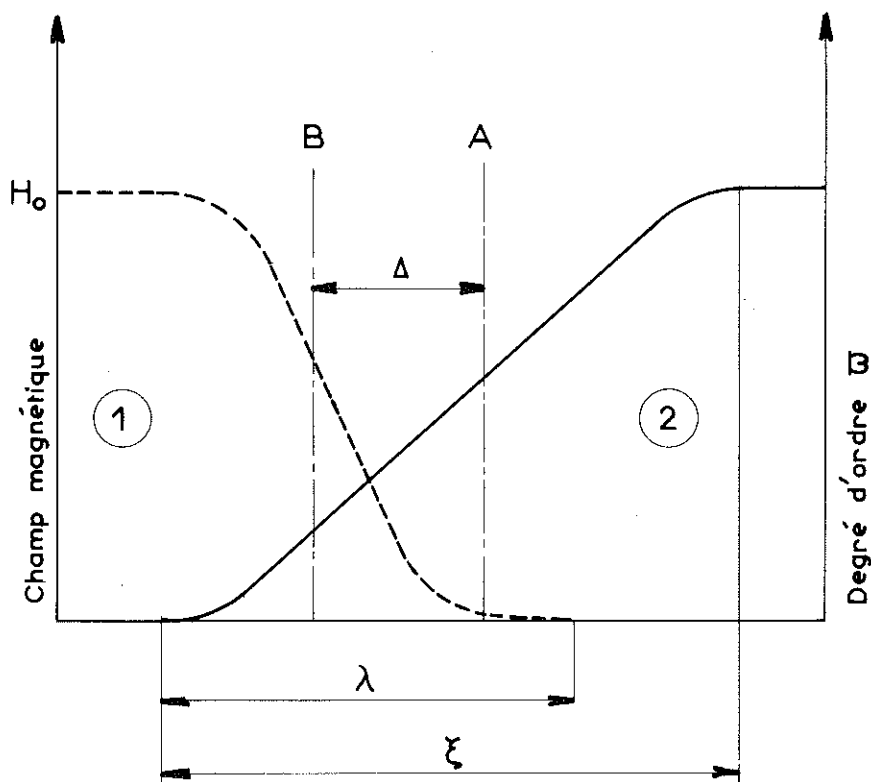


Figure 3 -

- ① Région normale.
- ② Région supraconductrice.

C'est à Pippard [6] que l'on doit l'idée selon laquelle l'énergie de surface est liée à la longueur de cohérence. Qualitativement, on peut considérer que pour une paroi isolée l'énergie de surface est la somme de deux termes :

$$\frac{\Delta H_c^2}{8\pi} = \frac{\xi H_c^2}{8\pi} - \frac{\lambda H_c^2}{8\pi} \quad (I.4)$$

Le premier terme positif vient du fait que l'étendue spatiale des fonctions d'ordre des électrons dans une région supraconductrice rend difficile leur raccordement aux fonctions d'ordre relatives aux régions normales. Le deuxième terme négatif provient de la pénétration du champ magnétique H_c qui règne dans le métal normal jusqu'à une profondeur de pénétration λ à l'intérieur de la région supraconductrice.

Puisque la paroi est en équilibre thermodynamique lorsque $H_a = H_c$ l'équation (I.4) donne :

$$\Delta \sim \xi - \lambda \quad (I.5)$$

Sur la figure 3 lorsque B passe à droite de A l'énergie de surface devient négative.

I-3 - LE ROLE DES DEFAUTS ETENDUS DANS UN SUPRACONDUCTEUR

Certains supraconducteurs présentent des courbes d'aimantation irréversibles. On a remarqué que ce phénomène se produisait notamment lorsque les échantillons étaient préparés avec peu de soins. On a donc attribué cette irréversibilité que l'on caractérise par le flux piégé μ , à l'inhomogénéité de l'échantillon due à la présence de défauts étendus tels que : précipités, dislocations...

Des expériences récentes dues à De Sorbo [7] montrent que dans de tels échantillons le mouvement de la structure des domaines s'effectue par à-coups, comme si les parois dans l'état intermédiaire préféraient rester bloquées dans des endroits où Δ est localement minimum.

A la suite de ces expériences, il est donc raisonnable de penser que le flux gelé est lié aux dimensions de la structure lamellaire ou filamentaire lors de la pénétration du flux, et que pour des défauts étendus équivalents, le flux piégé sera beaucoup plus grand dans l'état mixte (où d peut être de l'ordre de 100 Å) que dans l'état intermédiaire (où d peut être de l'ordre du mm).

En d'autres termes on peut penser que la microstructure de l'état supraconducteur prévue lorsque $\xi < \lambda$ permettra aux défauts étudiés de bloquer le mouvement des domaines beaucoup plus facilement que dans les éléments supraconducteurs où $\xi > \lambda$ [8].

I-4 - INFLUENCE DES IMPURETES

La question qui se pose maintenant est de savoir comment on peut faire varier ces différents paramètres. Il est bien connu que lorsqu'on introduit une impureté dans un métal pur, le libre parcours moyen des électrons diminue ; de ce fait la résistivité électrique augmente.

Gorkov [9] a montré que les impuretés attribuaient une valeur à κ donnée par :

$$\kappa = \kappa_0 + 7,5 \cdot 10^3 \gamma^{1/2} \rho_0 \quad (I.6)$$

où κ_0 est la valeur de κ pour le métal pur ;

γ est la chaleur spécifique électronique à l'état normal en unités CGS ;

ρ_0 est la résistivité à l'état normal en ohm-cm.

Gorkov a démontré de plus que pour $l \leq \xi_0$ (l libre parcours moyen des électrons) la diffusion des électrons par les impuretés conduit à une longueur de cohérence inférieure à la valeur qui règne dans le métal pur, et pour T voisin de T_c on peut écrire :

$$\xi = 0,60 \{l \xi_0 / (1 - t)\}^{1/2} \quad (I.7)$$

Par ailleurs il a montré que les impuretés augmentaient la profondeur de pénétration [10, 11] et diminuaient la valeur du paramètre de surface Δ [12]. Doidge [13] a mis en évidence que pour des alliages d'étain cette énergie de surface tendait vers zéro pour une valeur de κ correspondant à la valeur critique de $1/\sqrt{2}$.

Dans ce qui précède, nous avons considéré un supraconducteur comme pur si l , libre parcours moyen des électrons à l'état normal satisfait à la condition $l \gg \xi_0$. Dans ces conditions on trouve que la valeur ξ_0 de la longueur de cohérence est de la forme :

$$\xi_0 = a \frac{\hbar V_0}{k T_c} \quad (I.8)$$

où V_0 est la vitesse des électrons au niveau de Fermi ;

T_c la température de transition.

Pour la constante numérique a la théorie de Bardeen, Cooper et Schrieffer [14] donne la valeur 0,18.

Il semble que l'on ait toujours pour un supraconducteur pur $\xi_0 \gg \lambda$, l'équation (I-5) montre alors que :

$$\Delta \approx \xi_0$$

Nous donnons ci-dessous les valeurs de Δ , ξ , et λ pour l'aluminium, l'étain, et l'indium [14].

Elément	$10^5 \Delta(0)$ (cm)	$10^5 \xi_0$ (cm)	$10^5 \lambda(0)$ (cm)
Aluminium	18	16	0,5
Indium	3,4	4,4	0,64
Etain	2,3	2,3	0,51

Les valeurs de $\Delta(0)$ et $\lambda(0)$ sont extrapolées à 0° K à partir de valeurs expérimentales de Δ et λ . Celles de ξ sont calculées d'après (I-8).

D'après l'équation proposée par Gorkov (I-6) on voit donc, qu'en introduisant une impureté choisie B, dans un métal pur A, on pourra suivant la concentration de B dans A faire varier le paramètre κ depuis la valeur κ_0 jusqu'à des valeurs supérieures à $1/\sqrt{2}$. Le fait de considérer la gamme la plus étendue possible de κ nous a conduit à prendre comme métal de base l'aluminium qui possède une des plus petites valeurs connues de $\kappa_0(0,03)$. Par ailleurs des considérations portant sur la solubilité de l'impureté B dans l'aluminium et de la contribution de celle-ci à la résistivité résiduelle de l'échantillon nous ont conduit à choisir comme impureté B le magnésium.

I - PARTIE EXPÉRIMENTALE

L'étude des alliages Aluminium-Magnésium impliquait d'avoir un cryostat permettant d'atteindre des températures stables de l'ordre de $0,8^{\circ}\text{K}$.

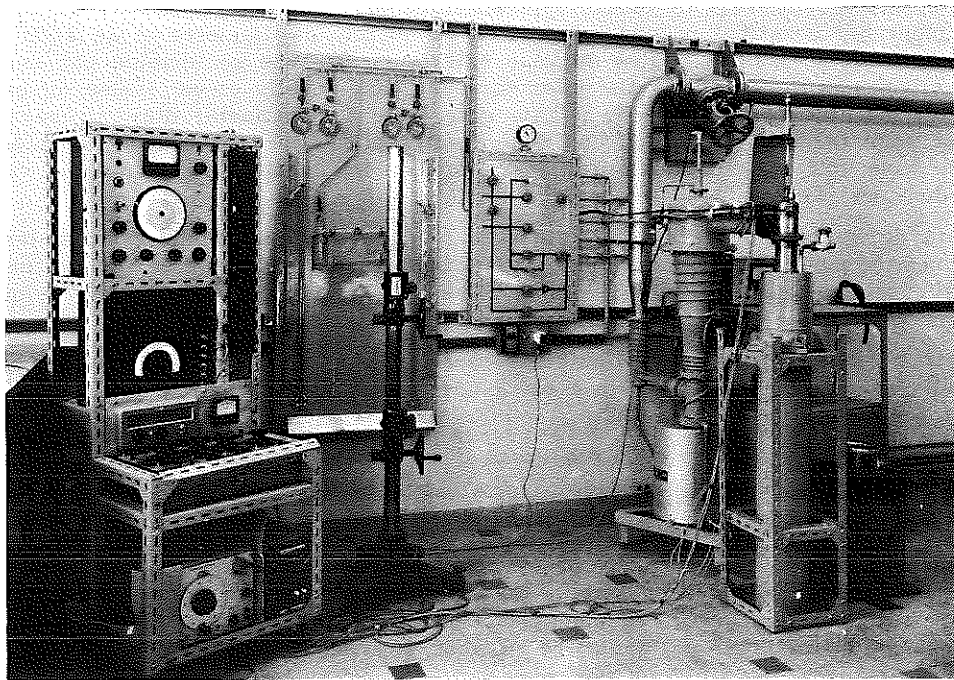
Ce problème pouvait a priori être résolu, soit à l'aide d'un réfrigérateur à He_3 , soit à l'aide d'une pompe type Booster.

Nous avons en premier lieu réalisé un appareil utilisant la première solution, mais les caractéristiques particulières de notre montage d'une part, ainsi que la faible puissance du réfrigérateur à He_3 d'autre part, ne nous ont pas permis d'atteindre les basses températures souhaitées et nous ont conduit finalement à nous orienter vers la seconde solution⁽¹⁾.

Par ailleurs, le tracé des courbes d'aimantation des alliages Al-Mg a nécessité la construction :

- d'une bobine permettant d'appliquer sur l'échantillon un champ de quelques milliers d'oersteds.
- d'un circuit galvanométrique classique destiné à la mesure de l'aimantation des échantillons.
- d'un thermomètre à sel paramagnétique pour déterminer la température du bain.

Dans ce qui va suivre, nous décrivons successivement tous ces appareils dont l'ensemble est représenté figure 3.



Montage : Vue d'ensemble

(1) Cet appareil a par la suite été utilisé pour des mesures de chaleurs spécifiques et a permis d'obtenir des températures de l'ordre de $0,5^{\circ}\text{K}$.

CHAPITRE II

LE CRYOSTAT

II-1 - INTRODUCTION

La température critique de l'aluminium est d'environ $1,2^{\circ}\text{K}$; par ailleurs Lynton et al [16] ont montré que pour de faibles concentrations de magnésium dans l'aluminium cette température critique pouvait être abaissée jusqu'à $1,1^{\circ}\text{K}$.

D'autre part, Blanc et al [17] ont observé sur l'étain et sur le rhénium de grandes variations du flux piégé entre T_c et $0,8 T_c$.

Ces considérations nous ont amené à construire un appareil permettant d'obtenir des températures stables jusqu'à des valeurs de l'ordre de $0,8^{\circ}\text{K}$.

II-2 - REALISATION

La solution que nous avons adoptée pour résoudre ce problème consiste en un vase à double bain d'hélium (voir figure 4).

Il est constitué par un vase Hélium du type standard sur lequel on a rajouté un vase intérieur. Ce vase intérieur est constitué par un tube d'inox de 40 mm de diamètre et de 2/10 mm d'épaisseur descendant jusqu'au bas des boules du vase extérieur. Ce tube se termine par une bague filetée sur laquelle est centrée la partie inférieure du vase. Celle-ci est isolée du bain extérieur par une double paroi qu'on a rempli une fois pour toute à l'ambiante, d'hydrogène à la pression atmosphérique. L'étanchéité au niveau du filetage est assurée par une soudure au métal de Wood. Le fait que le vase soit démontable facilite le remplacement du sel paramagnétique, placé au fond de la queue du vase, lorsque celui-ci est détérioré.

Au cours de l'expérience, la température du bain d'hélium extérieur est maintenue à $4,2^{\circ}\text{K}$ car on a constaté expérimentalement que le fait de pomper sur le bain extérieur ne permet pas d'atteindre sur le bain intérieur une pression, donc une température plus basse et que, de plus, les températures obtenues dans ces conditions sont très instables.

Pour atteindre la température minimum ($0,75^{\circ}\text{K}$) on pompe sur le bain intérieur à l'aide d'un booster⁽¹⁾ lui-même relié en série à une pompe mécanique de $250\text{ m}^3/\text{H}$.

Les températures intermédiaires (entre $0,75^{\circ}\text{K}$ et $1,2^{\circ}\text{K}$) sont obtenues en injectant à l'amont du booster de l'hélium du bain extérieur à l'aide d'une vanne pointeau.

Notons que dès 1932, Keesom [18] d'une part et Blaise, Cooke et Hull [19] d'autre part, avaient obtenu des températures de l'ordre de $0,7^{\circ}\text{K}$ en pompant, à travers un capillaire, sur un bain d'hélium de quelques cm^3 .

Remarquons enfin que notre cryostat a été construit de manière à nous permettre d'y introduire rapidement les échantillons et de manière à ce que l'on puisse déplacer ceux-ci à différents niveaux au-dessus du bain d'hélium liquide, ce qui nous apporte la possibilité d'effectuer des recuits à diverses températures entre $4,2$ et 300°K .

(1) Le Booster a de grandes vitesses de pompage (850l/sec) entre 1 et 10^{-4} mm de Hg . Possédant des étages de pompes à diffusion couplés avec des éjecteurs, il combine les caractéristiques des deux pour combler l'intervalle de vitesse entre la pompe à diffusion conventionnelle et la pompe rotative.

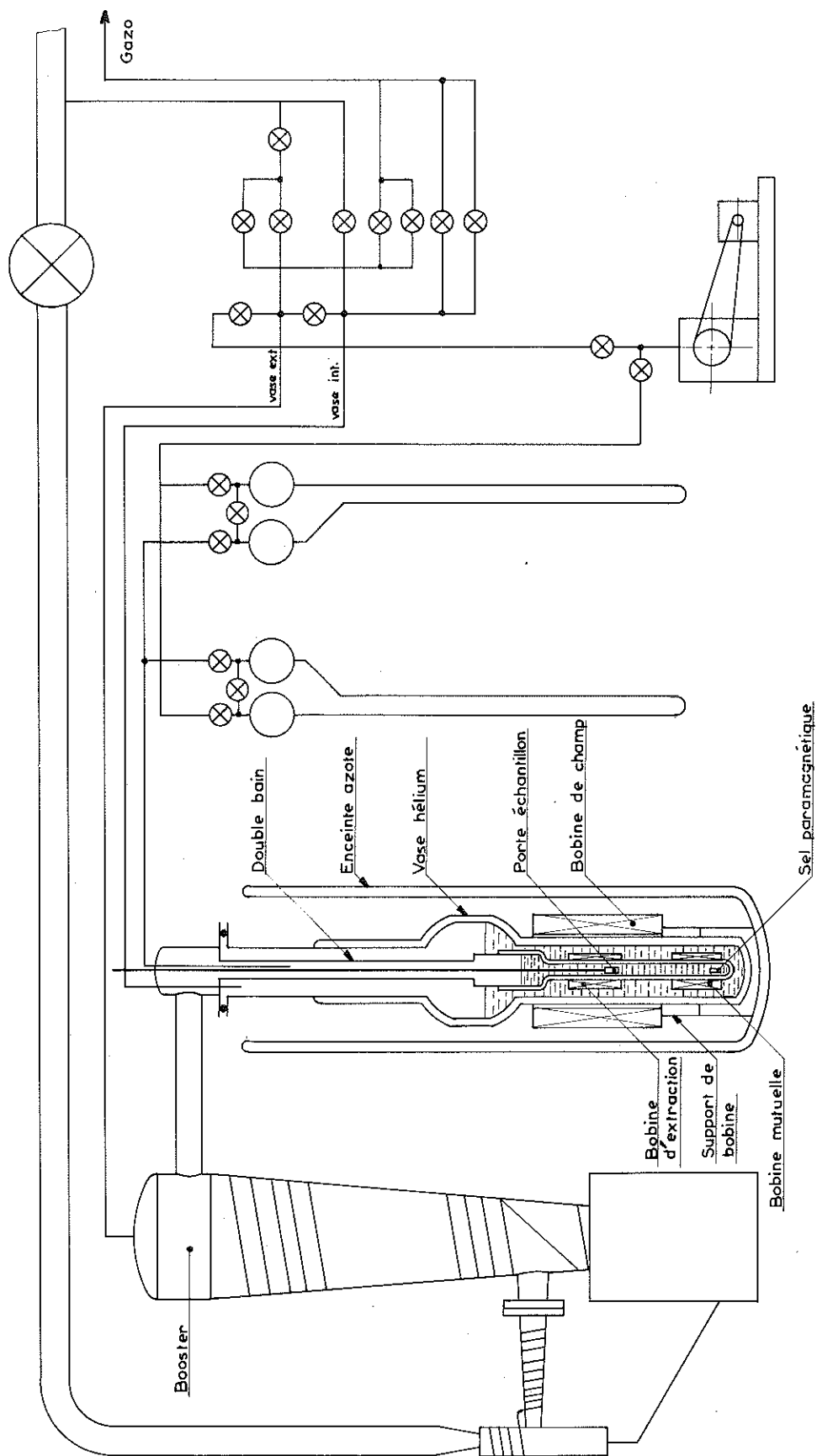


Figure 4

CHAPITRE III

LA BOBINE DE CHAMP MAGNÉTIQUE

III-1 - INTRODUCTION

Le champ magnétique H appliqué sur l'échantillon doit être uniforme et constant. Le champ critique des alliages Al-Mg étant de quelques centaines d'oersteds, il nous fallait une bobine donnant ces valeurs de champ en fonctionnement normal, mais qui puisse donner quelques milliers d'oersteds pendant de brèves périodes afin de saturer l'échantillon.

Une bobine refroidie à l'azote liquide [20, 21] résout le problème posé d'une manière satisfaisante.

- D'une part c'est une solution très économique par rapport aux bobines fonctionnant à température ambiante. En effet, pour une même valeur du champ la puissance dissipée est beaucoup plus faible parce que :

- 1/ La résistivité du cuivre est diminuée de 88 % environ à la température de l'azote liquide;
- 2/ Le diamètre intérieur peut être réduit de 10 ou 20 mm en mettant la bobine dans l'enceinte azote.

On peut donc se passer de l'installation coûteuse que demanderait une bobine analogue refroidie par un liquide à l'ambiante et on peut utiliser des batteries d'accumulateurs comme source d'alimentation.

- D'autre part, en évitant l'emploi du groupe tournant, on dispose d'un champ constant sans avoir à filtrer le "ripple" engendré en particulier par le collecteur des génératrices à courant continu.

III-2 - REALISATION (voir figure 5)

Les caractéristiques de cette bobine sont précisées ci-dessous :

- Diamètre du fil de cuivre	0,9 mm
- Diamètre intérieur	80 mm
- Diamètre extérieur	150 mm
- Longueur	320 mm
- Nombre de spires par cm	150
- Champ maximum obtenu sous 110 v.	3 500 oe
- Puissance maximum dissipée	2,5 kw
- Consommation en azote liquide (pour 3 500 Oe)	11/mn
- Résistance à la température de N ₂ liquide	6 Ω

Afin d'améliorer les échanges entre la bobine et le bain d'azote liquide, et de permettre l'évacuation de l'azote vaporisé, on a placé entre chaque couche de fils de cuivre des baguettes de pressspan de 1 x 3 mm distribuées régulièrement tous les 10 mm environ.

Comme nous le verrons dans le chapitre suivant, les mesures d'aimantation par extraction exigent un champ constant sur la distance d'extraction, soit environ dans notre cas particulier, sur 8 cm. Pour cela nous avons compensé la bobine en supprimant sur la couche extérieure les spires situées au centre de la bobine. Les variations du champ magnétique le long de l'axe de la bobine sont portées figure 6. Celles-ci ont été contrôlées par mesure, au pont de Hartshorn de la mutuelle induction entre la bobine et une galette de 1 mm d'épaisseur en fil fin. On constate que le champ est uniforme à $2,5 \cdot 10^{-3}$ près sur 80 mm.

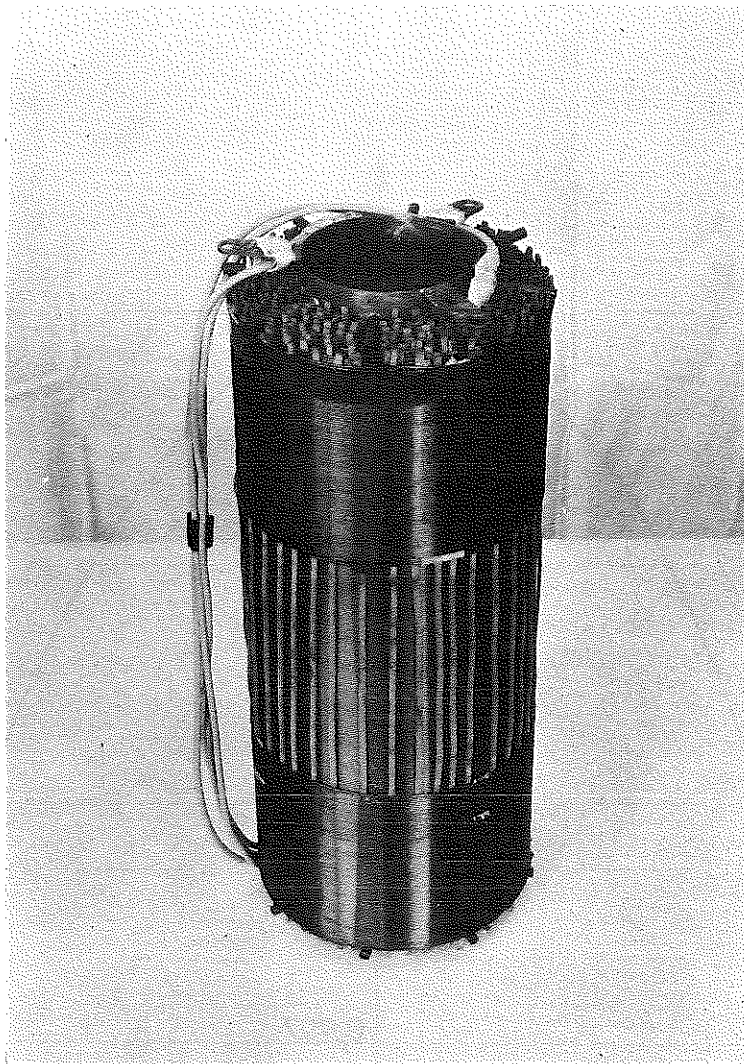


Figure 5 - La bobine de champ magnétique.

III-3 - ETALONNAGE

Nous avons étalonné le champ au centre de la bobine à l'aide d'une sonde à protons. Pour cette mesure on provoque la résonance nucléaire du proton dans le champ magnétique. Le rapport gyromagnétique du proton est connu avec une grande précision et la mesure du champ se déduit de la mesure de fréquence de résonance du proton comme suit :

$$H_{\text{gauss}} = 2,3487 \cdot 10^{-4} \nu_{\text{Hertz}}$$

La valeur du courant qui traverse la bobine est obtenue en mesurant à l'aide d'un potentiomètre la tension aux bornes d'une résistance étalon placée en série avec la bobine.

Nous en déduisons pour la bobine un rapport :

$$H/I = 187,7 \text{ oersted. Ampère}^{-1}$$

La précision sur ce facteur est uniquement limitée par la précision sur la mesure du courant I . Celle-ci est de $5 \cdot 10^{-3}$.

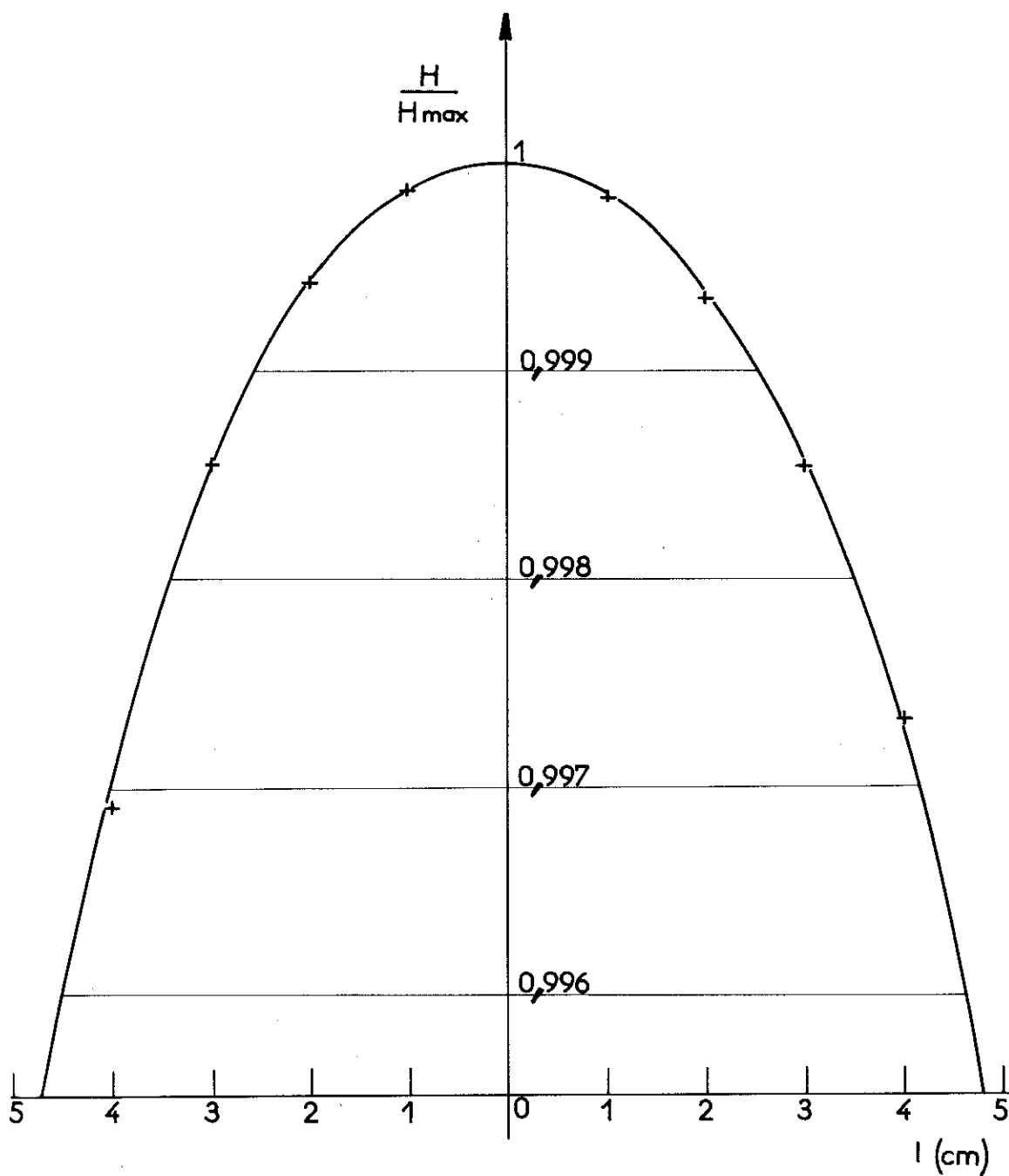


Figure 6 - Variation relative du champ le long de l'axe au centre de la bobine.

CHAPITRE IV

MESURE DE L'AIMANTATION

IV-1 - PRINCIPE DE LA MESURE

Pour déterminer expérimentalement la valeur de l'aimantation M de nos échantillons, nous avons employé la méthode dite "par extraction". Cette méthode a été proposée par P. Weiss en 1905 et utilisée avec quelques modifications par de nombreux auteurs, en particulier par Shoenberg [22]. Elle est, par ailleurs, classique dans notre laboratoire et consiste essentiellement à déplacer l'échantillon soumis à un champ H uniforme à l'intérieur d'une bobine de mesure reliée à un galvanomètre balistique et conçue de telle sorte que le flux créé dans cette bobine par le moment magnétique M de l'échantillon subisse le maximum de variation au cours du déplacement.

Pour cela l'échantillon est placé à l'intérieur d'une bobine de mesure faite de deux solénoïdes, de mêmes dimensions, mais enroulés en sens contraire, accolés bout à bout. Ces deux demi-bobines sont connectées en série dans un circuit comprenant un galvanomètre balistique. L'échantillon, soumis à un champ H uniforme, sur toute la longueur de la bobine de mesure, est déplacé ou "extraît" du centre de la première bobine au centre de la deuxième. La quantité totale qui traverse le circuit au cours de ce déplacement est $Q = \Delta\Phi/R$, si R est la résistance totale du circuit et $\Delta\Phi$ la variation de flux "vue" par la bobine de mesure.

Considérons un petit élément de cet échantillon au point $M(x, y, z)$, soit $\vec{m}$ l'aimantation en ce point. On peut démontrer que le dipôle $\vec{m} dv$ constitué par un petit élément de volume dv autour du point M , crée dans la bobine de mesure un flux :

$$d\Phi = \vec{m}_{(M)} \cdot \vec{h}_{(M)} dv$$

où $\vec{h}_{(M)}$ est le champ qui serait produit au point M par un courant unité traversant la bobine de mesure. Ce flux Φ créé, par l'échantillon dans la bobine de mesure est donc donné par l'expression :

$$\Phi = \iiint_{(V)} \vec{h}_{(M)} \cdot \vec{m}_{(M)} dv$$

(L'intégration étant étendue sur tout le volume de l'échantillon).

Dans le cas où l'un des deux facteurs, soit $\vec{h}_{(M)}$, soit $\vec{m}_{(M)}$ est uniforme dans le volume considéré, la variation de flux Φ est proportionnelle à l'aimantation M de l'échantillon.

Comme nous le verrons par la suite, nos échantillons sont constitués de plaquettes de 0,2 mm d'épaisseur, 5 mm de largeur et 20 mm de longueur. Le champ étant appliqué parallèlement à ces plaquettes dans le sens de la longueur, le coefficient démagnétisant est négligeable ($\epsilon/4\pi \sim 10^{-3}$) et par conséquent $\vec{m}_{(M)}$ est uniforme.

Nous avons donc

$$\Phi = \frac{M}{V} \iiint_V \vec{h}_{(M)} \cdot \vec{u} \cdot dv$$

avec $\vec{u}$ vecteur unitaire parallèle au champ appliqué.

Soit

$$\Phi = k M$$

k est une constante de proportionnalité qui dépend des dimensions de l'échantillon, et de sa position dans la bobine.

La variation de flux au cours de l'extraction est donc

$$\Delta\Phi = (k - k') M$$

Si la durée de l'extraction est courte devant la période propre du galvanomètre balistique, ce dernier aura une déviation dont l'amplitude maximale Θ sera proportionnelle à M .

IV-2 - REALISATION (voir figure 14)

La bobine de mesure est réalisée en fil de cuivre émaillé de 0,07 mm et bobiné sur un support en araldite.

Elle répond aux caractéristiques suivantes :

- Le champ créé par un courant unité dans la bobine varie le long de l'axe, en fonction de la distance x au centre de la bobine, d'une manière symétrique par rapport à l'origine comme on peut le constater figure 15 (Pour des raisons de commodité la bobine de mesure de l'aimantation est identique au bobinage secondaire de la bobine de mutuelle utilisée dans la mesure de la température).

La bobine est ainsi compensée et une variation d'un champ uniforme extérieur n'induit aucun courant dans le circuit de mesure.

- Pour augmenter la sensibilité de mesure et pour faciliter le centrage de l'échantillon, h est constant à 5 % sur 20 mm de longueur dans chaque demi-bobine.

Dans ces conditions on peut écrire :

$$\Phi_1 = \vec{M} \cdot \vec{h}_1 \quad \Phi_2 = \vec{M} \cdot \vec{h}_2$$

$$\Delta\Phi = \vec{M} \cdot (\vec{h}_1 - \vec{h}_2) = M(h_1 + h_2)$$

$$\Delta\Phi = 2 Mh$$

- La distance d'extraction définie par la distance moyenne entre ces deux paliers est de 63 mm. Pour un échantillon de 20 mm de longueur il est donc nécessaire que le champ extérieur créé par la bobine refroidie à l'azote liquide soit uniforme sur 83 mm.

- La résistance de la bobine est, à la température de l'hélium liquide, de 140 Ω et permet de travailler en régime critique avec un certain galvanomètre.

IV-3 - ETALONNAGE

On a étalonné directement le circuit en mesurant l'aimantation d'un échantillon d'aluminium très pur. Cette méthode ne nous donne pas une très grande précision sur l'aimantation absolue, mais ce facteur n'était pas indispensable pour nos mesures.

CHAPITRE V

MESURE DE LA TEMPÉRATURE

Connaissant la courbe $P(T)$ de la pression de vapeur saturante de l'hélium en fonction de la température absolue T on peut déterminer la température d'un bain d'hélium en mesurant à l'aide d'un manomètre la pression régnant sur ce bain.

Au-dessous de $1,2^\circ \text{ K}$ la mesure de la température devient cependant très imprécise. A cela deux raisons :

1/ Les hauteurs lues deviennent très petites

Exemple :

$$T = 1,25^\circ \text{ K}$$

$$H_{\text{Hg}} = 0,9 \text{ mm} \quad h_{\text{huile}} = 13,5 \text{ mm}$$

2/ Le libre parcours moyen des molécules d'hélium devient de l'ordre de grandeur du diamètre du tube de prise de pression (4 à 5 mm). Il s'en suit que la pression mesurée au manomètre est différente de celle régnant sur le bain. Cette différence est due à l'effet thermomoléculaire.

Si donc on veut déterminer la température au-dessous de $1,2^\circ \text{ K}$ on peut utiliser soit :

a) Un thermomètre à tension de vapeur d' He_3 dont la tension de vapeur $P(T)$ est plus élevée à une température donnée que celle de l'hélium ordinaire.

b) Un thermomètre à sel paramagnétique.

Nous avons utilisé cette seconde solution.

V-1 - PRINCIPE

On utilise la propriété selon laquelle la susceptibilité d'un sel paramagnétique est inversement proportionnelle à la température (loi de Curie, $\chi = C/T$ valable pour un ion isolé).

Cette susceptibilité est reliée à la contribution du sel paramagnétique à une inductance mutuelle, et la mesure de la température se ramène à la mesure d'une inductance mutuelle $\mathcal{M}$. On montrera par la suite que $\mathcal{M}$ varie linéairement en fonction de l'inverse de la température.

Dans une première étape on mesure entre $4,2^\circ \text{ K}$ et $1,25^\circ \text{ K}$ la mutuelle et la température : c'est l'étalonnage qui permet de déterminer la loi de variation de $\mathcal{M}$. Au-dessous de $1,25^\circ \text{ K}$ on extrapole cette loi et inversement de la mesure de $\mathcal{M}$ on en déduit la température T .

V-2 - SUSCEPTIBILITE ET TEMPERATURE ABSOLUE

V-2.1 - Calcul de la variation de mutuelle due au sel paramagnétique.

Considérons une bobine de mutuelle constituée de deux enroulements bobinés l'un sur l'autre (primaire et secondaire). Soit $\mathcal{M}$ le coefficient d'inductance mutuelle de ces deux enroulements. Si l'on introduit à l'intérieur de cette bobine un sel de susceptibilité χ , le coefficient $\mathcal{M}$ va varier d'une quantité $\Delta\mathcal{M}$ qui va dépendre du sel (χ), de son volume et des caractéristiques des deux enroulements.

Nous allons calculer dans cette variation le cas simple où les enroulements sont infiniment longs, et où on néglige l'influence du champ démagnétisant.

Soit :

n_p nombre de spires par cm du primaire.

n_s nombre de spires par cm du secondaire.

S section du sel.

l longueur du sel.

$\Delta\mathcal{M}$ variation de mutuelle du sel.

h_p champ créé par l'enroulement primaire traversé par un courant unité.

h_s champ créé par l'enroulement secondaire traversé par un courant unité.

i_p intensité du courant de l'enroulement primaire.

La présence du sel introduit une augmentation de flux :

$$\Delta\Phi_1 = 4\pi\chi h_p i_p S$$

Il s'en suit une variation de flux coupé par l'enroulement secondaire

$$\Delta\Phi_2 = \Delta\Phi_1 \cdot n_s \cdot l.$$

$$\Delta\Phi_2 = 4\pi\chi h_p n_s i_p V$$

d'où une contribution à l'inductance mutuelle

$$\Delta\mathcal{M} = \frac{\Delta\Phi_2}{i_p} = 4\pi\chi h_p n_s V$$

comme

$$h_s = 4\pi n_s$$

On obtient :

$$\Delta\mathcal{M} = \chi V h_p h_s$$

On obtiendrait dans le cas le plus général :

$$\Delta\mathcal{M} = \iiint_V \chi_{eff} \cdot \vec{h}_p \cdot \vec{h}_s \cdot dv$$

V-2.2 - Loi de Curie. Température absolue.

On peut définir une échelle de température que nous désignerons par T^* telle que la susceptibilité de volume mesurée (ou une quantité qui lui est proportionnelle, par exemple la valeur de l'inductance mutuelle) lui soit reliée par la relation :

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

où C est la constante de Curie.

En effet, on sait que pour un ensemble de dipôles magnétiques sans interaction, la susceptibilité magnétique varie comme l'inverse de la température⁽¹⁾. Cependant même à des températures T supérieures à la température caractéristique Θ_m , on ne peut pas écrire $T^* = T$ à cause :

(a) du champ démagnétisant

(b) du champ interne de Lorentz dû aux interactions magnétiques.

Considérons la relation existant entre le champ magnétique à l'intérieur d'un sel et un champ extérieur appliqué.

(1) Ceci est vrai pour la plupart des sels paramagnétiques lorsque la température T est supérieure à Θ_m température caractéristique, Θ_m étant la température telle que $U = k\Theta_m$ et U l'énergie de séparation des niveaux causée par l'interaction dipôle-dipôle ou interaction d'échange.

D'après De Klerk [23] on peut définir un champ interne H_{int} qui est la résultante d'un champ extérieur H_{ext} et du champ démagnétisant. Dans le cas d'échantillons ayant la forme d'ellipsoïdes de révolution, on peut définir un coefficient de champ démagnétisant ε en fonction du rapport c/a de la longueur des axes.

On a alors la relation :

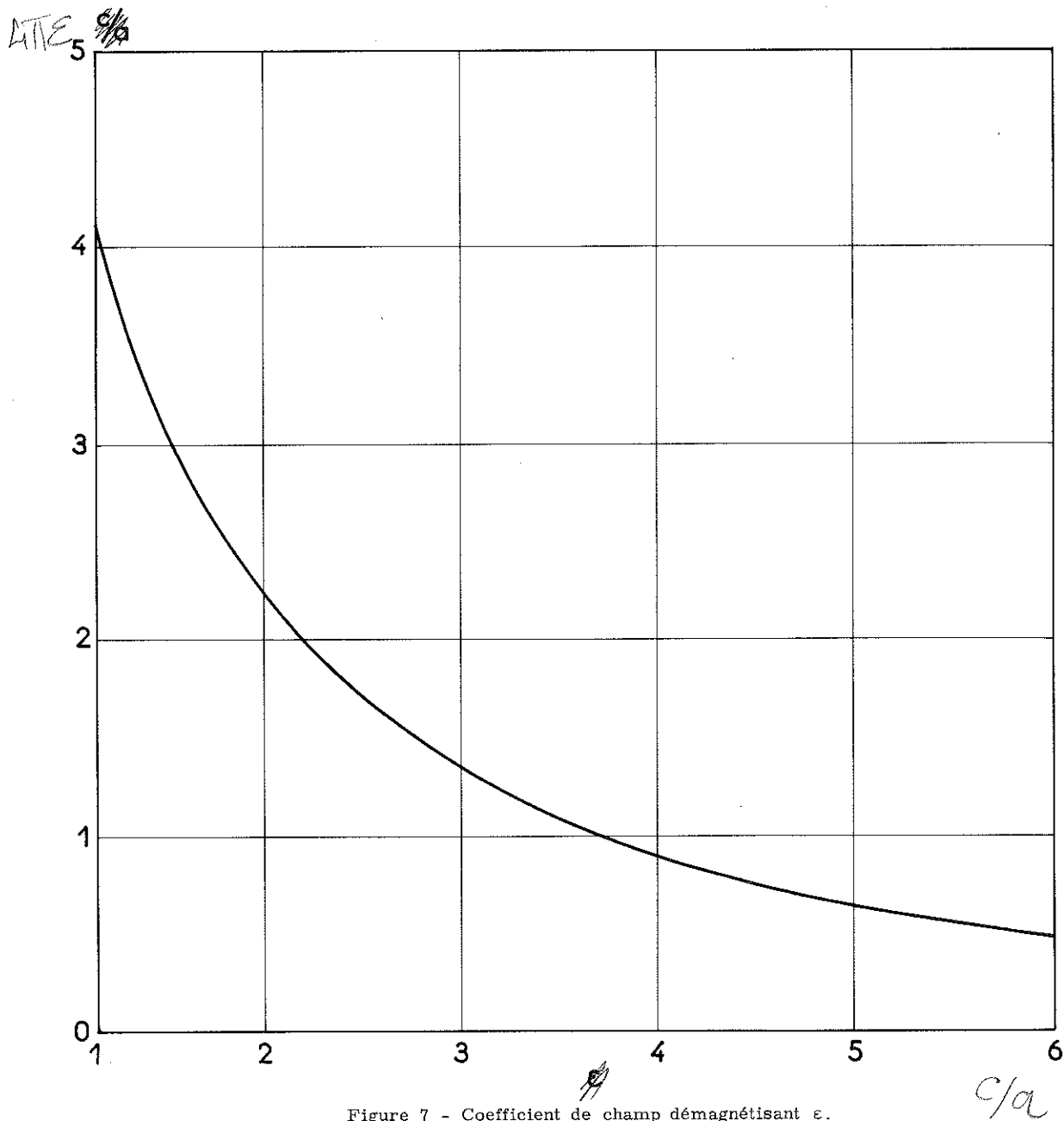
$$H_{int} = H_{ext} - \varepsilon M$$

où M est l'aimantation par unité de volume.

Les valeurs du coefficient ε en fonction de c/a sont données :

soit sous forme d'abaques [24] (figure 7) ;

soit sous forme de tableaux [25] (figure 8).



c/a	$\epsilon/4\pi$	c/a	$\epsilon/4\pi$	c/a	$\epsilon/4\pi$
0,0	1,000.000	3,5	0,089.651	20	0,006.749
0,1	0,860.804	3,6	86.477	21	6.230
0,2	750.484	3,7	83.478	22	5.771
0,3	661.350	3,8	80.641	23	5.363
0,4	588.154	3,9	77.954	24	4.998
0,5	0,527.200	4,0	0,075.407	25	0,004.671
0,6	475.826	4,1	72.990	30	3.444
0,7	432.065	4,2	70.693	35	2.655
0,8	394.440	4,3	68.509	40	2.116
0,9	361.822	4,4	66.431	45	1.730
1,0	0,333.333	4,5	0,064.450	50	0,001.443
1,1	308.285	4,6	62.562	60	1.053
1,2	286.128	4,7	60.760	70	0.805
1,3	266.420	4,8	59.039	80	0.637
1,4	248.803	4,9	57.394	90	0.518
1,5	0,232.981	5,0	0,055.821	100	0,000.430
1,6	218.713	5,5	48.890	110	363
1,7	205.794	6,0	43.230	120	311
1,8	194.056	6,5	38.541	130	270
1,9	183.353	7,0	34.609	140	236
2,0	0,173.564	7,5	0,031.275	150	0,000.209
2,1	164.585	8,0	28.421	200	125
2,2	156.326	8,5	25.958	250	083
2,3	148.710	9,0	23.816	300	060
2,4	141.669	9,5	21.939	350	045
2,5	0,135.146	10	0,020.286	400	0,000.036
2,6	129.090	11	17.515	500	24
2,7	123.455	12	15.297	600	17
2,8	118.203	13	13.490	700	13
2,9	113.298	14	11.997	800	10
3,0	0,108.709	15	0,010.749	900	0,000.008
3,1	104.410	16	09.692	1.000	7
3,2	100.376	17	08.790	1.100	6
3,3	096.584	18	08.013	1.200	5
3,4	093.015	19	07.339	1.300	4

Figure 8 - Coefficient de champ démagnétisant $\epsilon/4\pi$ en fonction du rapport des axes $\frac{c}{a}$ (c longueur de l'axe de révolution, a longueur de l'axe équatorial).

On peut également définir un champ local H_{loc} dans le sel qui est la somme du champ interne H_{int} et du champ dû aux interactions magnétiques entre les ions. Ce champ est quelquefois appelé champ de Weiss.

$$H_{loc} = H_{int} + H_{Weiss}$$

$$H_{loc} = H_{ext} + H_{Weiss} - \epsilon M$$

Lorentz a proposé pour calculer H_{Weiss} de remplacer le système d'ions par un continuum magnétique de même susceptibilité en volume où serait creusée une petite sphère autour de l'ion considéré. Avec ces hypothèses il a montré que les interactions entre dipôles produisaient un champ $4\pi M/3$. Ce calcul est valable tant que la température n'est pas trop voisine de la température caractéristique Θ_m du sel.

On peut alors écrire :

$$H_{loc} = H_{ext} + \left(4 \frac{\pi}{3} - \epsilon\right) M$$

d'où :

$$\chi_{loc} = \frac{\chi_{ext}}{1 + \left(4 \frac{\pi}{3} - \epsilon\right) \chi_{ext}}$$

Pour un échantillon sphérique on a :

$$\chi_{loc} = \chi_{ext}$$

Nous avons défini la température T^* en fonction du champ extérieur :

$$T^* = \frac{C}{\chi_{ext}}$$

Il s'en suit que T^* dépend de la forme de l'échantillon.

Si on définit une température en fonction du champ local (température de Lorentz) on aura

$$T_{Lorentz}^* = \frac{C}{\chi_{loc}}$$

$T^* = T_{Lorentz}^*$ dans le cas d'un échantillon sphérique.

Dans le cas général on a la relation :

$$T_{Lor}^* = T^* + \left(4 \frac{\pi}{3} - \epsilon\right) C$$

avec

$T_{Lor}^* = T^* + \Delta$ $\Delta = \left(4 \frac{\pi}{3} - \epsilon\right) C$

En pratique il faut aussi tenir compte du facteur de remplissage f du sel qui conduit à :

$$\Delta = \left(4 \frac{\pi}{3} - \epsilon\right) f \cdot C$$

Relation entre T_{Lor}^* et T pour l'alun de fer ammonium (figure 9).

Ces courbes sont basées, au-dessous de $1^\circ K$, sur les mesures de Cooke et al [24], corrigées d'abord pour la différence entre l'échelle de température actuellement en vigueur (T_{88}) [25] et celle utilisée par ces auteurs (T_{49}). Ces derniers ont supposé qu'au-dessus de $1^\circ K$ on pouvait négliger la différence de température entre $T_{Lorentz}^*$ et T ce qui, d'après des mesures plus récentes [26] n'est pas vrai. Goodman [27] a interprété à nouveau ces mesures en supposant que pour $T > 1,5^\circ K$ on pouvait écrire :

$$T_{Lorentz}^* - T = \frac{A}{T} + D$$

Pour la courbe inférieure il a supposé empiriquement

$$A = 0,010^\circ K \quad \text{et} \quad D = 0$$

Pour la courbe supérieure il a supposé que A prend la valeur théorique de $0,0043^\circ K$ [26] et que $D = 0,020^\circ K$.

Si on ne peut savoir actuellement laquelle des deux courbes représente le mieux le vrai comportement de ce sel, il convient de signaler qu'une même série de mesures, interprétées à l'aide soit d'une courbe soit de l'autre, conduirait à des valeurs de la chaleur spécifique qui s'accorderaient à 0,5 % près, jusqu'à la plus basse température.

Par contre ces résultats diffèrent jusqu'à des valeurs de $0,01^\circ K$ en température et jusqu'à 3 % en chaleur spécifique de ceux que l'on obtiendrait en se servant directement des mesures de Cooke et al.

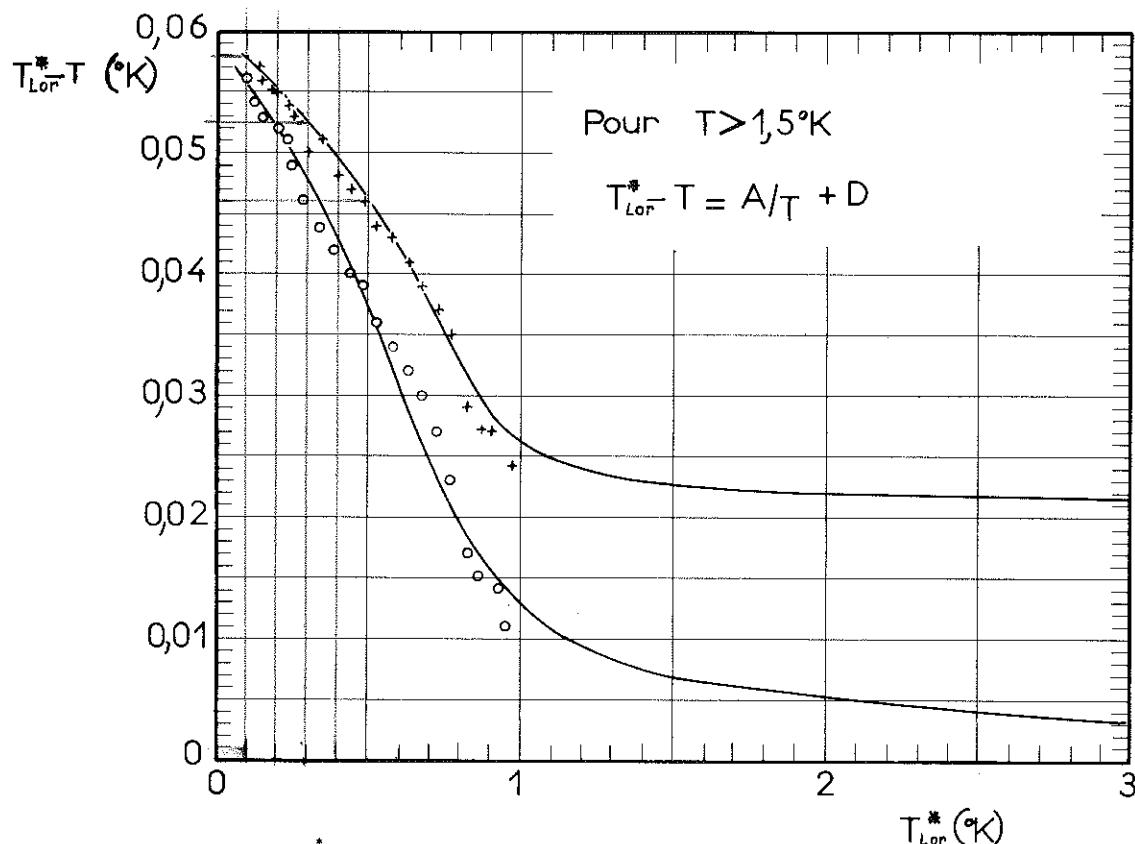


Figure 9 - Relation entre T_{Lor}^* et T pour $Fe(NH_4)(SO_4)_2 \cdot 12 H_2O$.
Les deux courbes, chacune avec ses points expérimentaux, sont basées sur deux interprétations légèrement différentes des mesures de Cooke et al (voir au verso).

V-2.3 - Calcul de la constante de Curie de l'Alun de Fer-Ammonium

Le moment m_J du dipole associé à J est donné par :

$$m_J = -g\beta\sqrt{J(J+1)}$$

où β est le magnéton de Bohr et g le facteur de Landé

$$\beta = 9,273 \cdot 10^{-21} \text{ erg. gauss}^{-1}$$

$$g = \frac{3J(J+1) + S(S+1) - L(L+1)}{2J(J+1)}$$

Pour un système ne comportant que des spins ($L = 0$) $g = 2$. On peut écrire pour le nombre quantique M , $(2J+1)$ valeurs allant de $-M$ à $+M$. Pour une certaine orientation de l'assemblée de dipôles, l'énergie dans un champ H est donnée par une expression de la forme :

$$U_M = Mg\beta H - \frac{1}{2}\alpha H^2$$

La projection du moment sur la direction du champ H est :

$$m_H = -Mg\beta$$

Si le système magnétique est en équilibre thermique avec le réseau cristallin la distribution des atomes entre les différentes valeurs de M se fait suivant la statistique de Maxwell-Boltzmann.

La probabilité pour qu'un atome ou un ion soit dans l'état M est proportionnelle à :

$$\exp\left(-\frac{U_M}{kT}\right).$$

Le moment du dipole par unité de volume est, si N est le nombre d'atomes par unité de volume

$$m_v = \frac{N \sum_M m_H \exp \left(- \frac{U_M}{kT} \right)}{\sum_M \exp \left(- \frac{U_M}{kT} \right)}$$

$$m_v = \frac{N \sum_M - Mg \beta \exp \left(- \frac{Mg \beta H}{kT} \right)}{\sum_M \exp \left(- \frac{Mg \beta H}{kT} \right)}$$

Posons $x = \frac{g \beta H}{kT}$ et développons pour $x \ll 1$

$$m_v = \frac{Ng \beta \sum_M (-M - M^2 x)}{\sum_M (1 - Mx)}$$

La sommation sur M de $\sum (-M)$ donne zéro car M varie de $-J$ à $+J$.

La somme des carrés des M premiers entiers est $\frac{M(M+1)(2M+1)}{6}$

$$\sum_M (-M^2 x) = 2 \sum_J (-J^2 x) = \frac{2J(J+1)(2J+1)}{6}$$

$$\sum_M (1 - Mx) = 2J + 1$$

$$m_v = \frac{Ng \beta x J(J+1)}{3} = \frac{Ng^2 \beta^2 H J(J+1)}{3 kT}$$

La susceptibilité par unité de volume est donnée par :

$$\chi_v = \frac{Ng^2 \beta^2 J(J+1)}{3 kT}$$

et

$$C_v = \frac{Ng^2 \beta^2 J(J+1)}{3 k}$$

Cas de l'alun de fer-ammonium.

Densité = 1,71 en g cm⁻³.

Masse moléculaire 482

$$N = \frac{6,023 \cdot 10^{23} \times 1,71}{482} \quad g = 2 \quad J_{(fer)} = \frac{5}{2}$$

$$\beta = 9,273 \cdot 10^{-21} \text{ ergs. gauss}^{-1}$$

$$k = 1,38 \cdot 10^{-16} \text{ ergs. deg}^{-1}$$

$$C_v = \frac{6,023 \times 1,71 \times 4 \times (9,273)^2 \times 10^{-42} \times 35}{482 \times 3 \times 1,38 \times 10^{-16} \times 4}$$

$$C_v = 1,553 \cdot 10^{-2} \text{ u. é. m.}$$

V-3 - METHODE EXPERIMENTALE

V-3.1 - Le pont de mesure de l'inductance mutuelle.

V-3.1.1 - Principe.

On compare l'inductance mutuelle inconnue à une inductance mutuelle connue et variable. Le montage le plus simple est celui représenté figure 10 qui est dû à Félici. Les deux primaires de chaque mutuelle sont alimentés en série tandis que les secondaires sont reliés à un indicateur de courant. Si l'une des inductances est réglable, l'autre est donnée par la relation :

$$M_1 = - M_2$$

lorsque la tension lue sur le détecteur est nulle, c'est-à-dire lorsque le courant secondaire est nul.

En général cette méthode ne permet pas de réaliser un bon équilibre du pont. Cela provient :

- 1/ des pertes d'énergie dues aux courants de Foucault dans les masses métalliques.
- 2/ des courants de fuite entre primaire et secondaire dus à la conductance des capacités résiduelles des enroulements, ainsi que des capacités mutuelles entre les conducteurs. Hartshorn [28] a montré que pratiquement le schéma réel représentant deux enroulements était celui de la figure 11. Il en découle, que dans le cas où les impédances capacitives sont du même ordre de

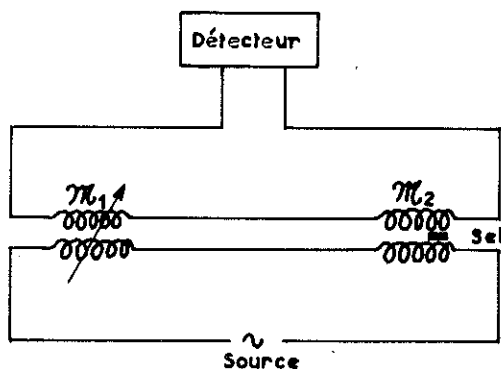


Figure 10 - Montage Félici.

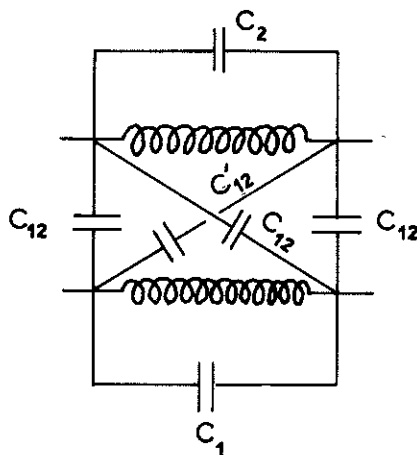


Figure 11

grandeur que les impédances résistives, les mesures n'ont plus aucun sens. Il faut donc retenir en particulier que la résistance du bobinage primaire doit être faible.

La force électromotrice induite $\bar{e}'$ dans le secondaire par le courant primaire i n'est donc pas, d'après ce que nous venons de voir, exactement en quadrature avec ce courant et au lieu d'écrire

$$\bar{e}' = j \omega M i$$

il y a lieu de lui donner la forme :

$$\bar{e}' = -j \omega M i - \sigma i$$

et donc de considérer l'opération complexe $(j \omega M + \sigma)$ au lieu de $j \omega M$.

V-3.1.2 - Réalisation.

Afin de réduire les pertes il convient donc d'opérer à la fréquence la plus basse possible et de prendre un point commun entre les deux enroulements d'inductance mutuelle. On voit sur la figure 11 qu'en procédant de cette façon on diminue les capacités parasites des enroulements.

Afin de corriger le déphasage introduit par les pertes on admet dans le secondaire, par l'intermédiaire d'une résistance r une tension en phase avec le courant primaire. On aboutit ainsi au montage classique dit de Hartshorn (figure 12). Lorsque le courant dans le circuit du détecteur est nul l'équation de Kirshhoff s'écrit :

$$(\sigma_1 + j \omega M_1) i \pm r i \pm (\sigma_2 + j \omega M_2) i = 0$$

Pour une disposition convenable des enroulements il résulte que :

$$M_2 = M_1$$

$$\sigma_2 = \sigma_1 \pm r.$$

Comme les pertes diélectriques de la mutuelle variable étalonnée sont faibles on peut écrire :

$$\sigma_2 = \pm r$$

Pour avoir une bonne sensibilité il faut pouvoir faire varier M et r de quantités aussi petites que possible. C'est pourquoi on remplace la résistance r par une résistance triangle. Dans ces conditions il vient :

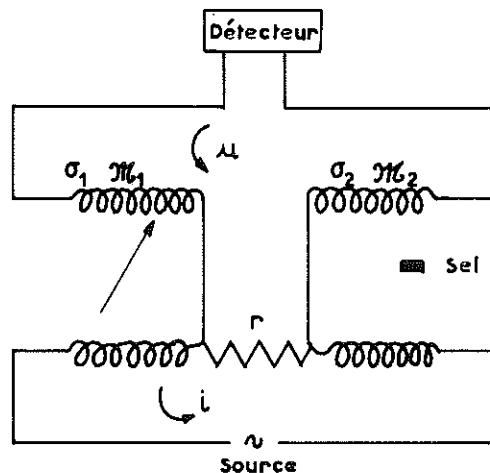


Figure 12

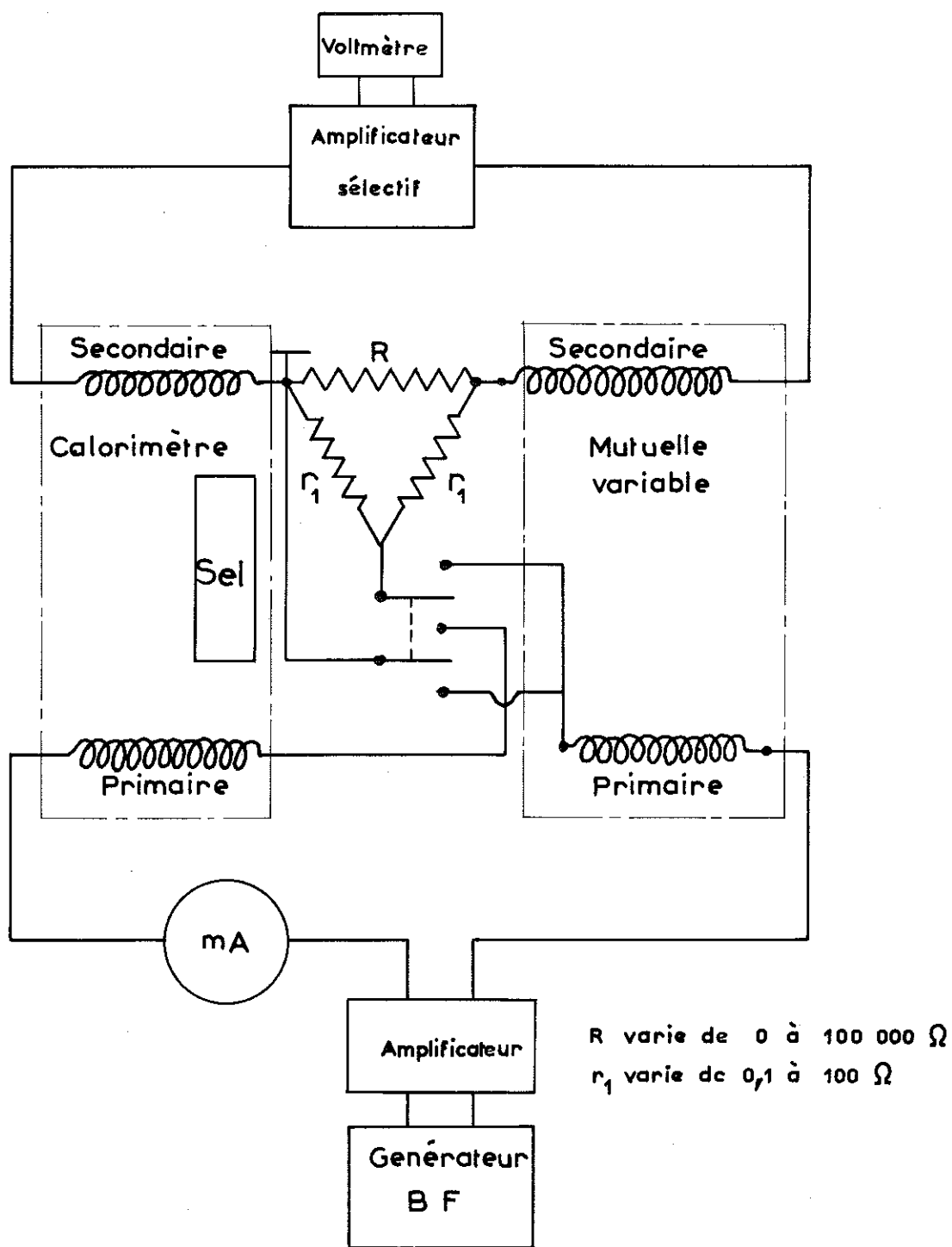


Figure 13 - Schéma d'un pont de mesure d'inductance mutuelle.

$$\sigma_2 = \pm r \pm \frac{r_1 r_2}{R + r_1 + r_2}$$

En prenant r_1 et r_2 fixes (de l'ordre de 10Ω) et R très grand (de l'ordre de $10^5 \Omega$) une variation de 1 sur R entraînera une variation de résistance Δr de l'ordre de :

$$\sim \frac{r^2 \Delta r}{R^2} \quad \text{c'est-à-dire de } 10^{-8} \Omega .$$

Le schéma définitif du pont est celui porté figure 13.

V-3.2 - La bobine de mutuelle (voir figure 14).

Caractéristiques de l'enroulement primaire :

1/ Résistance faible. Ceci permet :

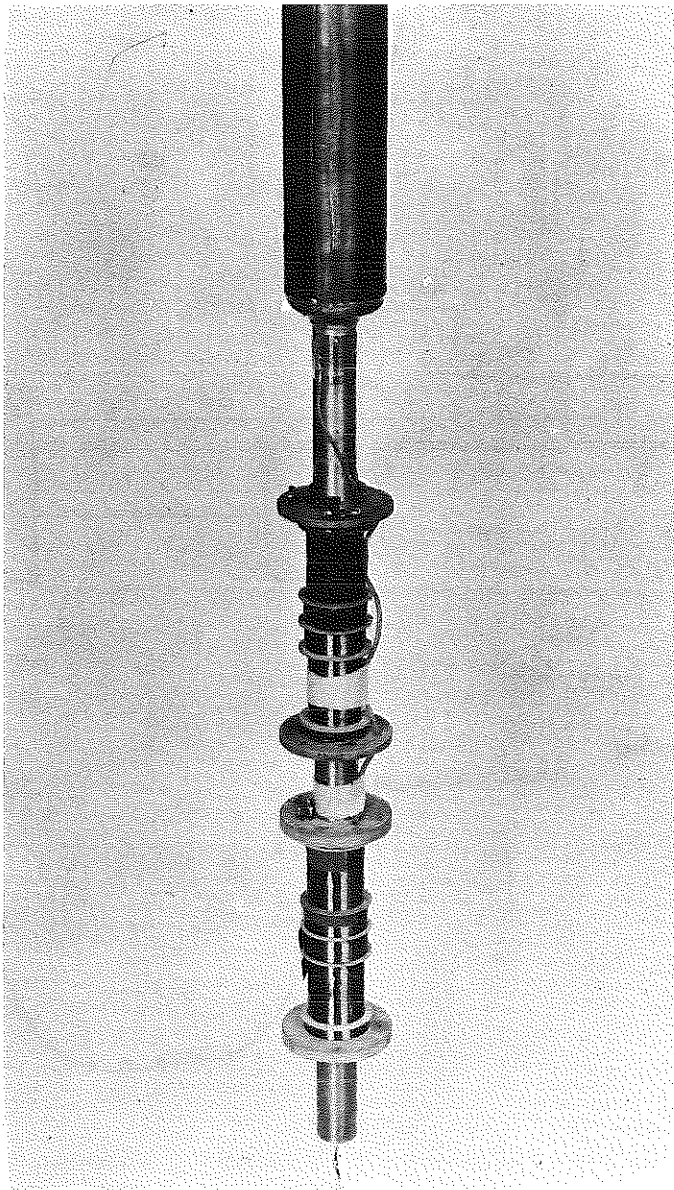


Figure 14 - Les bobines de mesure d'aimantation
 en haut : aimantation des échantillons,
 en dessous : aimantation du sel paramagnétique pour l'étalonnage en température ; primaire et secondaire sont concentriques.

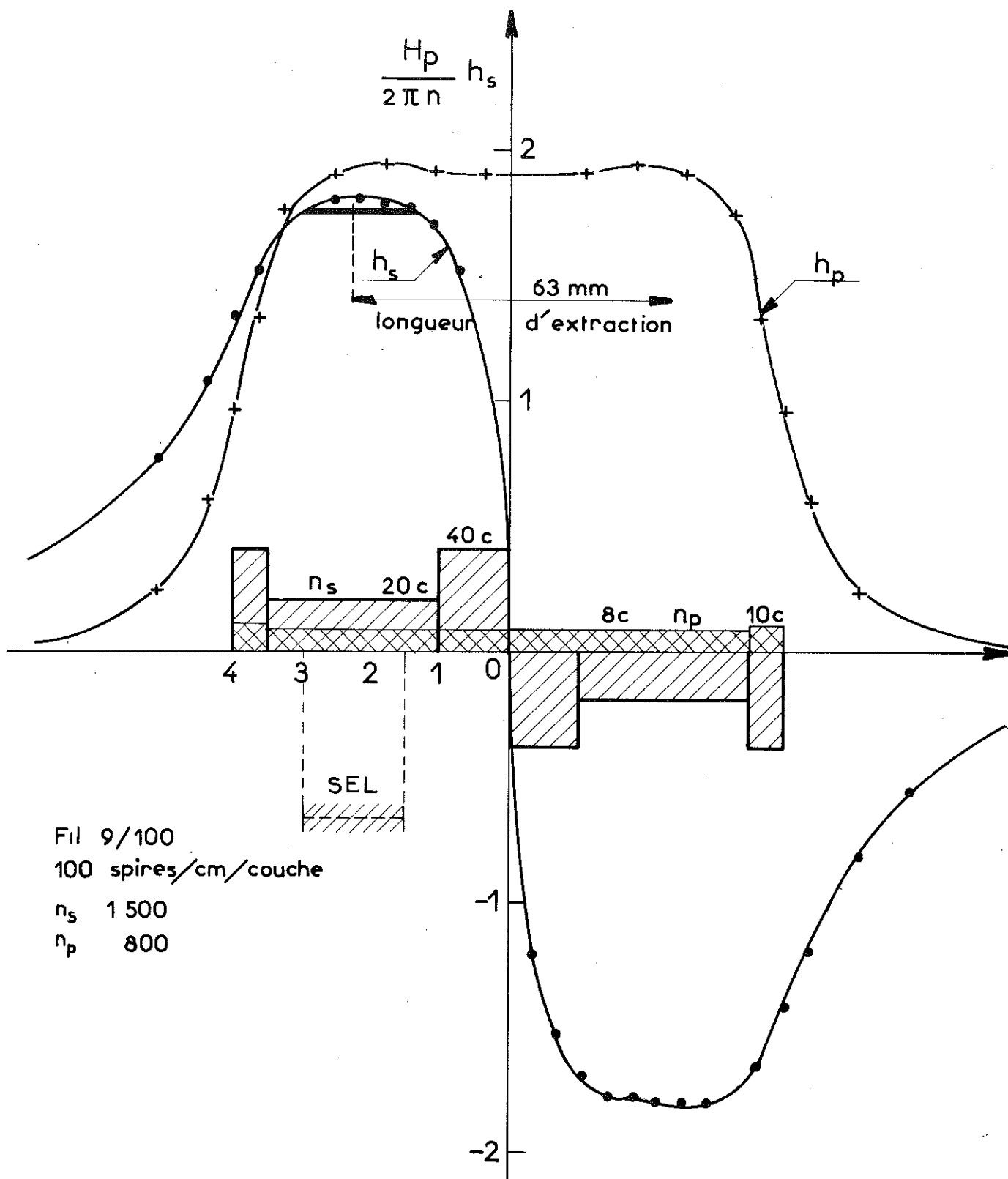


Figure 15 - Bobine mutuelle.

- un dégagement de chaleur faible dans le bain d'hélium puisque seul cet enroulement à l'équilibre est traversé par un courant.

- de diminuer les courants de fuite dus à la conductance des capacités parasites (voir § 5-3.1.1).

2/ Champ constant le long de l'axe (figure 15). Ceci permet :

- de faire une correction de température due au champ démagnétisant du sel (§ V-4).

- d'obtenir étant donné l'allure du champ du bobinage secondaire une mutuelle à vide (c'est-à-dire à haute température lorsque la contribution due au sel est négligeable) voisine de zéro.

Caractéristiques de l'enroulement secondaire.

1/ La variation du champ créé par un courant unité est celle représentée sur la figure 15. Ceci permet :

- d'avoir une mutuelle à vide voisine de zéro.

- de ne pas capter de tensions parasites dues à une variation d'un champ extérieur uniforme.

- d'avoir un champ constant (au niveau du sel). Cet avantage facilite le positionnement du sel à l'intérieur de la bobine de mutuelle et de plus un faible déplacement du sel par rapport à la bobine n'entraîne qu'une très faible variation de la mutuelle.

Les différentes caractéristiques (n_p , n_s , V , § V-2.1) de l'ensemble bobine sel doivent être calculées pour obtenir une variation de mutuelle maximum dans la gamme de température étudiée, mais cependant comprise entre les valeurs extrêmes possibles de la mutuelle étalon utilisée. (-11 000 μH , +11 000 μH si on utilise une mutuelle TINSLEY).

Comme nous l'avons vu précédemment le bobinage secondaire est rigoureusement identique au bobinage d'aimantation. Ceci pour des raisons pratiques. Comme celui-ci les deux bobinages sont réalisés en fil de cuivre émaillé de 0,07 mm. Pour la réalisation de ces bobinages il est conseillé :

- d'utiliser un mandrin en araldite ou autre matière isolante afin de diminuer les pertes par courant de Foucault.

- d'espacer à l'aide d'un mandrin isolant les deux bobinages primaire et secondaire ; ceci afin de diminuer les capacités parasites du type C_{12} (voir figure 11).

- d'introduire entre chaque couche de fil une feuille de papier afin de diminuer les capacités du type C_1 (voir figure 11).

V-3.3 - Mesure de l'inductance mutuelle.

Le courant circulant dans le bobinage primaire ne doit pas être trop important afin d'éviter que le champ créé par ce courant ne provoque un échauffement du sel qui conduirait à une température apparente trop élevée. Nos mesures ont été faites avec des courants d'environ 10 mA, ce qui correspondait à des champs d'environ 10 oe. Cette valeur du courant nous permettait d'avoir une bonne sensibilité pour l'équilibrage du pont avec le montage utilisé. Comme nous l'avons vu précédemment, la fréquence du courant doit être la plus faible possible afin de réduire les pertes. Dans notre cas particulier nous étions limités en basse fréquence par le type du détecteur utilisé (fréquence minimale 30 Hz). D'autre part il faut éviter de fonctionner sur des fréquences susceptibles d'être perturbées par des parasites (harmonique du réseau). On cherche donc avec le détecteur quelle est la fréquence la plus basse pour laquelle le bruit de fond est minimum. On accorde ensuite le générateur sur cette fréquence. La fréquence utilisée était en général comprise entre 60 et 70 Hz.

V-3.4 - Mesure expérimentale du déphasage.

Dans notre expérience le déphasage est dû premièrement aux tubes d'inox de la chaussette du double bain d'hélium qui passent à l'intérieur de la bobine de mutuelle et deuxièmement aux tubes de laiton du vase à la température de l'azote liquide. Nous donnons dans le tableau ci-dessous les différentes valeurs obtenues au cours d'un étalonnage de la mutuelle M , et de la résistance r

où $r = \frac{r_1 r_2}{R + r_1 + r_2}$ avec $r_1 = r_2 = 100 \Omega$ (§ V-3.1.2).

M μ H	R Ω .	r Ω .
5792,5	11.880	0,8278
5663,4	11.810	0,8326
5247	11.550	0,8510
4949	11.380	0,8635
4591	11.180	0,8787
4408	11.090	0,8857

Sur la figure 16 nous avons porté M en fonction de r. On constate sur cette figure que la droite obtenue ne passe pas par l'origine. Ceci est dû :

- 1/ au fait que la mutuelle à vide n'est pas rigoureusement nulle.
- 2/ aux capacités parasites.

Le déphasage dû aux courants de Foucault est tel que

$$\operatorname{tg} \varphi = \frac{\Delta r}{\Delta M \cdot \omega}$$

Pour $f = 72$, $\omega = 2 \pi f = 450$ et $\operatorname{tg} \varphi \sim 0,1$.

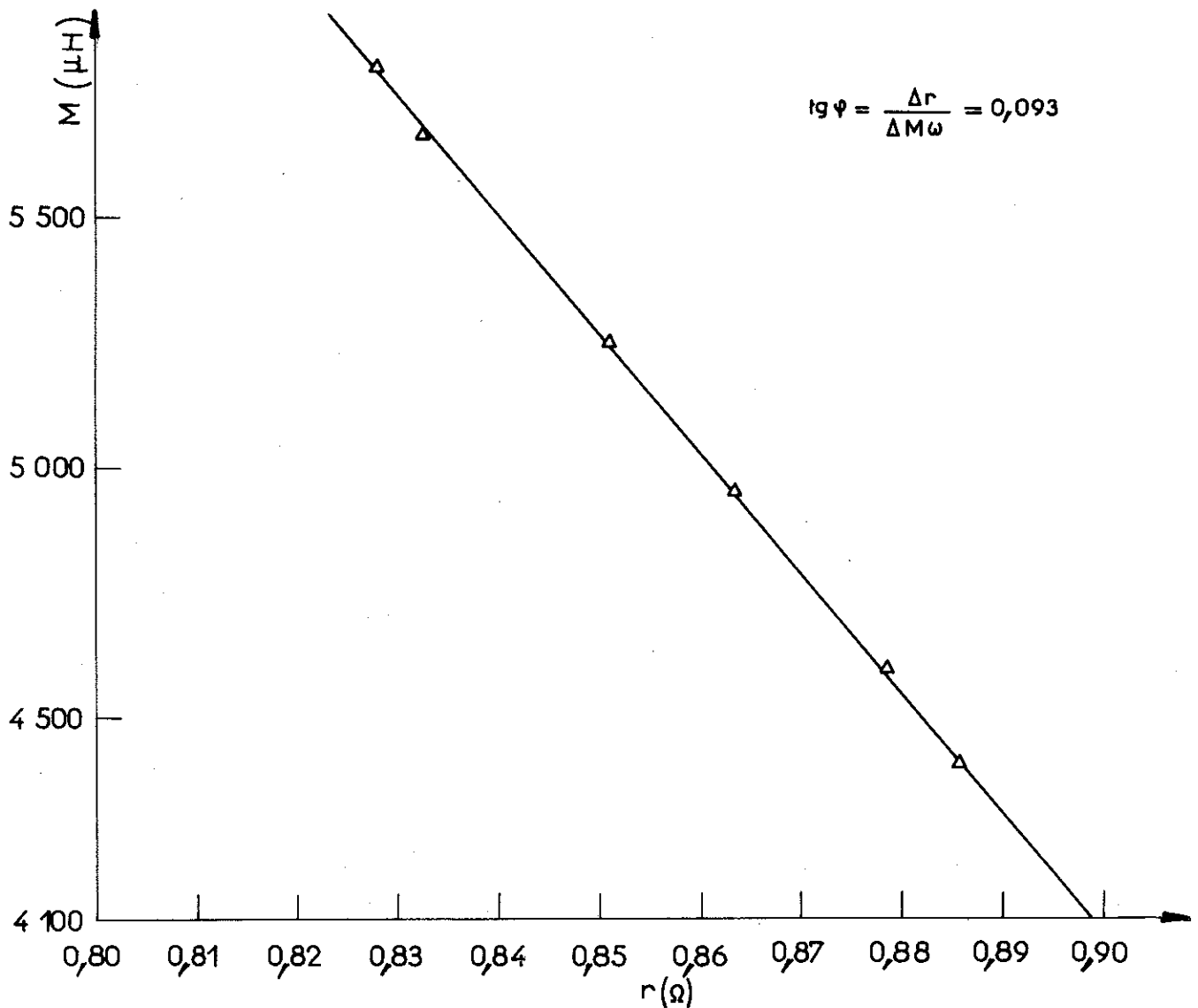


Figure 16 - Variation du déphasage en fonction de la température.

On peut montrer simplement que le déphasage introduit par un tube est de la forme :

$$\operatorname{tg} \varphi \sim \frac{2\pi D e \omega}{\rho}$$

D diamètre du tube en cm ;

e épaisseur du tube en cm ;

ω pulsation ;

ρ résistivité en u.é.m c.g.s.

Dans notre cas particulier nous avons deux tubes d'inox d'environ 20 mm de diamètre et 0,5 mm d'épaisseur. La résistivité de l'inox à 4,2° K étant de l'ordre de $50 \cdot 10^{-6} \Omega \text{ cm}$ soit $5 \cdot 10^4$ u.é.m, ces tubes introduisent un déphasage tel que :

$$\operatorname{tg} \varphi \sim \frac{2 \times 3,14 \times 450 \times 2 \times 10^{-1}}{5 \cdot 10^4} = 1,13 \cdot 10^{-2}$$

$$\varphi \sim 10^{-2} \text{ rad.}$$

La comparaison de ce résultat avec la mesure précédente indique que les pertes par courant de Foucault sont dues principalement aux tubes laiton à la température de l'azote liquide, extérieurs à la bobine.

Quoiqu'il en soit la figure 16 montre que dans toute la gamme de température explorée M varie linéairement avec r, donc que le déphasage $\operatorname{tg} \varphi = \Delta r / \Delta M \omega$ est constant et que par conséquent il n'introduit aucune erreur dans la mesure de la température.

V-4 - ETALONNAGE

Nous avons vu précédemment que la variation $\Delta \mathcal{M}$ de mutuelle due à la variation de susceptibilité du sel était de la forme :

$$\Delta \mathcal{M} = A \chi$$

Comme par définition $\chi = \frac{C}{T^*}$ la relation entre la mutuelle $\mathcal{M}$ et la température T^* est de la forme

$$\mathcal{M} - \mathcal{M}_0 = \frac{A}{T^*} \quad \text{ou encore} \quad \boxed{T^* = \frac{A}{\mathcal{M} - \mathcal{M}_0}} \quad (\text{V.4.1})$$

Nous avons vu aussi que la température magnétique T^* ainsi définie était de la forme :

$$T^* = T - \Delta + \delta(T) \quad (\text{V.4.2})$$

ou T température absolue ;

Δ correction de forme ;

δT correction due à l'écart à la loi de Curie du sel utilisé (figure 9).

Calcul de la correction Δ .

Nous utilisons comme sel paramagnétique l'alun de fer-ammonium $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$ dont la densité est 1,71 et dont la constante de Curie vaut $1,55 \cdot 10^{-2}$ CGS (§ V-2.3). Notre sel a la forme d'un cylindre de diamètre 9 mm et de hauteur 20 mm. On peut pour calculer le champ démagnétisant l'assimiler à l'ellipsoïde inscrit ce qui nous donne pour $N = 0,15 \times 4 \pi$

$$\Delta = \left(\frac{4\pi}{3} - N \right) C = 0,034^\circ \text{ K.}$$

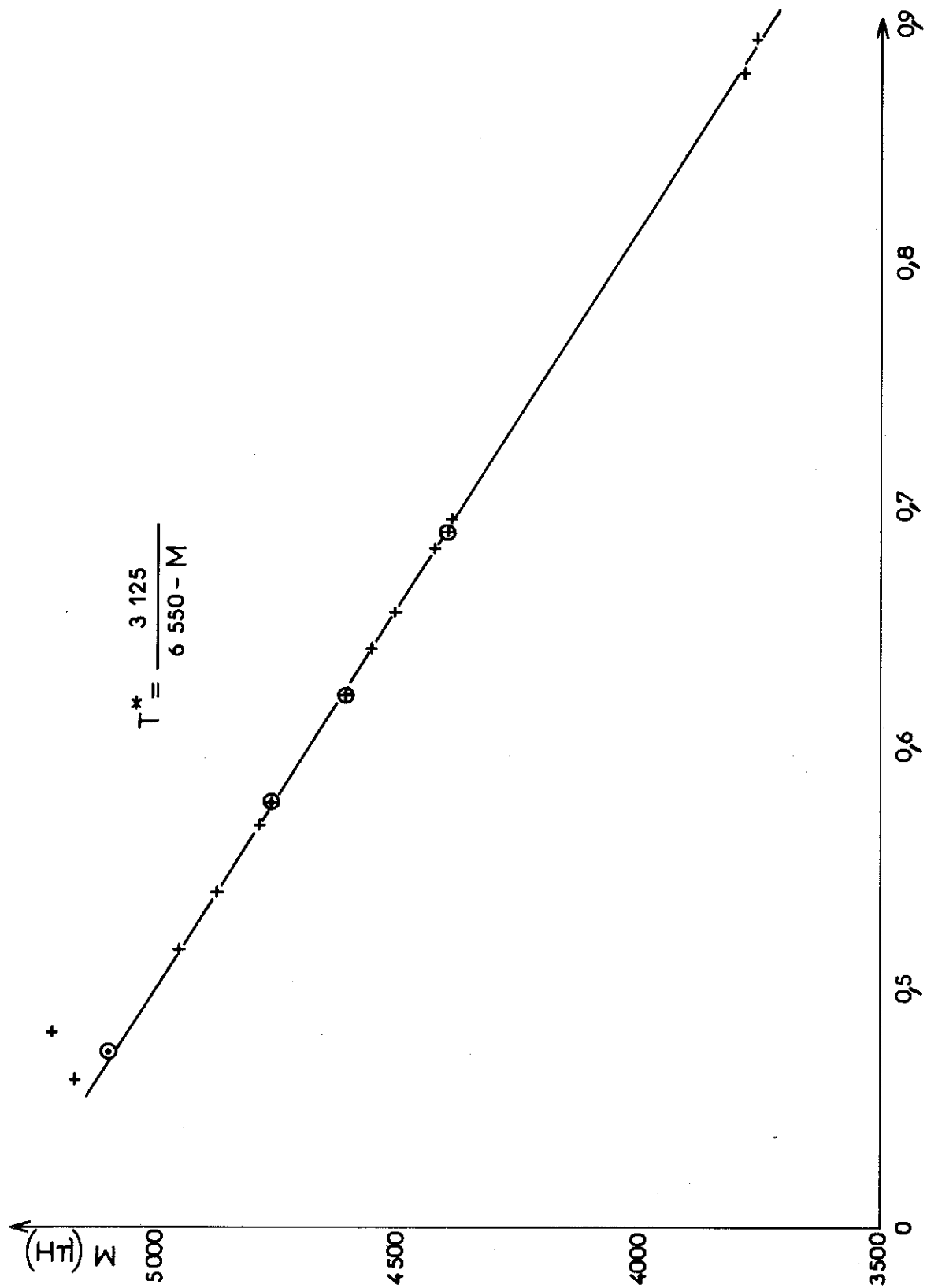


Figure 17 - Courbe d'étalonnage.

L'étalonnage consiste à déterminer les constantes A et $\mathfrak{N}_0$ de la formule (V-4.1). On dispose comme thermomètre primaire de la tension de vapeur de l'hélium bouillant [29].

Pour pouvoir tracer la courbe de variation de la mutuelle en fonction de la température (figure 17) on fait une dizaine de points d'étalonnage. Pour cela on stabilise le bain à une température T, et une fois l'équilibre établi, on mesure la valeur de la mutuelle $\mathfrak{N}$ et la pression au-dessus du bain qui nous fournit la température absolue T. On en déduit T* à l'aide de (V.4.2) et on calcule $\frac{1}{T^*}$ (voir tableau ci-après).

T	T*	1/T*	$\mathfrak{N}$
1,762	1,7335	0,5769	4762
1,477	1,4495	0,6899	4397
2,195	2,1660	0,4617	5170
1,9418	1,9389	0,5157	4961
1,7903	1,7618	0,5676	4788
1,7628	1,7343	0,5766	4760
1,5878	1,5598	0,6411	4554
1,5521	1,5246	0,6559	4505
1,4655	1,4385	0,6952	4391
1,1429	1,1189	0,8937	3755
2,1465	2,1175	0,4723	5100
1,6383	1,6103	0,6210	4605
1,4929	1,4659	0,6822	4425
1,4750	1,448	0,6900	4390
1,160	1,136	0,8803	3782

$$T^* = T - \Delta + \delta(T)$$

$$\Delta = 0,034$$

Au-dessus du point λ l'équilibre entre la température du bain et celle du sel n'est pas instantané et de plus la mesure exacte de cette température nécessite un bulbe afin de faire une correction de pression hydrostatique.

Pour se dispenser de ces corrections et pour éliminer les sources d'erreur dans cette gamme de température on ne fait l'étalonnage qu'au-dessous du point λ c'est-à-dire entre 1,2° K et 2,2° K.

V-4.1 - Précision de l'étalonnage.

V-4.1.1 - Causes d'erreur.

Nous allons énumérer les différentes causes d'erreur qui peuvent influencer sur la précision de l'étalonnage. Notons bien cependant que ces erreurs se traduisent finalement sur la détermination de la température au-dessous de 1,2° K par une erreur systématique.

1/ Erreur sur Δ : nous avons calculé précédemment (V-4) la correction Δ pour un sel ayant la forme d'un ellipsoïde inscrit dans le cylindre réel. D'où une première erreur sur Δ .

2/ Erreur sur $\delta(T)$: l'erreur sur ce coefficient peut être assez importante mais, sans grande conséquence sur la détermination de la température.

En effet, Δ et $\delta(T)$ sont des corrections qui contribuent à améliorer la précision de l'étalonnage et dans la mesure où l'on obtient une variation linéaire de $\mathfrak{N}$ en fonction de $\frac{1}{T^*}$ l'erreur que l'on commet sur la température est pratiquement liée aux erreurs sur A et $\mathfrak{N}_0$ de l'équation (V-4.1).

3/ Erreur sur $\mathfrak{N}$: avec le pont utilisé et compte tenu de la mutuelle étalon utilisée (TINSLEY) la valeur de $\mathfrak{N}$ est connue à $\pm 0,5 \mu\text{H}$.

4/ Erreur sur la température : plusieurs sources d'erreurs peuvent intervenir sur la détermination de la température;

Bon équilibre entre la température du bain et la température du sel. En étalonnant entre 1,2° K et 4,2° K l'erreur due à cet effet est négligeable.

Erreur sur la mesure de la pression : les manomètres utilisés pour déterminer la tension de vapeur sur le bain d'hélium sont constitués par des tubes en U. La hauteur de mercure est donc obtenue par la différence de deux hauteurs.

- Manomètre à mercure

$$P_{\text{mmHg}} = (H - h)$$

$$\Delta P = 2 \Delta H$$

On peut estimer H à 0,05 mm donc $P = 0,1$ mm Hg.

- Manomètre à huile

$$P_{\text{mmHg}} = \frac{(H - h)}{k}$$

avec k : rapport des hauteurs huile mercure à une température donnée.

On a :

$$\Delta P = \frac{2 \Delta H}{k} + \frac{P \Delta k}{k}$$

Pour l'huile utilisée nous avons pour k la valeur 15 avec une précision de $2 \cdot 10^{-3}$.

L'erreur sur P est donc de la forme :

$$\Delta P = \Delta P_1 + \Delta P_2 \quad \text{avec} \quad \Delta P_1 = \frac{2 \Delta H}{k} \quad \text{et} \quad \Delta P_2 = \frac{P \Delta k}{k}$$

Remarquons encore que ΔP_1 est une erreur aléatoire alors que ΔP_2 est une erreur systématique.

Dans le tableau ci-dessous nous donnons à différentes températures l'erreur sur la température due à P.

T °K	P ₁ mmHg	P ₂ mmHg	P	dT/dP	dT	dT/T	(1/T)
2,2	$6 \cdot 10^{-3}$	$80 \cdot 10^{-3}$	$86 \cdot 10^{-3}$	$1,0 \cdot 10^{-2}$	$0,86 \cdot 10^{-3}$	$4 \cdot 10^{-4}$	$1,8 \cdot 10^{-4}$
2,0	$6 \cdot 10^{-3}$	$48 \cdot 10^{-3}$	$54 \cdot 10^{-3}$	$1,4 \cdot 10^{-2}$	$0,75 \cdot 10^{-3}$	$3,7 \cdot 10^{-4}$	$1,8 \cdot 10^{-4}$
1,8	$6 \cdot 10^{-3}$	$25 \cdot 10^{-3}$	$31 \cdot 10^{-3}$	$2,2 \cdot 10^{-2}$	$0,72 \cdot 10^{-3}$	$4 \cdot 10^{-4}$	$2,2 \cdot 10^{-4}$
1,6	$6 \cdot 10^{-3}$	$12 \cdot 10^{-3}$	$18 \cdot 10^{-3}$	$4,1 \cdot 10^{-2}$	$0,74 \cdot 10^{-3}$	$4,6 \cdot 10^{-4}$	$2,8 \cdot 10^{-4}$
1,4	$6 \cdot 10^{-3}$	$4 \cdot 10^{-3}$	$10 \cdot 10^{-3}$	$8,2 \cdot 10^{-2}$	$0,82 \cdot 10^{-3}$	$6 \cdot 10^{-4}$	$4,3 \cdot 10^{-4}$
1,2	$6 \cdot 10^{-3}$	$12 \cdot 10^{-3}$	$7,2 \cdot 10^{-3}$	$22 \cdot 10^{-2}$	$1,5 \cdot 10^{-3}$	$1,2 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-3}$

Cette erreur commise sur la température est la plus importante et la seule qu'on puisse chiffrer. Cependant d'autres erreurs peuvent encore intervenir. Ce sont :

a) *l'erreur due à un mauvais vide du côté du manomètre.* Le vide sur cette branche est de l'ordre de $0,5 \cdot 10^{-2}$ mm de Hg. Ce qui conduit à une erreur sur T de 10^{-3}° K à $1,2^\circ$ K et sur $\frac{1}{T}$ de $0,7 \cdot 10^{-3}$.

b) *l'erreur due à la température des manomètres.* Entre 0° C et 20° C la densité de mercure varie de $4 \cdot 10^{-3}$. Si donc on ne fait pas la correction de température on introduit une erreur systématique de l'ordre de l'erreur de lecture ΔP .

c) *l'erreur due à l'effet thermomoléculaire.* Le tube de prise de pression sur le bain d'hélium est un tube de 0,6 cm de diamètre. Lorsque le libre parcours moyen des molécules de gaz n'est plus négligeable par rapport au diamètre d'un tube le long duquel apparaît un gradient de température, il y a une circulation de gaz le long de la paroi vers l'extrémité chaude et un courant en sens inverse au centre du tube qui entraînent une différence de pression aux extrémités du tube, donnée par la formule de Keesom [30].

$$\frac{\Delta P}{P} = 724,2 \frac{1}{(RP)^2} \left\{ 1 - \left(\frac{T_f}{T_{ch}} \right)^{2,294} \right\}$$

T_f température de l'extrémité froide du tube ;

T_{ch} température de l'extrémité chaude du tube ;

R rayon du tube en cm ;

P pression en CGS.

Nous donnons ci-contre (figure 18) un abaque donnant $\frac{P_f}{P_{ch}}$ en fonction de RP_{ch} .

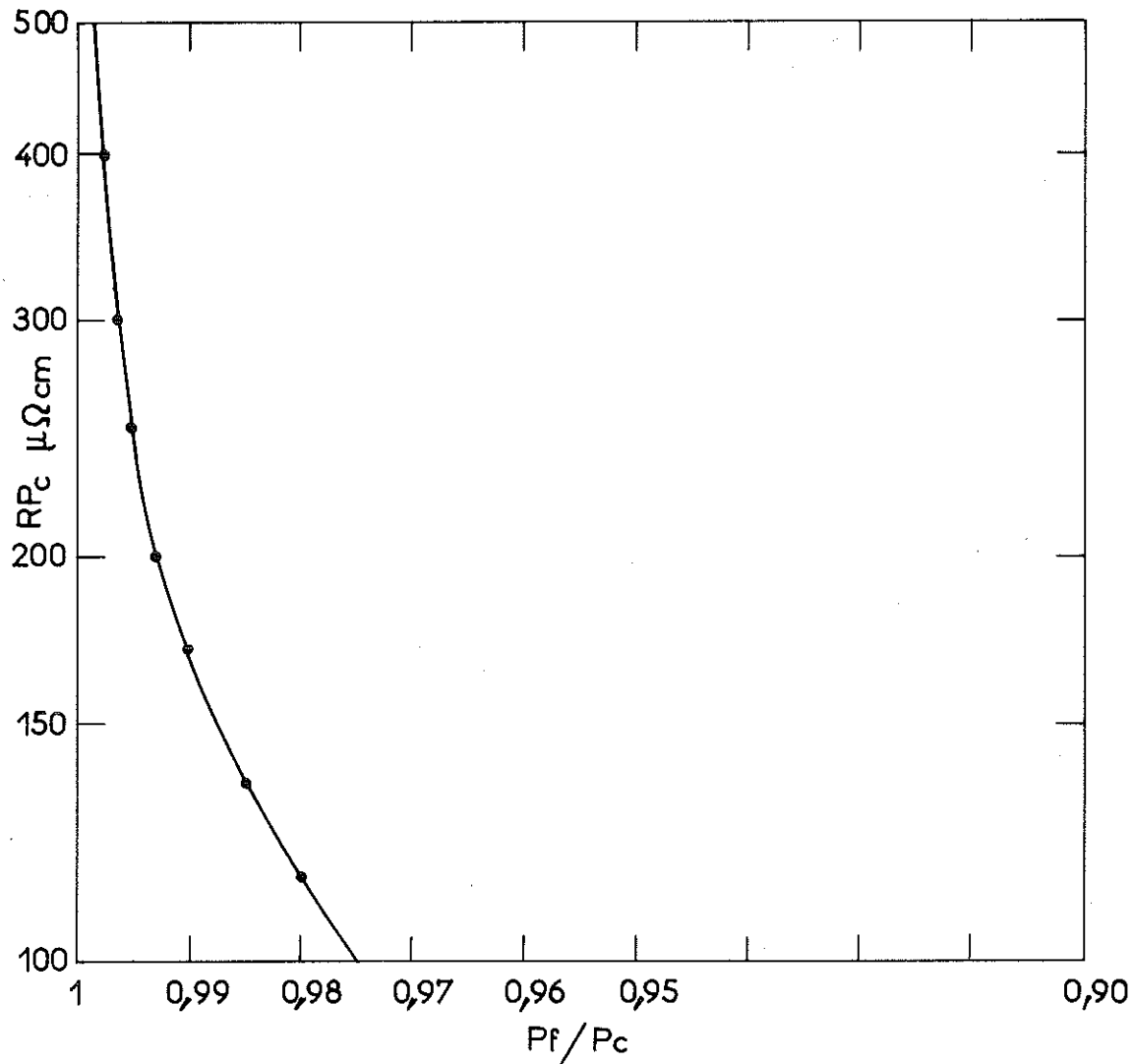


Figure 18 - Effet thermomoléculaire pour He^3 ou He^4 (Equation Weber Schmidt) entre la température ambiante (273,2° K) et la température de l'hélium (2,5 ; 1 ou 0,5° K).

A 1,2° K, pour $R = 0,3 \text{ cm}$ $P_{ch} = 600 \mu$ $R.P_{ch} = 180 (\mu\text{cm})$ $\frac{\Delta P}{P} \sim 10^{-2}$ et $\Delta P \sim 6.10^{-3}$ ce qui conduit à une erreur $\Delta T \sim 1,5.10^{-3}$.

Au-dessus de cette température la correction est négligeable.

V-4.1.2 - Précision de l'étalonnage.

De tout ce que nous venons de dire, il résulte que cette précision est principalement liée aux erreurs sur les coefficients A et π_0 de l'équation d'étalonnage :

$$T^* = \frac{A}{\pi - \pi_0} \quad (\text{V-4.1})$$

Erreur sur A.

On peut écrire :

$$\left| \frac{dA}{A} \right| < \left| \frac{\Delta \left(\frac{1}{T} \right)_{1,4} + \Delta \left(\frac{1}{T} \right)_{2,2}}{\left(\frac{1}{T} \right)_{1,4} - \left(\frac{1}{T} \right)_{2,2}} \right| + \left| \frac{2 \Delta \pi}{\pi - \pi_0} \right|$$

Les indices correspondent aux températures.

$$\frac{dA}{A} < \frac{6 \cdot 10^{-4}}{0,2} + \frac{1}{10^3}$$

$$\boxed{\frac{dA}{A} < 4 \cdot 10^{-3}}$$

Erreur sur π_0 .

On peut écrire :

$$\pi_0 = \pi_{(2)} + A \left(\frac{1}{T} \right)_2$$

$$d\pi_0 = d\pi_2 + dA \left(\frac{1}{T^2} \right) + A d \left(\frac{1}{T} \right)_2$$

$$d\pi_0 = 0,5 + A \{ 4 \cdot 10^{-3} \times 0,5 + 2 \cdot 10^{-4} \}$$

$$A \sim 3000$$

$$|d\pi_0| < 7 \mu H$$

Ces valeurs concordent parfaitement avec la dispersion expérimentale.

V-4.2 - Précision sur la mesure de la température au-dessous de 1,2° K.

Dans cette gamme de température, de la détermination de la mutuelle π nous déduisons la température T^* par l'équation (V-4.1). On en déduit ensuite T par la relation :

$$T = T^* + \Delta - \delta(T)$$

L'erreur totale sur T est la somme des erreurs sur chacun de ces termes:

- Erreur sur Δ . Même en supposant une erreur de 30 % qui correspond au fait qu'en réalité le sel n'est pas ellipsoïdal, celle-ci n'entraîne sur la température qu'une erreur inférieure à 10^{-3} ° K ;
- Erreur sur $\delta(T)$. Les corrections jusqu'à 0,7° K ne sont guère importantes et ne peuvent entraîner sur la température qu'une erreur du même ordre de grandeur que celle due à Δ .
- Notons cependant que les erreurs dues à Δ et $\delta(T)$ sont d'autant plus importantes que la température est plus basse.
- Erreur sur T^* : nous avons

$$\left| \frac{dT^*}{T^*} \right| \leq \left| \frac{dA}{A} \right| + \frac{|d\pi| + |d\pi_0|}{|\pi - \pi_0|}$$

Nous voyons que l'erreur dT^* est, contrairement aux précédentes, d'autant plus importante que la température est plus haute.

Nous allons calculer l'erreur dT^* au voisinage de 1° K.

$$\left| \frac{dT^*}{T^*} \right| < 4 \cdot 10^{-3} + \frac{0,5 + 7}{3500}$$

$$\left| \frac{dT^*}{T^*} \right| < 6 \cdot 10^{-3}$$

A cette température les corrections sur Δ et δ sont négligeables devant celles sur T^* . On peut donc écrire qu'au voisinage de 1° K la température est connue avec une précision inférieure

à 10^{-2} °K et est de l'ordre de $6 \cdot 10^{-3}$ °K. Notons encore que cette erreur est une erreur systématique.

$$T_a = T_M \pm 6 \cdot 10^{-3}$$

T_a température absolue ;

T_M température mesurée.

CHAPITRE VI

LES ÉCHANTILLONS

VI-1 - PREPARATION

VI-1.1 - Introduction.

Nous nous proposons d'étudier le comportement magnétique d'alliages Al-Mg en fonction :

a) de la teneur en Mg

b) des défauts introduits dans les différents échantillons. Comme il est très difficile de déterminer quantitativement les défauts introduits, nous nous sommes bornés à étudier les deux cas extrêmes constitués par des échantillons recuits, c'est-à-dire contenant peu de défauts, et des échantillons laminés, en contenant un très grand nombre.

VI-1.2 - Homogénéisation des échantillons.

Les alliages dont la teneur en Mg est supérieure à 1 % nous ont été fournis par le laboratoire de recherches de PECHINEY. Ils se présentaient sous la forme de barres dont les caractéristiques étaient les suivantes : $L = 10$ cm, $e = 0,5$ cm et $l = 1$ cm.

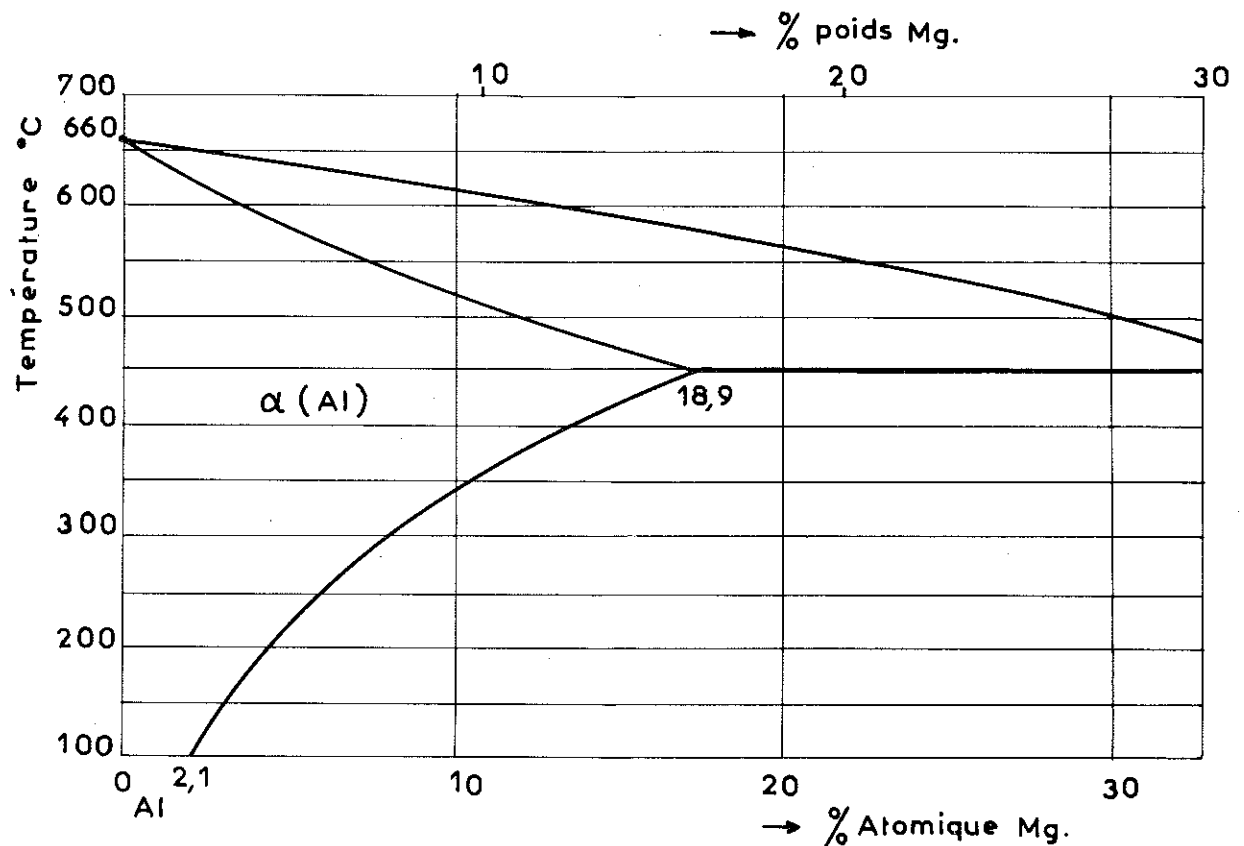


Figure 19 - Diagramme de solubilité du magnésium dans l'aluminium.

Pour obtenir des solutions solides de magnésium dans l'aluminium, il était, compte-tenu du diagramme de solubilité de Al-Mg (figure 19) [31] nécessaire de recuire ces échantillons puis de les tremper. En effet la solubilité du magnésium dans l'aluminium est limitée à l'ambiante à 1,4 % en poids. Les échantillons étaient donc recuits dans un four à ventilation pendant 2 h 30 environ à une température allant de 450° C à 550° C, suivant la teneur en magnésium de l'échantillon considéré. A la fin du recuit les échantillons étaient rapidement retirés à la main du four et étaient immédiatement plongés dans un seau d'eau placé à proximité.

VI-1.3 - Laminage des échantillons.

Les échantillons d'aluminium très pur nous ont été fournis par le laboratoire de métallurgie du CNRS de Vitry.

Des études faites en ce laboratoire avaient montré [32] que l'aluminium très pur de zone fondue après un fort écrouissage se recristallisait en 10 minutes à l'ambiante. Dans ces conditions il était nécessaire d'adapter les techniques habituelles afin qu'au cours des différentes manipulations entre le laminage et la mesure, les échantillons soient maintenus à suffisamment basse température.

Par ailleurs, pour les échantillons chargés en Mg, l'écrouissage produit une élévation notable de la température de l'échantillon et afin de prévenir tout recuit, même partiel, des défauts créés, ceux-ci ont été aussi laminés à basse température.

Pour cela les rouleaux du laminoir sont immergés dans un bac rempli d'azote liquide.

Afin de pouvoir relier nos résultats à ceux obtenus par le laboratoire de Vitry, nous avons conservé le même taux de laminage correspondant à une réduction d'épaisseur de 96 %.

Après laminage, le métal se présente sous la forme d'un ruban d'environ 30 cm de longueur, 1 cm de largeur et environ 0,2 mm d'épaisseur. Les échantillons sont découpés dans ces rubans, placés dans le porte-échantillon, et introduits dans le cryostat.

Toutes ces opérations sont effectuées dans un bain d'azote liquide et le porte-échantillon est conçu de telle manière, qu'il assure le maintien à basse température des échantillons pendant leur mise en place dans le cryostat.

Nous contrôlons l'état d'écrouissage de ces échantillons par (a) des études de microscopie électronique et (b) des mesures de résistivités effectuées sur des spécimens prélevés dans le ruban de métal obtenu après laminage.

Les mesures sur les échantillons à l'état recuit sont faites à partir de ces rubans. Les défauts introduits par laminage sont éliminés par un recuit d'environ 2 h 30 à 450° C.

VI-2 - FORME DES ECHANTILLONS

Le laminage nous fixe l'épaisseur des échantillons qui est d'environ 20/100 de mm.

La bobine d'extraction nous fixe la longueur maximum de ces échantillons qui doit être légèrement inférieure à la longueur des paliers de la courbe H(x) (figure 15) : $L = 20$ mm.

L'encombrement de la partie centrale du vase nous fixe le diamètre du porte-échantillon et par suite la largeur des échantillons: $l = 5$ mm.

Enfin la sensibilité du circuit galvanométrique nous fixe le nombre de plaquettes que nous devons placer dans le porte échantillon. Dans notre cas particulier ce nombre est égal à 3.

VI-3 - PURETE

Les résultats d'analyse, des échantillons, leurs origines, sont portés dans le tableau ci-dessous.

La numérotation des échantillons indiquée dans ce tableau sera celle que nous conserverons par la suite. Le numéro de l'échantillon sera suivi de l'indice R à l'état recuit, et de l'indice L à l'état laminé.

N°	Nature de l'échantillon	Origines	Impuretés									Observations
			Fe	Si	Cu	Mn	Mg	Zn	Zr	Ti	Cr	
1	Al Zone fondue	Lab. Vitry	-	-	0,08	0,15	0,1	1	/	/	/	
2	Al Raffiné 196	"	3	-	1,9	0,3	3	20	-	-	-	
3	AlMg 1 %	Lab. Pé-chiney	30	10	10	-	1,06	-	-	-	-	
4	AlMg 1,6 %	"	70	50	80	3	1,6	30	-	-	-	Etiré à chaud
5	AlMg 3 %	"	40	20	40	3	3	30	-	-	-	"
6	AlMg 4,3 %	"	130	100	140	5	4,3	30	-	-	-	"
7	AlMg 7,5 %	"	600	600	300	200	7,5	250	500	300	200	Brut de coulée
8	AlMg 9,7 %	"	200	80	80	-	9,7	-	1200	-	-	Etiré à chaud
9	AlMg 11,3 %	"	600	300	500	-	11,3	-	1000	-	1000	"

II - PARTIE RÉSULTATS

A une température donnée T , inférieure à la température critique T_c , le tracé de la courbe d'aimantation (M) en fonction du champ appliqué (H) permet de déterminer :

a) le champ critique (H_c pour les premières espèces, H_{c2} pour les deuxièmes espèces) de l'échantillon à cette température.

b) le flux gelé (μ) que l'on définira par la suite et qui caractérise l'irréversibilité de cette courbe d'aimantation.

Si ensuite nous portons le champ critique (H_c ou H_{c2}) en fonction de la température on verra qu'il est possible de déterminer a) la température critique des différents échantillons et b) leur chaleur spécifique électronique par unité de volume.

Le flux gelé (μ) et la température critique des échantillons, varient avec la concentration en magnésium d'une part et la concentration en défauts d'autre part mais nous ne porterons nos différents résultats qu'en fonction du seul paramètre ρ_0 résistivité résiduelle.

Ceci étant, il nous a semblé naturel de commencer l'exposé de nos résultats, par ceux qui définissent chaque échantillon, c'est-à-dire les résistivités résiduelles et les études de microscopie électronique.

CHAPITRE VII

RÉSISTIVITÉS RÉSIDUELLES

Comme nous l'avons déjà dit une première série de mesure était faite sur les plaquettes d'échantillons laminés sous azote liquide. Pour souder les fils de mesure, il était impossible d'opérer sous azote liquide et si, comme l'expérience l'a montré pour des alliages à forte teneur en magnésium (concentrations supérieures à 1 %) le fait de ramener les échantillons à la température ambiante ne provoque pas de recuits appréciables, il n'en est pas de même pour les aluminiums de très haute pureté. Nos mesures ont donc porté sur les échantillons à forte teneur en magnésium : 5, 6, 7, 8, 9.

Pour ces échantillons, les dimensions des éprouvettes ont été choisies de manière à donner une tension de l'ordre du millivolt, lorsqu'elles sont traversées par un courant de 1 ampère. De telles tensions sont alors facilement détectées à l'aide d'un potentiomètre.

Avec les notations de la figure 20 nous avons alors :

$$R = \frac{V}{I} = \rho_0 \frac{l}{s}$$

s section des plaques en cm^2 ;

ρ_0 résistivité résiduelle (à 4,2° K) $\Omega \text{ cm}^{-1}$.

Nous connaissons V , I , l , il nous faut connaître la section s pour déterminer la résistivité résiduelle ρ_0 . La section de ces plaquettes n'est pas uniforme ; à cela deux raisons :

- d'une part le laminage obtenu est irrégulier et les bandes à la sortie du laminoir présentent un aspect de "tôle ondulée".

- d'autre part ces éprouvettes ont été découpées à l'aide de ciseaux et la largeur de celles-ci est relativement irrégulière.

En conséquence, afin de déterminer une section moyenne de la partie A B (hachurée sur la figure 20) nous avons utilisé deux méthodes :

- a - par mesure tous les 5 mm, de la largeur et de l'épaisseur des plaques à l'aide d'un pied à coulisse et d'un palmer. On détermine ainsi $(1/s)$ moy. (figure 20).

- b - par pesée. Nous avons ensuite découpé la partie AB puis nous l'avons pesée. Pour déterminer la densité des différents échantillons, nous avons admis que les alliages Al-Mg étaient des alliages de substitution et que, comme les dimensions des atomes étaient sensiblement les mêmes, si

M_1 est la masse atomique de l'aluminium ;

M_2 la masse atomique du magnésium ;

d_0 la densité de l'aluminium pur ;

c la concentration atomique en Mg.

La densité d , d'un alliage de concentration c , sera alors donnée par :

$$d = d_0 \frac{(100 - c) M_1 + c M_2}{100 M_1}$$

$$d = d_0 \left[1 + \frac{c (M_2 - M_1)}{100 M_1} \right]$$

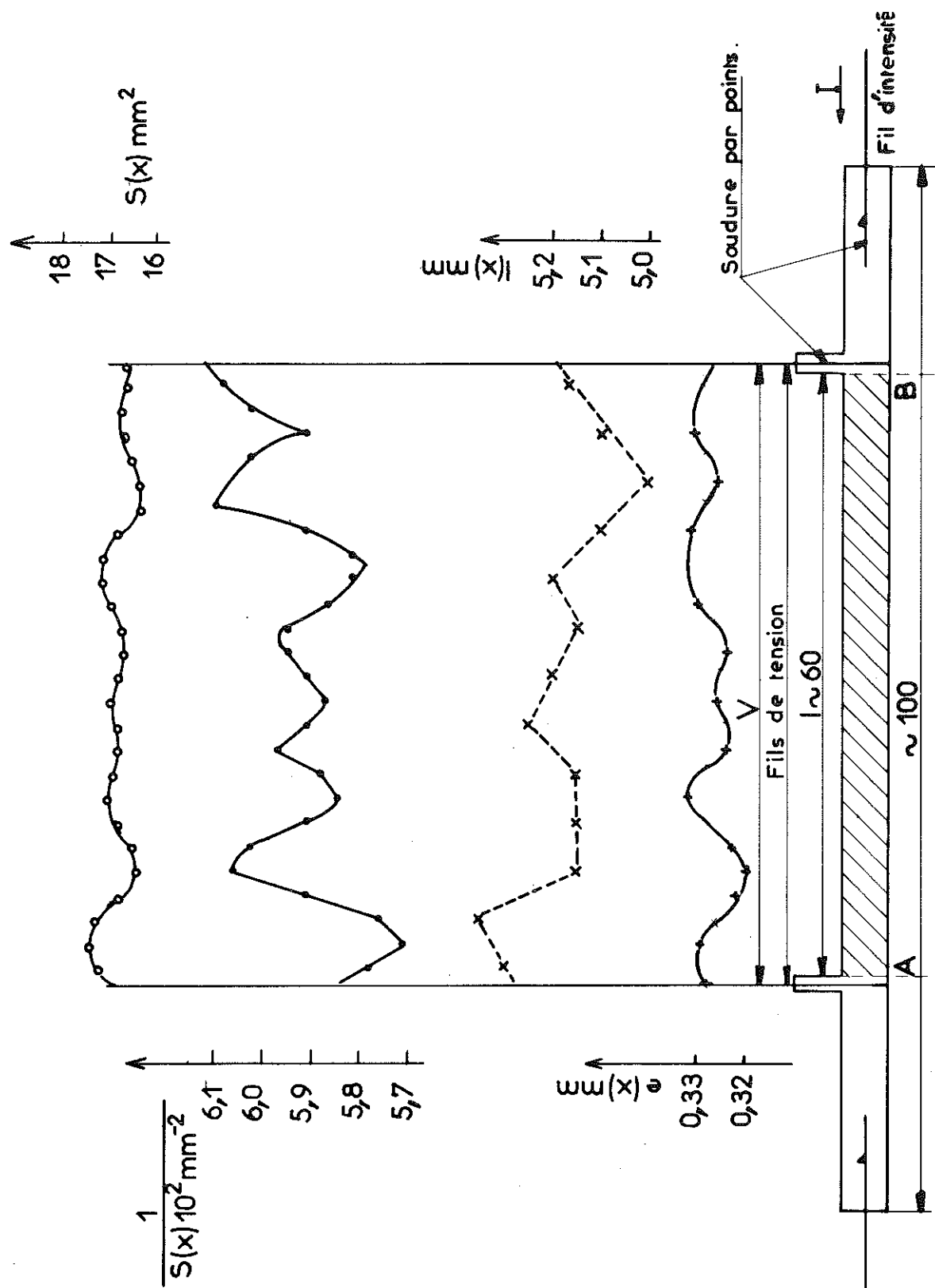


Figure 20 - Echantillon n° 8. Variation de la section de l'éprouvette.

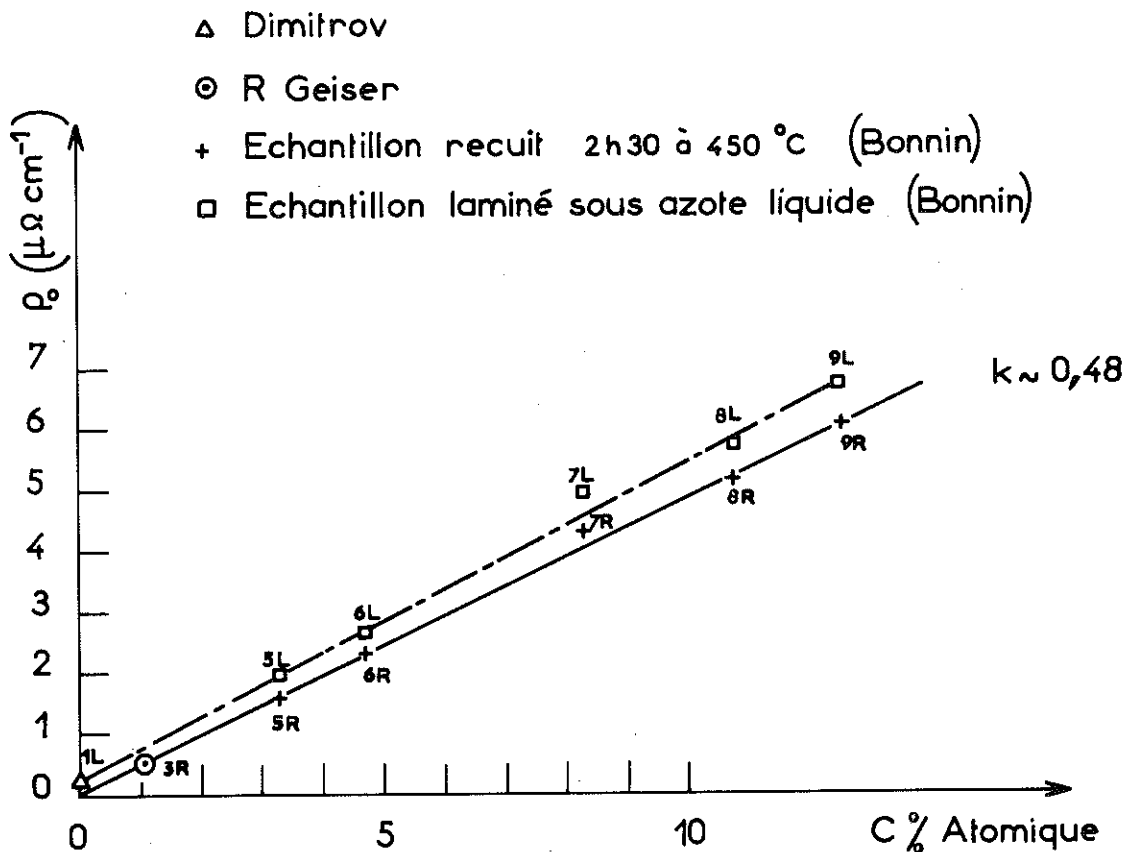


Figure 21 - Variation de la résistivité résiduelle ρ_0 en fonction de la concentration en magnésium.

Les résultats obtenus pour les résistivités par ces deux méthodes concordent à mieux de 2 %.

Ces résultats sont portés dans le tableau suivant et la courbe donnant ρ_0 en fonction de la concentration c est représentée figure 21.

Les valeurs des résistivités des échantillons 1 et 2 ont été mesurées par Dimitrov [32], celle de l'échantillon n° 3 par R. Geiser [33].

Echantillon	1	2	3	5	6	7	8	9
% atomique Mg	-	-	1,06	3,32	4,73	8,32	10,76	12,53
ρ_0 $\mu\Omega \text{ cm.}$ (Etat Recuit)	-	-	0,50	$1,6 \pm 0,05$	$2,3 \pm 0,1$	$4,32 \pm 0,1$	$5,15 \pm 0,1$	$6,03 \pm 0,1$
ρ_0 $\mu\Omega \text{ cm.}$ (Etat laminé)	0,15	-	-	$1,95 \pm 0,05$	$2,6 \pm 0,1$	$4,9 \pm 0,1$	$5,7 \pm 0,1$	$6,7 \pm 0,1$

La précision de ces mesures est d'environ ± 2 %.

On remarque que si nos mesures sont en excellent accord avec celle des auteurs nommés ci-dessus, elles diffèrent par contre notablement de celles données par Lynton et al [34]. Nous reviendrons d'ailleurs sur ce sujet lorsque nous étudierons les variations de la température critique des échantillons en fonction de leur résistivité.

En première approximation on peut admettre que la résistivité résiduelle varie linéairement en fonction de la concentration c suivant une loi

$$\rho_0 = k c$$

avec ρ_0 résistivité résiduelle et

c concentration en % atomique.

De la figure 21 on déduit une valeur de $k = 0,48$. Cette valeur est en excellent accord avec celle donnée par Gerritsen ; valeur qui est de 0,46 [35]. Notons cependant que cette valeur est obtenue à partir de mesures faites à l'ambiante par T. Robinson [35 bis] en supposant vérifiée la loi de Matthiessen. Si l'on admet que celle-ci est valable à 10 % près, l'accord est très satisfaisant. Sur la figure 21 on note cependant que l'échantillon n° 7 possède une résistivité résiduelle anormalement élevée. Ceci peut être attribué soit (a) à une teneur en impuretés, autres que Mg, supérieure aux autres échantillons (en particulier 300 ppm de Titane) soit (b) à une préparation métallurgique différente (brut de coulée).

A partir des résistivités, on peut déterminer le libre parcours moyen l des électrons dans le métal. Pour l'aluminium Faber et al [35 ter] donnent :

$$l \rho_0 = 0,4 \cdot 10^{-11} \quad \Omega \text{ cm}^2$$

CHAPITRE VIII

MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE

Ces travaux ont été effectués avec la collaboration de M. Geneste, responsable du microscope électronique au laboratoire de Basses Températures de Grenoble.

VIII-1 - PREPARATION DES ECHANTILLONS

Différentes techniques sont utilisées pour préparer les échantillons en microscopie électronique :

- Par beating and etching [36] ;
- Par électro-polissage [37, 38] ;
- Par évaporation [39] ;
- Par dépôt électrolytique [40].

La technique par électro-polissage est particulièrement utile pour étudier les dislocations dans les métaux amincis après déformation. Cette technique est différente suivant les métaux étudiés et comme les conditions de polissage sont obtenues après de nombreux tâtonnements, nous exposerons en détail les conditions de préparation relatives aux alliages Al-Mg.

a) Polissage. Dans les bandes obtenues à la sortie du laminoir, nous prélevons des échantillons de 25 mm de long et 9 mm de large. L'épaisseur fixée par le taux d'écrouissage est d'environ de 0,25 mm.

Ces échantillons sont d'abord polis mécaniquement sur les deux faces, à l'aide de papier abrasif au carbure de silicium. On utilise successivement des papiers dont les grains sont de plus en plus fins pour terminer par un disque de feutre recouvert de pâte de diamant.

Les échantillons ainsi préparés sont recouverts avec un vernis de caoutchouc chloré (viscaline) laissant à nu une fenêtre comme il est indiqué figure 22.

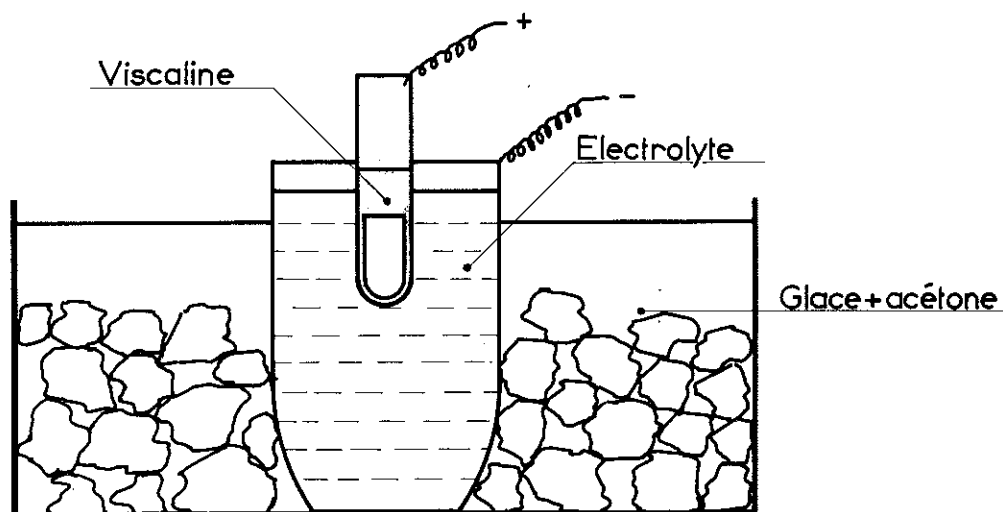


Figure 22

b) Le bain. Le bain de polissage est constitué par un mélange en volume contenant 20 % d'acide perchlorique et 80 % d'alcool éthylique absolu. Celui-ci est contenu dans un creuset métallique de 40 ml qui sert aussi de cathode. Le tout est placé dans un cristalliseur rempli de glace et d'acétone (figure 22).

Afin d'éviter tous risques dus à l'acide perchlorique on procède de la façon suivante :

Le creuset rempli d'alcool étant immergé dans la glace et l'acétone, on verse goutte à goutte l'acide perchlorique. Au cours de l'opération le mélange ne doit pas dépasser une température de l'ordre de 30° C.

On immerge ensuite l'échantillon verticalement dans le bain (figure 22) et on applique à l'aide d'un circuit potentiométrique, entre ce dernier (anode) et le creuset (cathode) une tension de 20 volts.

Après quelques minutes apparaît un trou dans la partie inférieure de la lame (figure 23 a). On sort alors l'échantillon de manière à amener la surface du liquide à 1 ou 2 mm au-dessus de ce trou (figure 23 b). La densité de courant étant plus grande à l'interface air électrolyte, la partie de la lame au niveau de la surface de l'électrolyte est à son tour attaquée (figure 23 c). On répète l'opération au-dessus du trou précédent et on obtient ainsi des particules dont les dimensions sont de l'ordre du mm ou du 1/10e de mm et dont l'épaisseur est de quelques centaines d'angströms ; ces coupes minces, ainsi obtenues, tombent au fond du creuset de platine et sont ensuite lavées à l'eau distillée et à l'alcool éthylique absolu, séchées, et enfin insérées entre deux grilles de 100 mesh, avant d'être introduites dans le microscope.

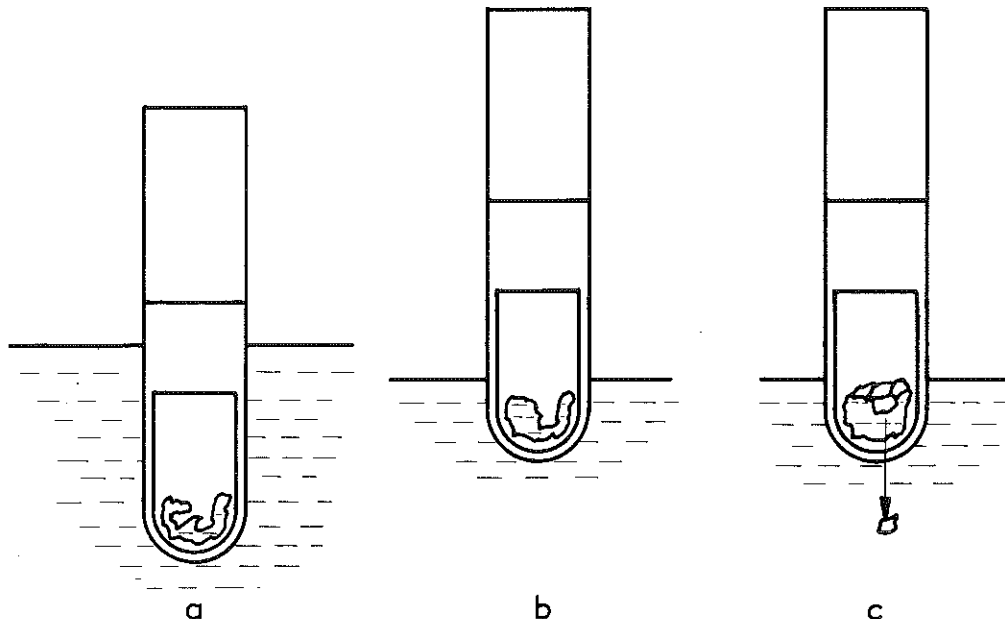


Figure 23

Le microscope utilisé était un microscope O.P.L et les clichés ont été obtenus sous une tension d'accélération de 100 KV.

VIII-2 - RESULTATS

Les échantillons ont été examinés par transmission.

Tout d'abord, signalons qu'une photo de microscopie électronique ne saurait traduire à elle seule l'état de l'ensemble de l'échantillon : sur une préparation par exemple on peut très bien choisir un endroit où le métal est vierge de tous défauts et un autre endroit où il en est plein. Pour s'en rendre compte précisons que le champ d'observation d'un microscope est, pour un grossissement moyen de 80 000 de l'ordre de 10^{-6} mm². Les photos 27 à 32 donnent justement des exemples de cas particuliers observés sur certains échantillons.

Pour toutes les autres photos nous avons choisi parmi les nombreux clichés effectués, ceux qui représentent le mieux l'état moyen de l'ensemble de l'échantillon.

L'examen de ces microscopies montre :

a) que nos échantillons, tant à l'état recuit, qu'à l'état laminé, ne semblent pas contenir de précipités.

b) que sur les échantillons recuits, conformément aux études faites par Thomas [41] la concentration en dislocations, et en particulier en boucles de dislocations, diminue lorsque la teneur en magnésium croît tant au niveau des joints de grains (photos 1, 2, 3, 4) qu'à l'intérieur des grains (photos 5, 6, 7, 8, 9).

c) que sur les échantillons écrouis, la concentration des dislocations est très importante, et que cette concentration ne varie guère entre un alliage dilué et un alliage chargé en magnésium (photos 21, 22, 23, 24, 25, 26).

d) sur tous les échantillons étudiés (n° 4, 5, 6, 7, 8, 9) en microscopie électronique, nous avons constaté sur les alliages recuits, la présence de dislocations de forme hélicoïdale d'ailleurs plus ou moins résolues en boucles de dislocations. Thomas [41] avait observé ce phénomène sur les alliages Al-Cu mais pas sur les alliages Al-Mg.

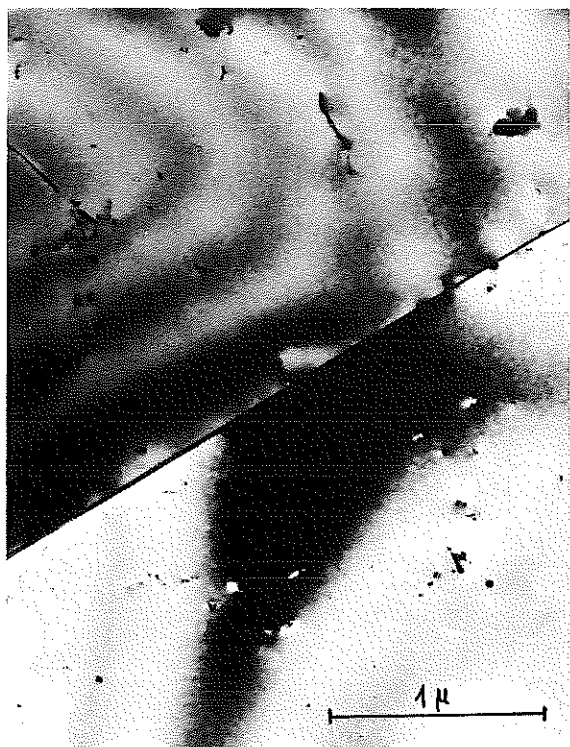


Photo 1 - Echantillon n°4R (1,6 % Mg). Recuit 450° C. Trempé à l'eau.

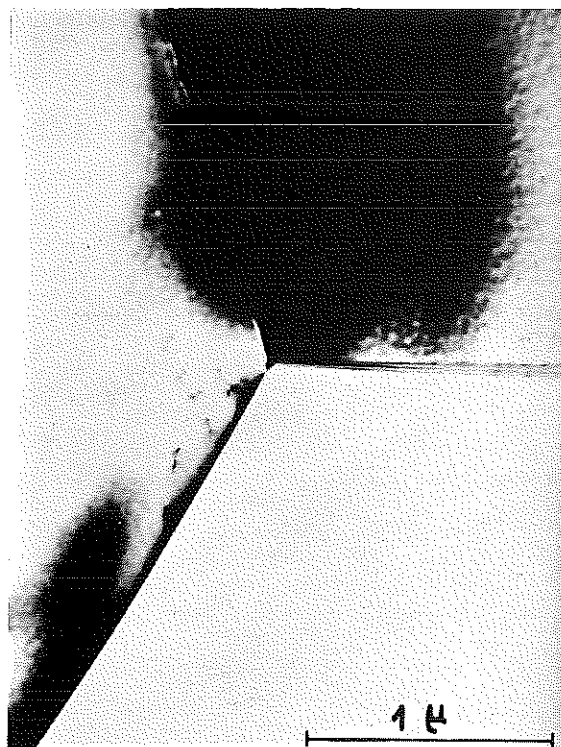


Photo 2 - Echantillon n°6R (4,3 % Mg). Recuit 450° C. Trempé à l'eau.



Photo 3 - Echantillon n°7R (7,5 % Mg). Recuit 450° C. Trempé à l'eau.

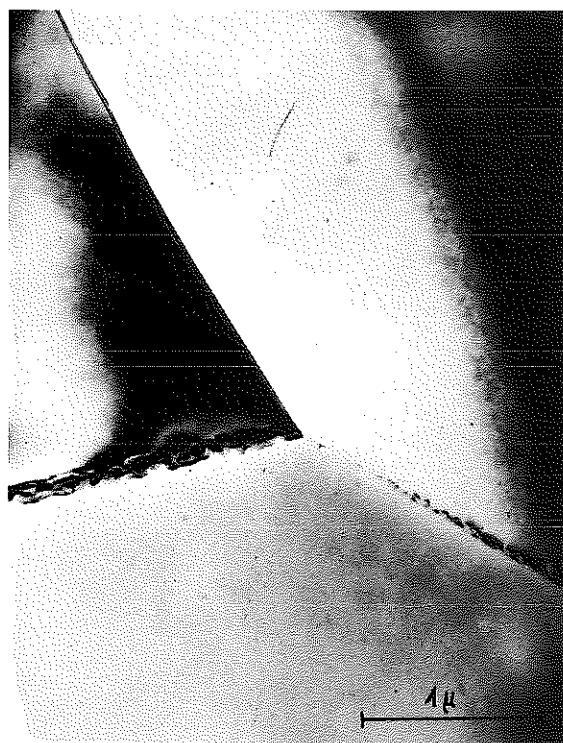


Photo 4 - Echantillon n°8R, Recuit 450° C. Trempé à l'eau.



Photo 5 - Echantillon n°4R (1,6 %) Recuit 450° C. Trem-
pé à l'eau.

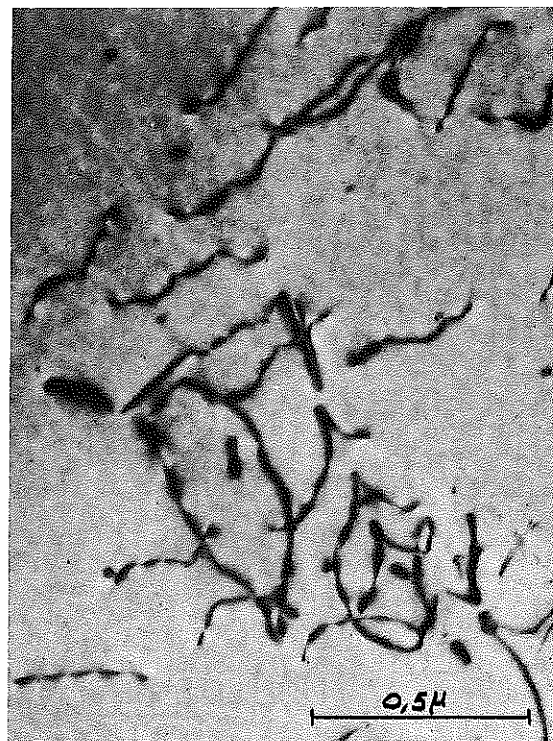


Photo 6 - Echantillon n° 5R (3 % Mg). Recuit 450° C .
Trempe à l'eau.

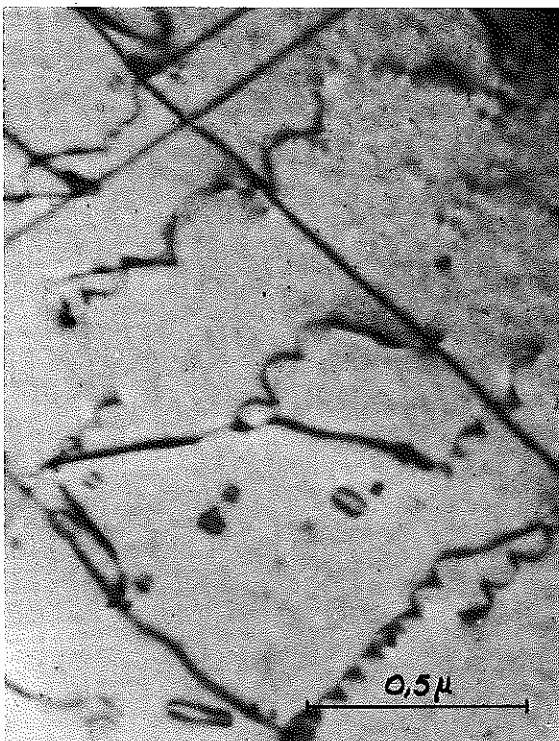


Photo 7 - Echantillon n°6R (4,3 %). Recuit 450° C .
Trempe à l'eau.

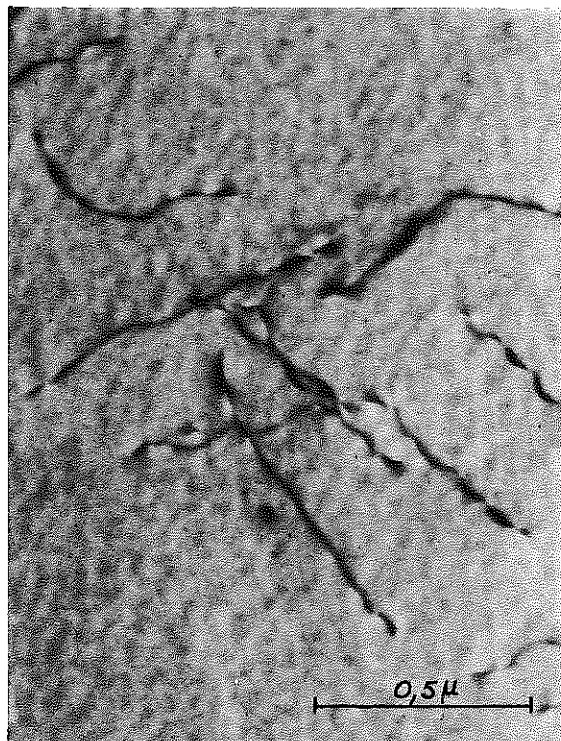


Photo 8 - Echantillon n°7R (7,5 % Mg). Recuit 450° C .
Trempe à l'eau.



Photo 9 - Echantillon n°8R (9,7 %). Recuit 450° C.
Trempe à l'eau.

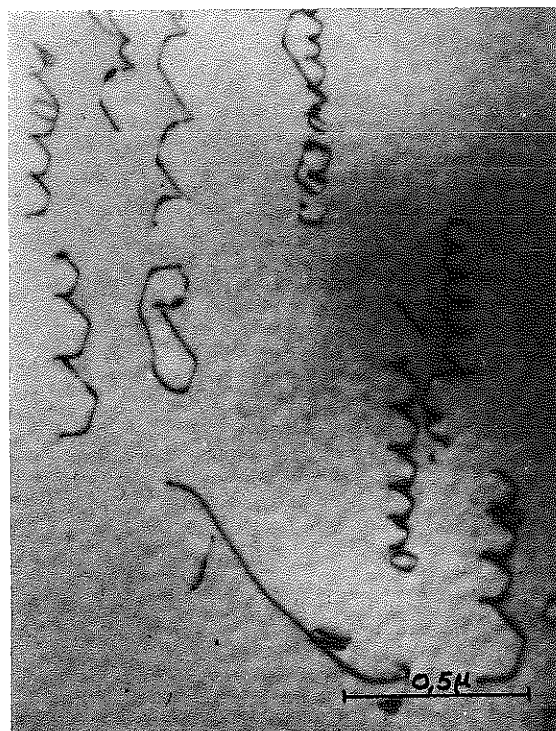


Photo 10 - Echantillon n° 6 (4,3 %).

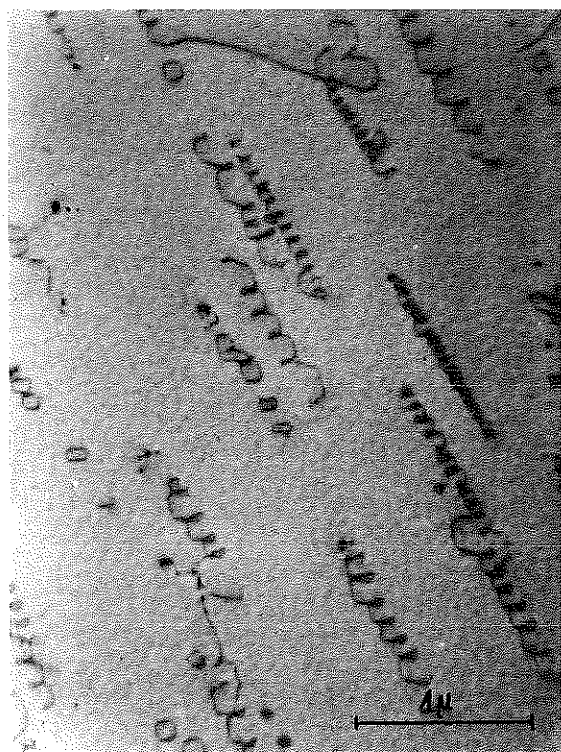


Photo 11 - Echantillon n° 6.

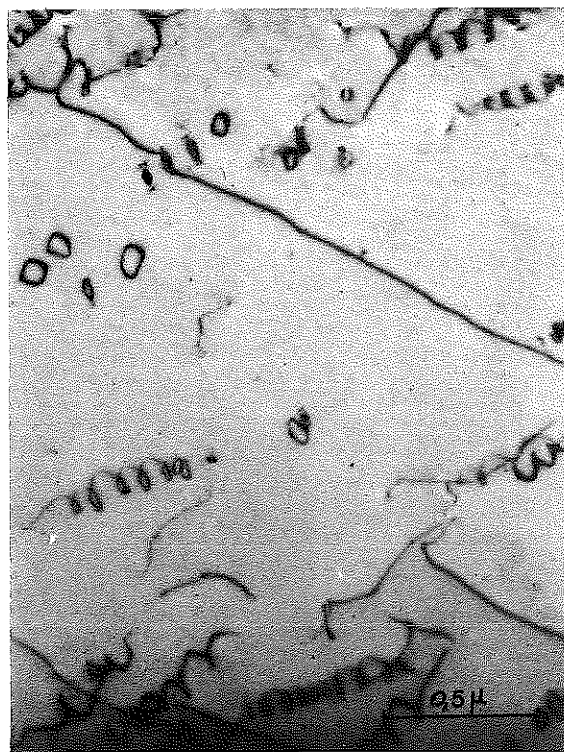


Photo 12 - Echantillon n° 6.

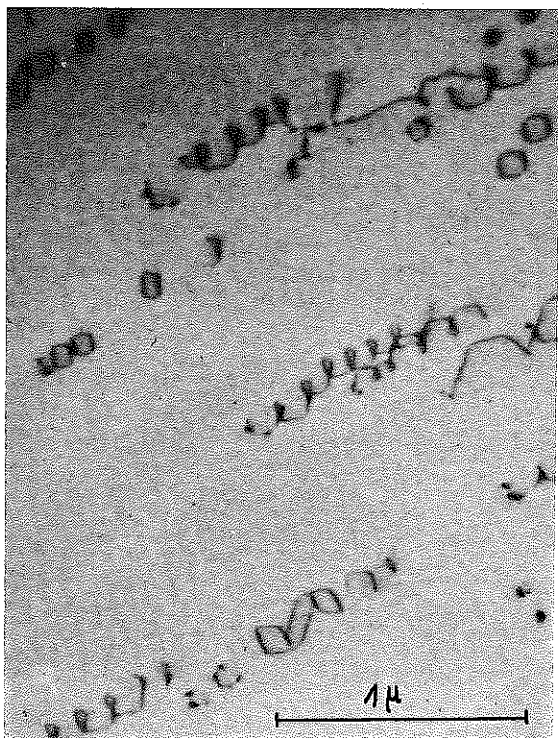


Photo 13 - Echantillon n° 6R (4,3 % Mg).

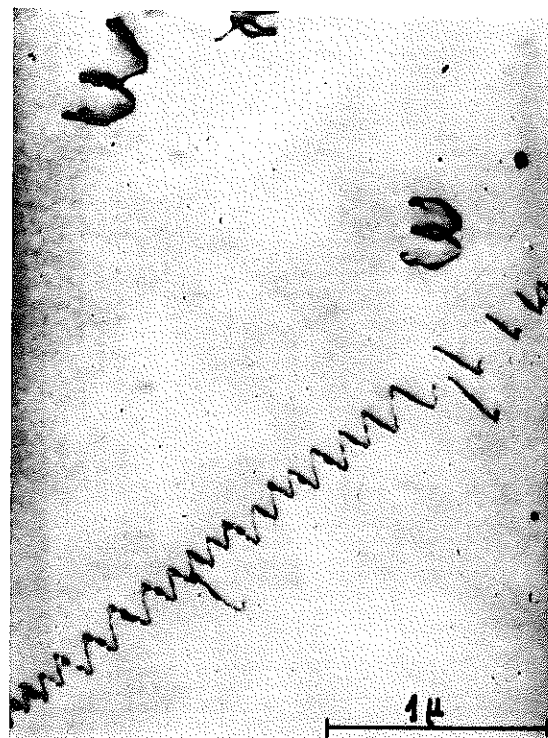


Photo 14 - Echantillon n° 6R.



Photo 15 - Echantillon n° 6R.

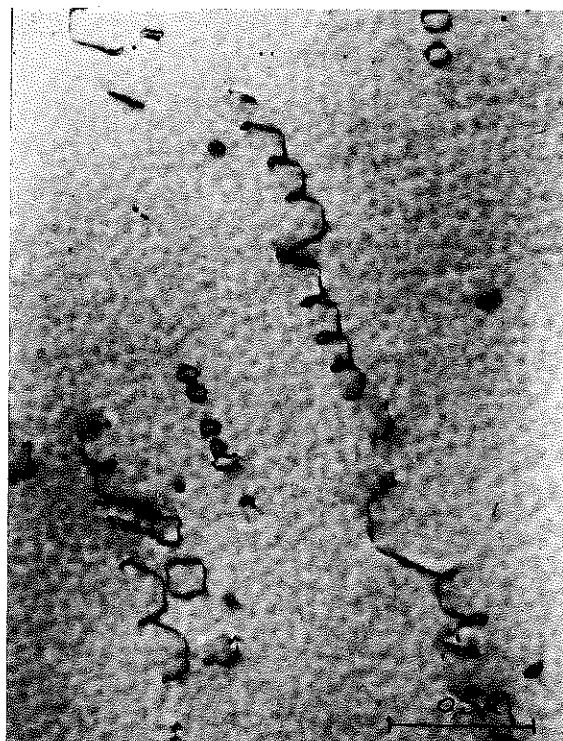


Photo 16 - Echantillon n° 6R.

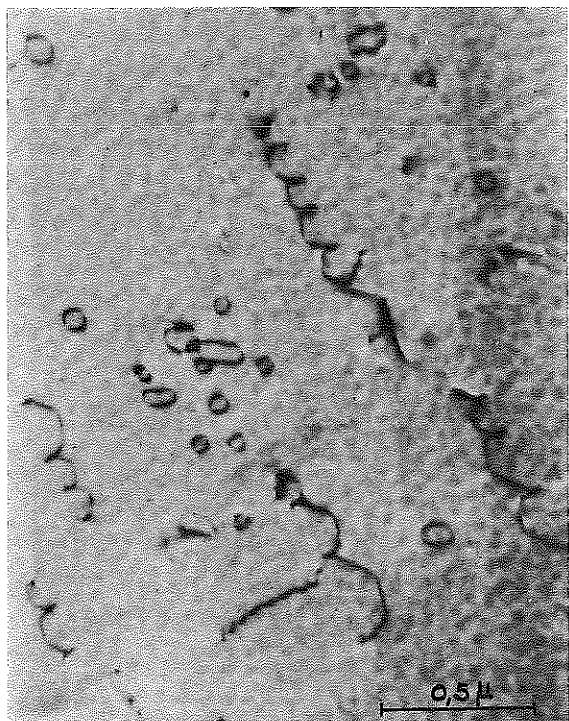


Photo 17 - Echantillon n° 6R (4,3 % Mg).

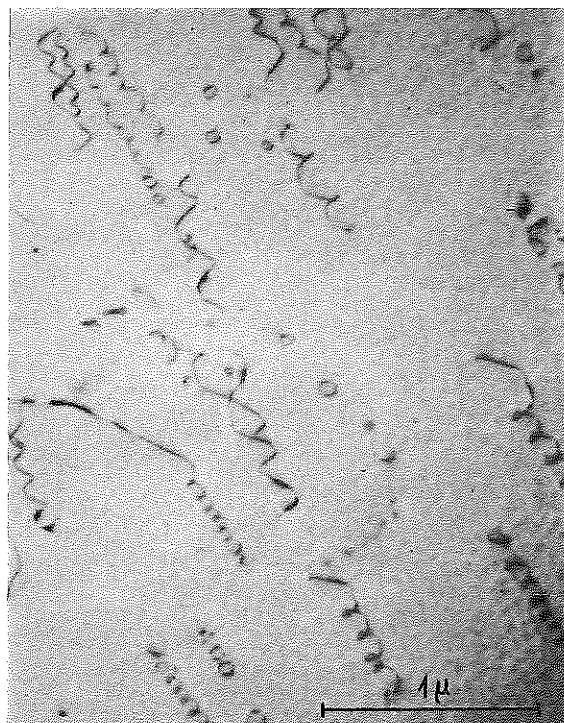


Photo 18 - Echantillon n° 6R.

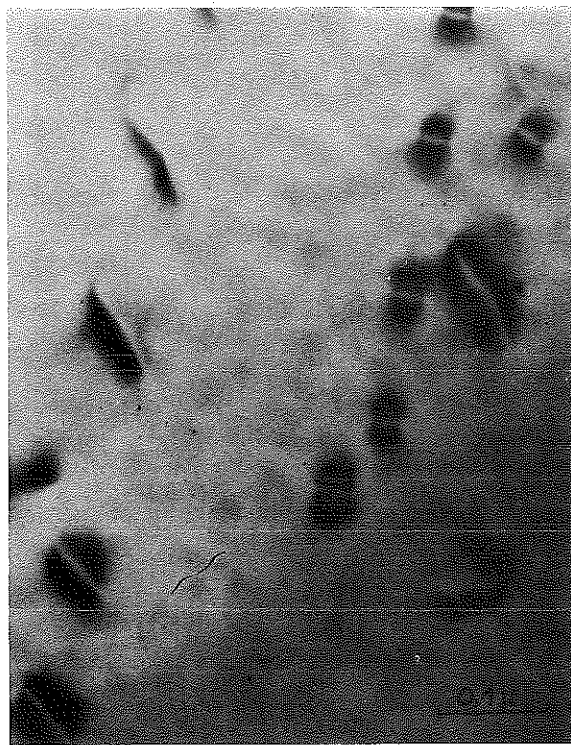


Photo 19 - Echantillon n° 6R.



Photo 20 - Echantillon n° 6R.

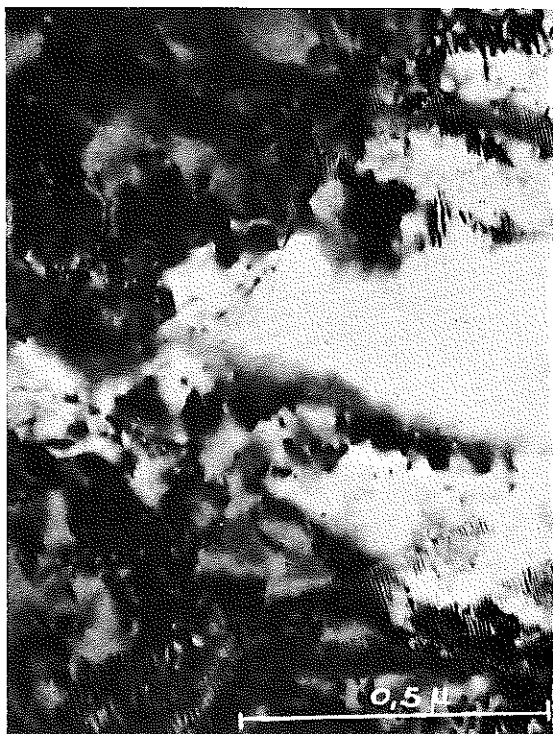


Photo 21 - Echantillon n° 5L (3 % Mg). Recuit. Laminé sous azote liquide.

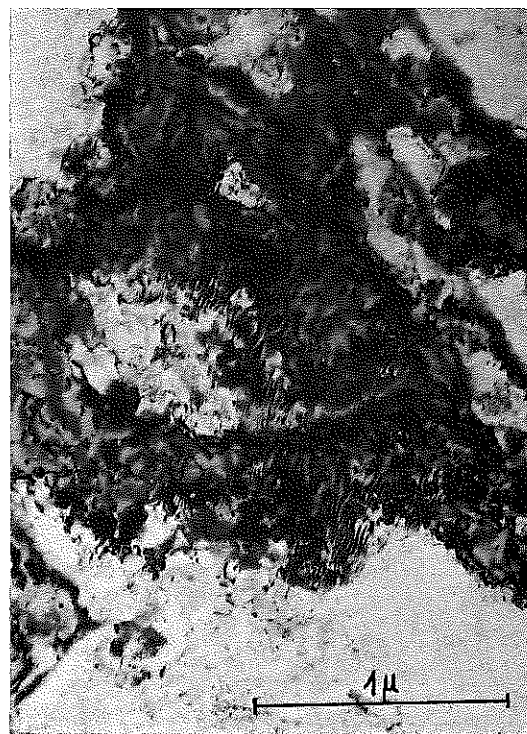


Photo 22 - Echantillon n° 5L (3 % Mg). Recuit. Laminé sous azote liquide.



Photo 23 - Echantillon n° 6L (4,3 %). Recuit. Laminé sous azote liquide.



Photo 24 - Echantillon n° 7L (7,5 % Mg). Recuit. Laminé sous azote liquide.



Photo 25 - Echantillon n° 8L (9,7 % Mg). Laminé sous azote liquide.

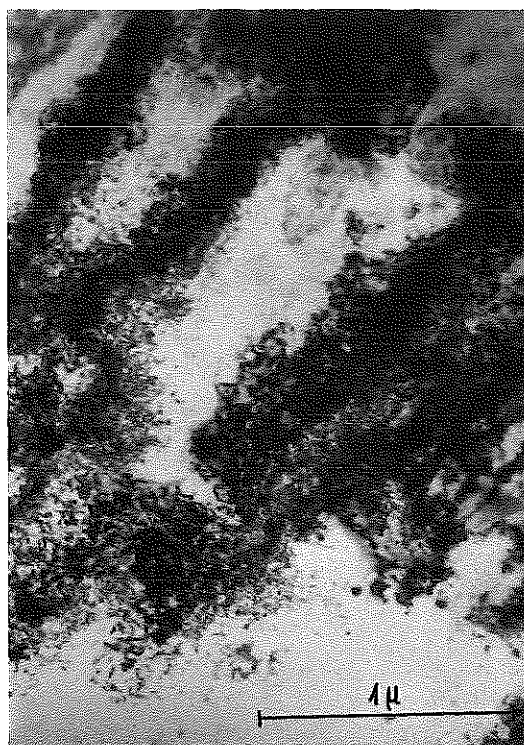


Photo 26 - Echantillon n° 9L (11,3 % Mg). Laminé sous azote liquide.

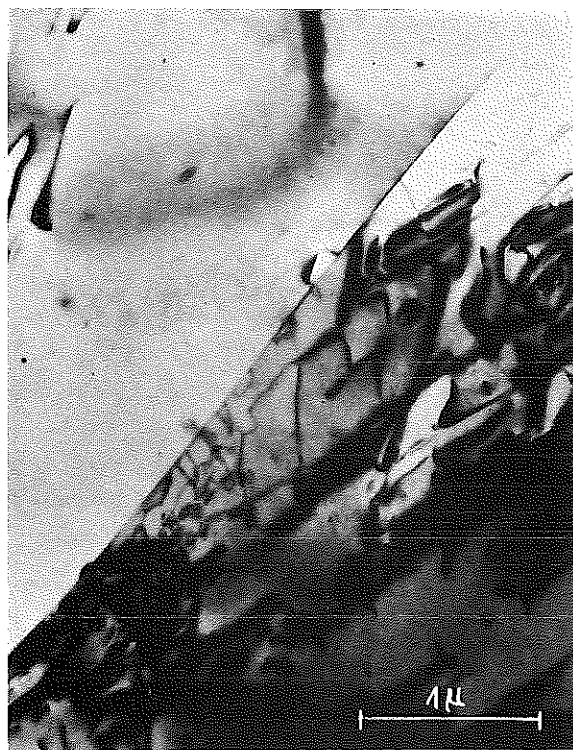


Photo 27 - Echantillon n° 6R (4,3 % Mg). Recuit. Trempe.

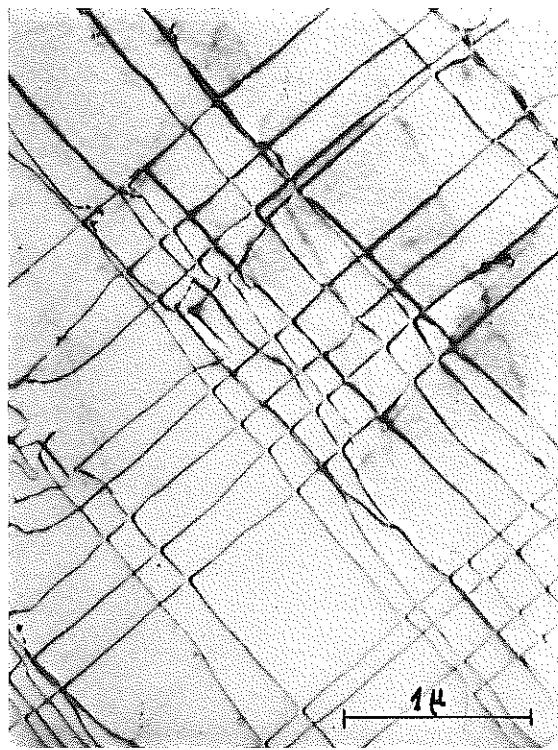


Photo 28 - Echantillon n° 7R (7,5 % Mg). Recuit. Trempe.

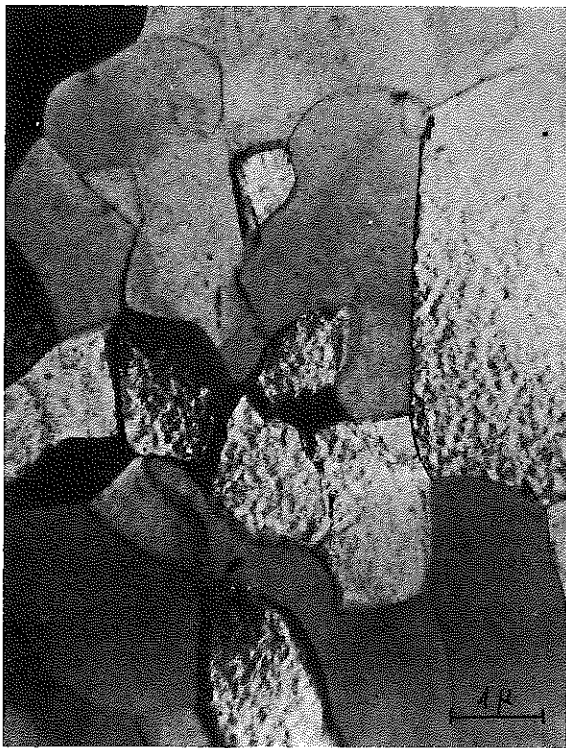


Photo 29 - Echantillon n° 5L (3% Mg). Recuit. Trempé. Laminé ambiante.

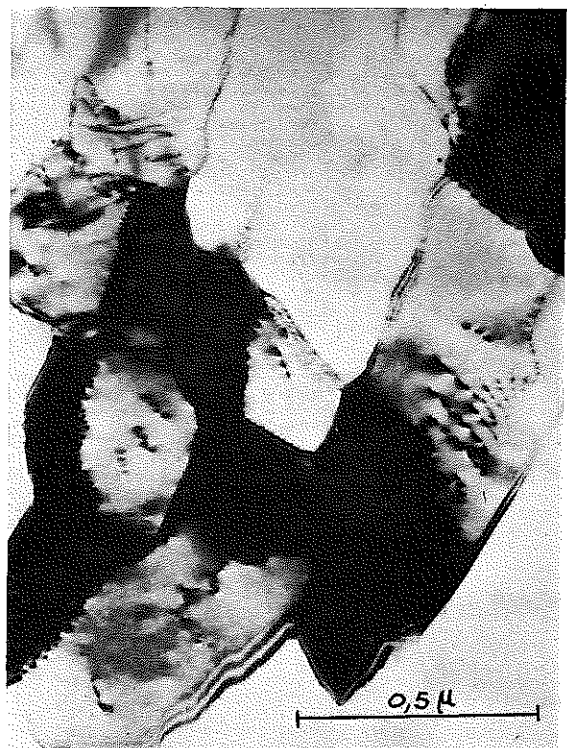


Photo 30 - Echantillon n° 7L (7,5 %). Recuit. Trempé. Laminé ambiante.



Photo 31 - Echantillon n° 7L (7,5 %). Recuit. Trempé. Laminé ambiante.

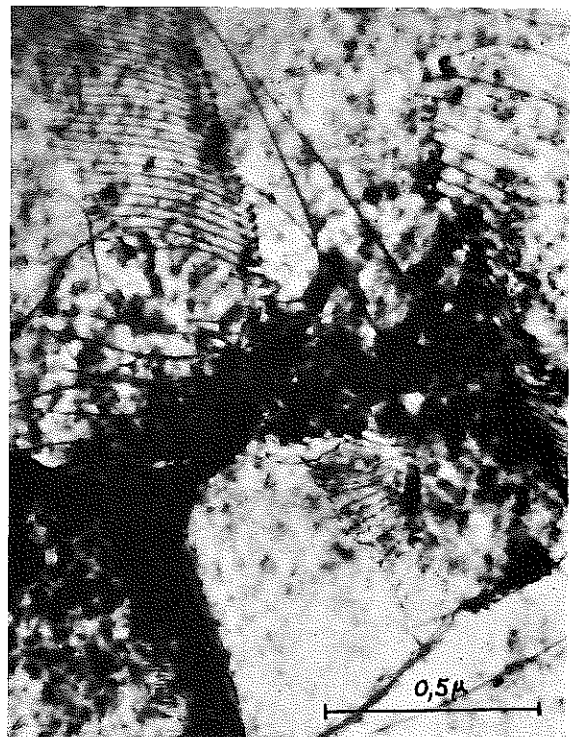


Photo 32 - Echantillon n° 5L (3% Mg). Recuit. Trempé. Laminé ambiante.

CHAPITRE IX

COMPORTEMENT MAGNÉTIQUE

IX-1 - TEMPERATURES CRITIQUES ET CHALEURS SPECIFIQUES ELECTRONIQUES

Les résultats que nous présentons dans ce chapitre, sont des résultats annexes obtenus à partir de mesures que nous avons faites dans le cadre de la variation du flux gelé qui était notre principal objectif. C'est pourquoi ces mesures annexes n'ont pas toujours la précision voulue qu'aurait nécessité une étude approfondie de ces problèmes.

IX-1.1 - Détermination de T_c et de $\left(\frac{dH}{dT}\right)_{T_c}$

A une température donnée T nous mesurons l'aimantation de l'échantillon en fonction du champ appliqué H_e . A partir de la courbe d'aimantation obtenue, nous déterminons le champ critique H_c à la température T , par extrapolation linéaire de la courbe d'aimantation au voisinage de H_c . Nous verrons par la suite (§ IX-3.1) que pour la plupart des alliages étudiés cette définition est quelque peu arbitraire.

Ensuite en portant H_c en fonction de T on peut théoriquement déterminer T_c par extrapolation de cette courbe au voisinage de T_c . Dans notre cas particulier étant donné

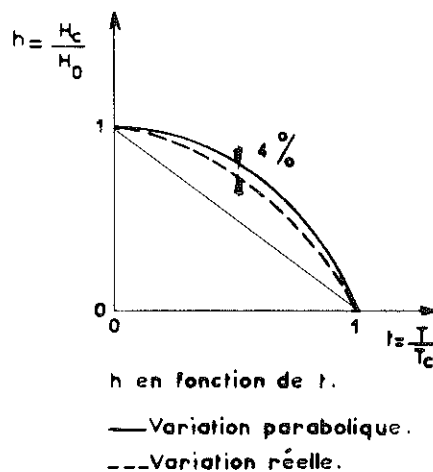
- d'une part le nombre parfois réduit des mesures

- d'autre part le fait que ces mesures étaient faites à des températures assez éloignées de la température critique (de l'ordre de 0,7 à 0,8° K), il était dangereux de déduire cette température critique par extrapolation des points expérimentaux sur la courbe H_c en fonction de T . Pour tourner cette difficulté nous avons dépouillé nos résultats de deux manières différentes suivant qu'il s'agissait, soit d'échantillons de 1ère espèce, soit d'échantillons de 2ème espèce.

α) Supraconducteurs de 1ère espèce.

On sait qu'en première approximation h varie paraboliquement en fonction de t (h est le champ critique réduit = $h = \frac{H_c}{H_0}$ et t température réduite = $\frac{T}{T_c}$). L'écart maximum entre la variation réelle et une variation parabolique entre 0 et 1 est de 4 % à $t = 0,5$ (voir ci-contre). Une approximation parabolique entre $t = 0,5$ et $t = 1$ est donc vérifiée à 1 % près.

Nous avons donc porté H_c en fonction de T^2 et avons déterminé :



a) T_c par extrapolation linéaire des points obtenus dans le diagramme H_c en fonction de T^2 .

b) $\frac{dH_c}{dT}$ en déterminant dans ce même diagramme $\left(\frac{dH_c}{dT^2}\right)_{T_c}$ et en écrivant

$$\left(\frac{dH_c}{dT}\right)_{T_c} = \left(\frac{dH_c}{dT^2}\right) \times 2 T_c$$

β) *Supraconducteurs de 2ème espèce.*

A partir des résultats de Maki [42], Goodman [43] a calculé la variation théorique de h_2 en fonction de t . $h = \frac{H_{c2}}{H_{c2}(0)}$. L'examen de la figure 24 montre que cette variation théorique est au voisinage de T_c très proche d'une loi en $T^{1,5}$ et que l'écart à cette loi au voisinage de $t = 0,5$ est de l'ordre de 1 %.

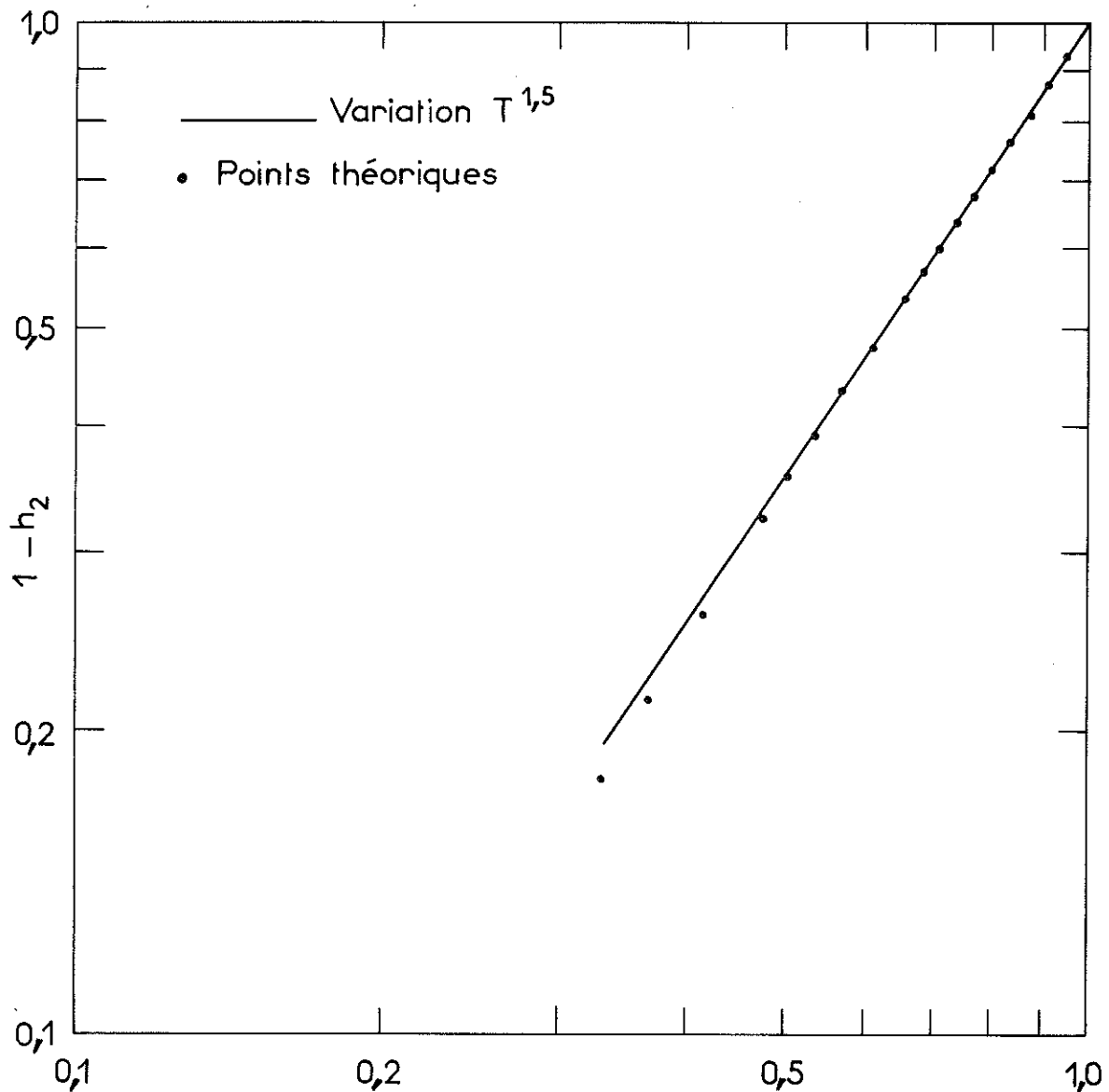


Figure 24 - Variation de $1-h_2$ en fonction de la température réduite t

Nous avons donc porté H en fonction de $T^{1,5}$ et nous avons déterminé :

- T_c par extrapolation linéaire des points obtenus dans le diagramme $H_{c2}=f(T^{1,5})$;
- $\left(\frac{dH_{c2}}{dT}\right)_{T_c}$ en déterminant sur ce même diagramme $\left(\frac{dH_{c2}}{dT^{1,5}}\right)_{T_c}$ et en écrivant :

$$\left(\frac{dH_{c2}}{dT}\right)_{T_c} = \left(\frac{dH_{c2}}{dT^{1,5}}\right)_{T_c} \times 1,5 T_c$$

IX-1.1.1 - Précision.

Trois facteurs limitent la précision sur la température critique. Ce sont :

- Erreur d'étalonnage : erreur systématique que nous avons évaluée à $\pm 0,005^\circ K$.
- Erreur de mesure : liée à la fluctuation de la température au cours de la mesure d'un cycle d'aimantation. Cette fluctuation étant due d'une part à une mauvaise régulation de la température du bain, d'autre part à un échauffement de l'échantillon au cours des multiples extractions. Cette erreur peut être estimée à $0,005^\circ K$.
- Erreur dans le dépouillement des mesures. Ces erreurs systématiques sont liées à l'écart existant entre les variations réelles de h en fonction de t , et les variations théoriques que nous avons choisies. Cette erreur est difficile à évaluer mais nous verrons par la suite qu'elle n'est pas négligeable.

Au total, sans tenir compte de cette dernière source d'erreur, la température est donc connue à $0,01^\circ K$ près.

L'erreur sur le terme $\left(\frac{dH}{dT}\right)_{T_c}$ est expérimentalement de 2 % et conduit à une erreur sur $\left(\frac{dH}{dT}\right)_{T_c}$ de 3 %.

IX-1.1.2 - Résultats.

Figures 25 à 29 nous donnons les courbes expérimentales donnant les températures critiques et nous avons rassemblé dans le tableau suivant les différentes valeurs de T_c et de $\left(\frac{dH_c}{dT}\right)_{T_c}$.

Echan- tillon	T_c deg K	dH_c/dT^2 Oe.deg ⁻²	$dH_{c2}/dT^{1,5}$ Oe.deg ^{-1,5}	dH_c/dT Oe.deg ⁻¹	dH_{c2}/dT Oe.deg ⁻¹
1R	1,175 ⁽¹⁾	-	-	-	-
1L	1,131 $\pm$ 0,01	72	-	163	-
2R	1,164 $\pm$ 0,01 ⁽²⁾	-	-	-	-
3R	1,111 $\pm$ 0,01 ⁽²⁾	-	-	-	-
4L	1,126 $\pm$ 0,01	73	-	164,5	-
5R	1,095 $\pm$ 0,01	74	-	162	-
5L	1,095 $\pm$ 0,01	74	-	162	-
6R	1,103 $\pm$ 0,01	74	-	163	-
6L	1,152 $\pm$ 0,01	70	-	161	-
7R	1,068 $\pm$ 0,01	-	182	-	292
7L	1,130 $\pm$ 0,02 ⁽³⁾	-	-	-	-
8R	1,323 $\pm$ 0,01	-	168	-	333
8L	1,395 $\pm$ 0,01	-	165	-	345

(1) T_c aluminium pur donné par D.P. Seraphim et al [44].

(2) Températures mesurées par R. Geiser [33].

(3) Température évaluée en supposant que ΔT_c entre 7R et 7L est constant lorsque H_c varie.

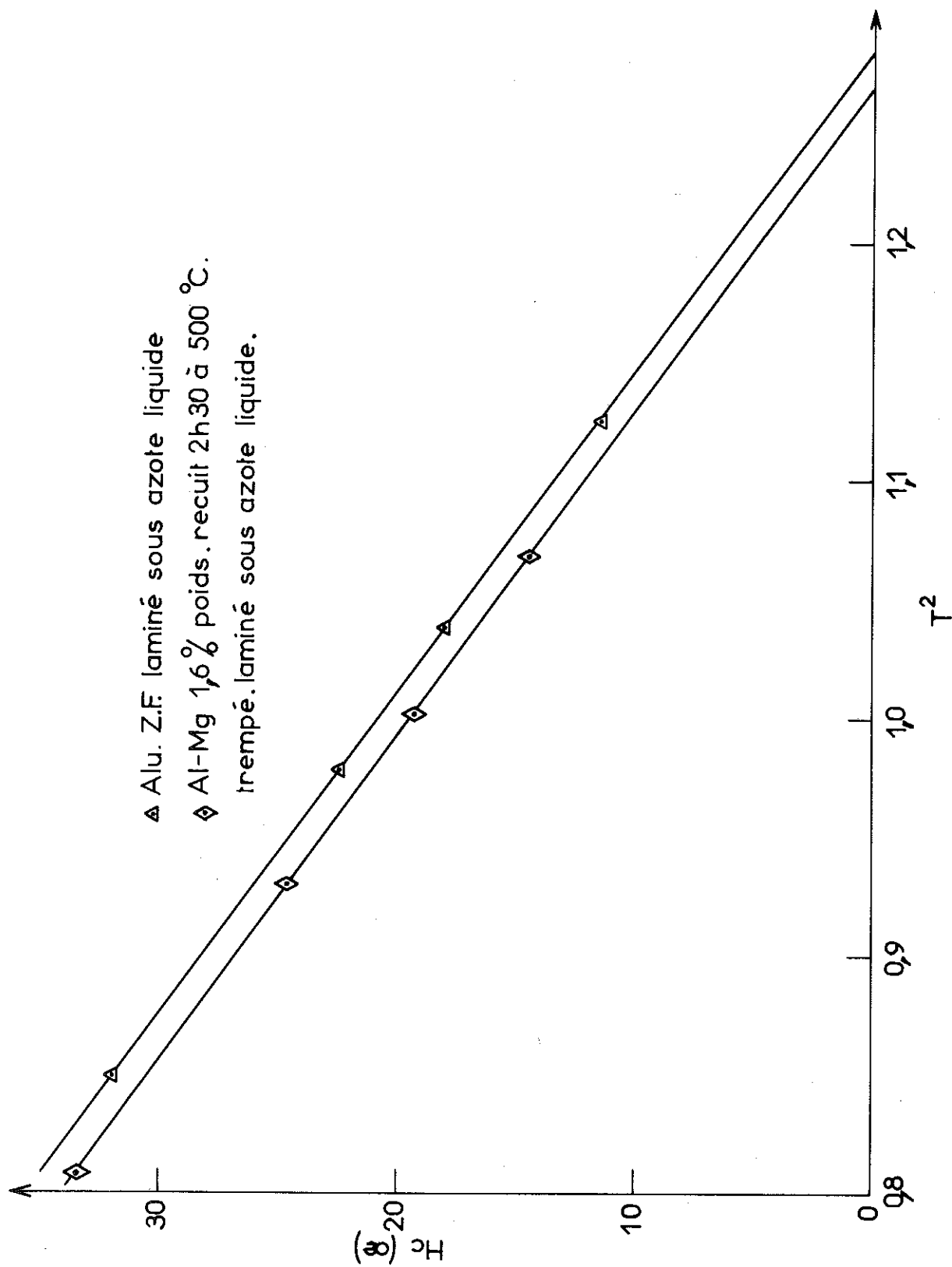


Figure 25

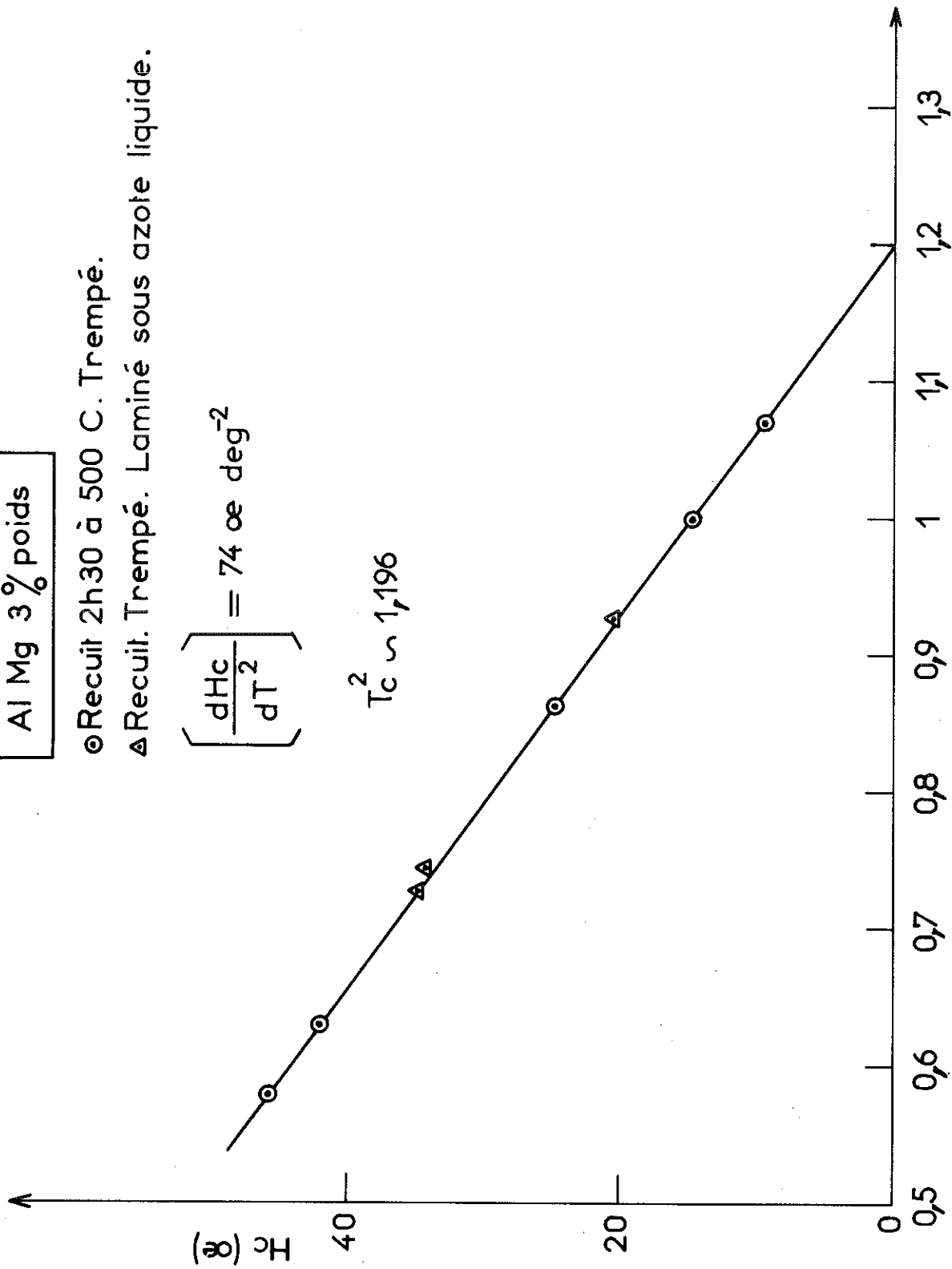
Al Mg 3% poids

○ Recuit 2h30 à 500 C. Trempe.

△ Recuit. Trempe. Laminé sous azote liquide.

$$\left[\frac{dH_c}{dT^2} \right] = 74 \text{ oe } \text{deg}^{-2}$$

$$T_c^2 \sim 1,196$$



T² Figure 26

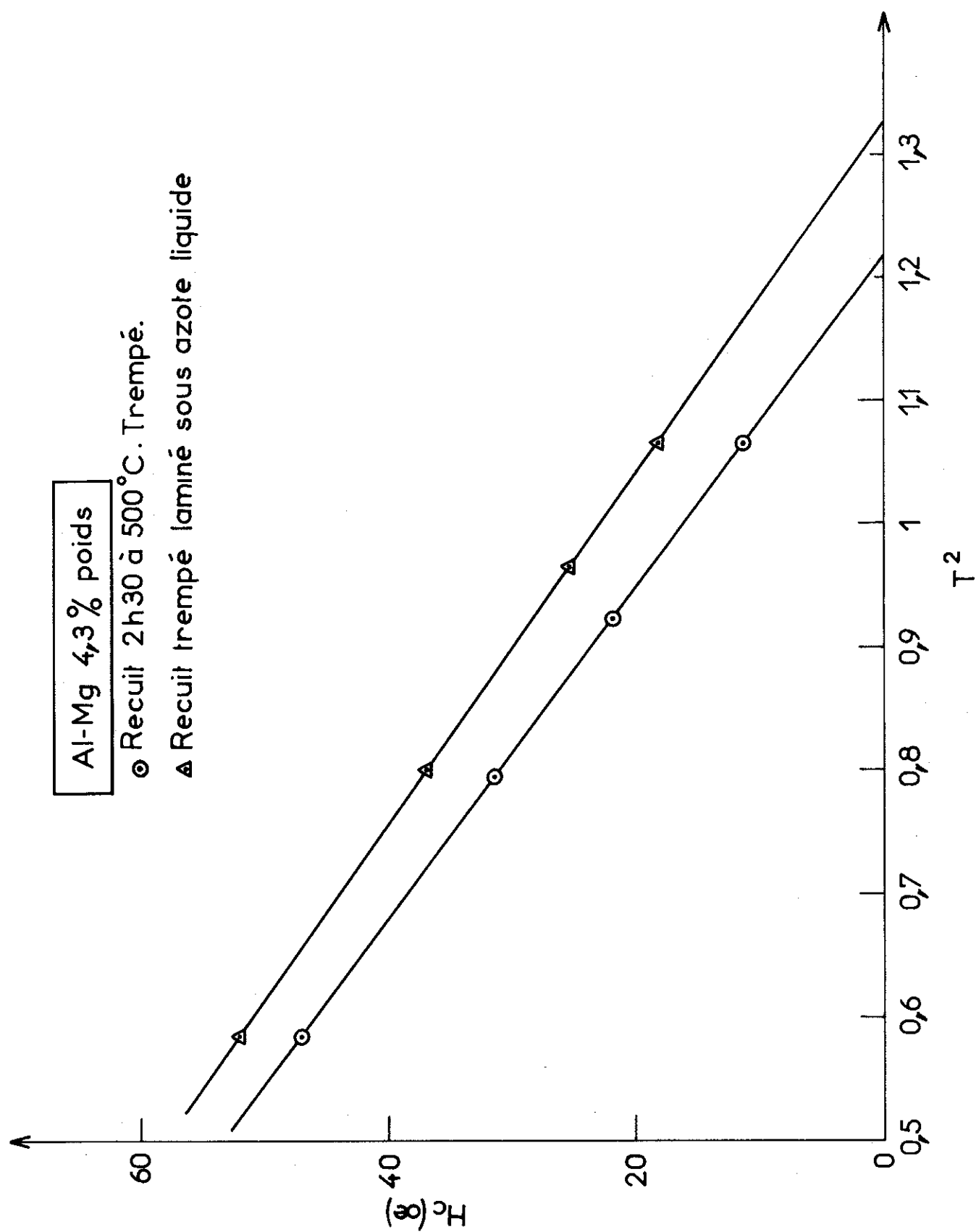


Figure 27

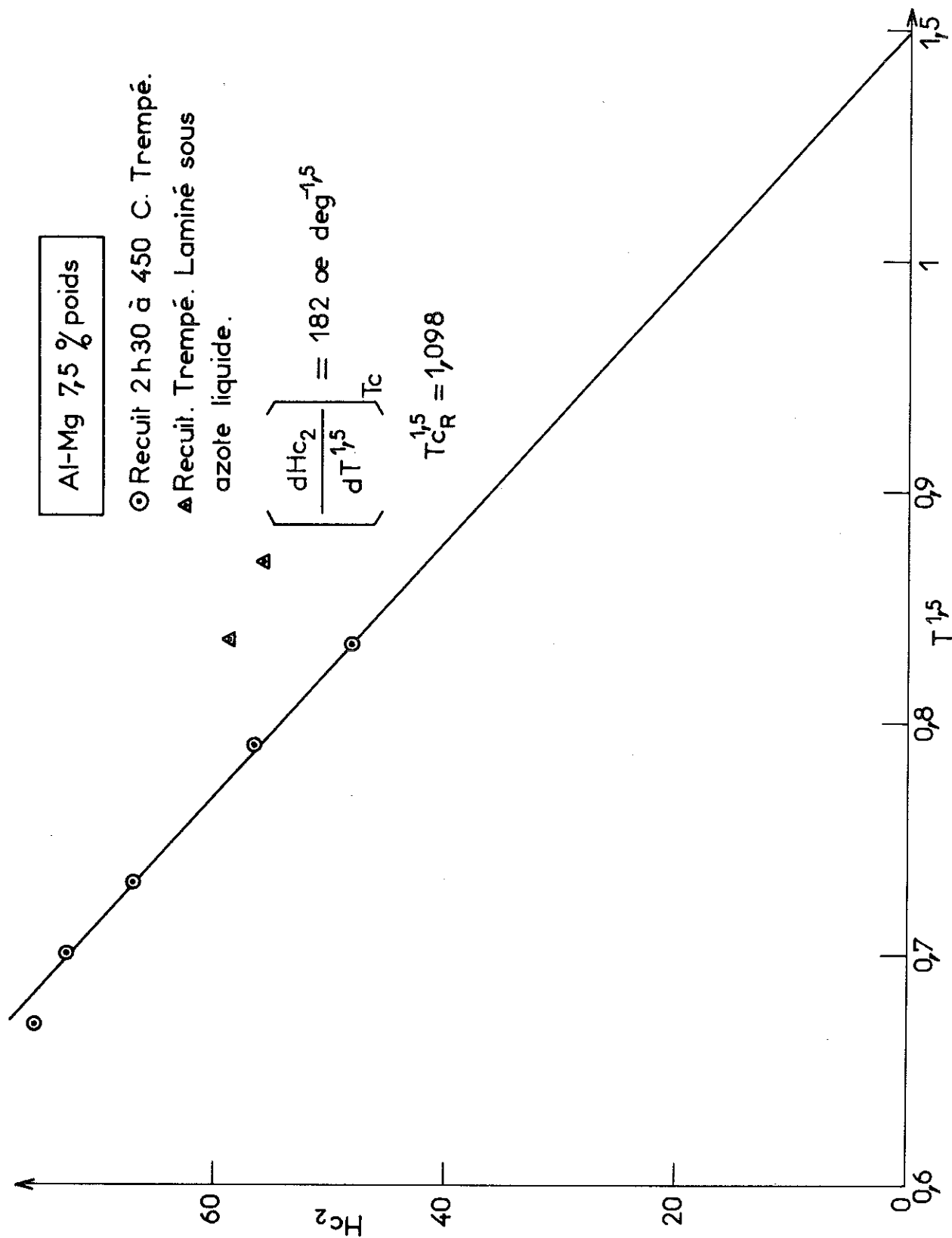


Figure 28

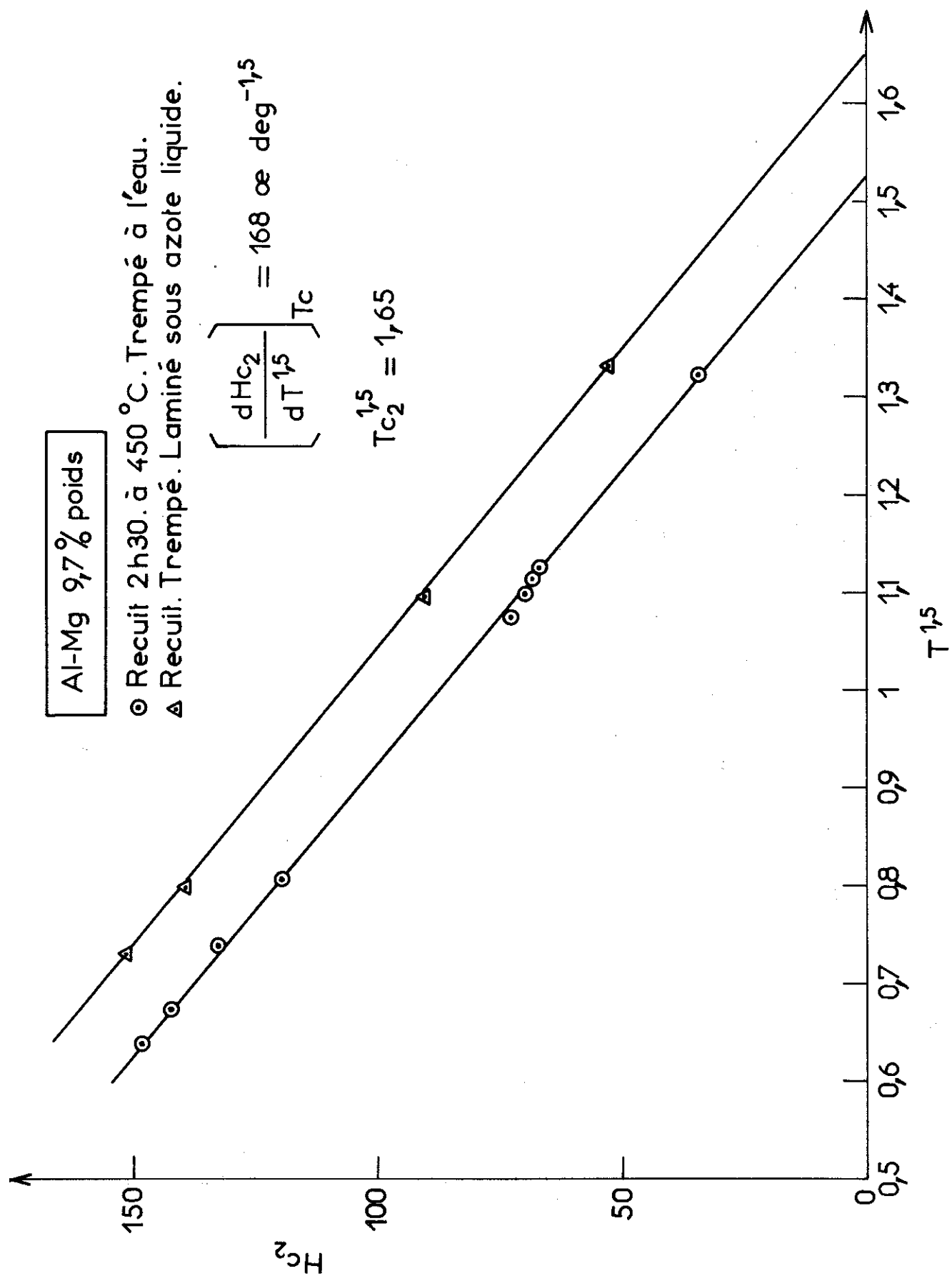


Figure 29

IX-1.2 - Variation de T_c avec p_0 .

IX-1.2.1 - Résultats.

Différents auteurs [44, 45, 34] ont étudié la variation de la température critique des alliages en fonction de leur concentration en soluté. En particulier Seraphim et al [44] ont donné une expression analytique comprenant deux constantes arbitraires pour représenter cette variation. Cette expression prend la forme :

$$\Delta T_c = T_c - T_{c_0} = k_1 c + k_2 c \cdot \log c$$

où c est la fraction de mole du soluté dans le solvant ;

k_1, k_2 deux constantes pour un système d'alliages donné ;

T_{c_0} est la température critique du solvant pur.

En s'appuyant sur a) leurs propres mesures pour les fortes teneurs en magnésium, et b) sur les mesures de Chanin et al [34] pour les faibles teneurs en magnésium, Seraphim et al ont trouvé pour les alliages Al-Mg des valeurs de k_1 et k_2 respectivement de 5,7 et 1,86 en prenant T_c en degré K et c en fraction de mole.

Sur la figure 30, empruntée à Seraphim et al on constate que si l'on ne tient pas compte des points de Chanin et al aux faibles concentrations, il est raisonnable de prendre comme droite dans

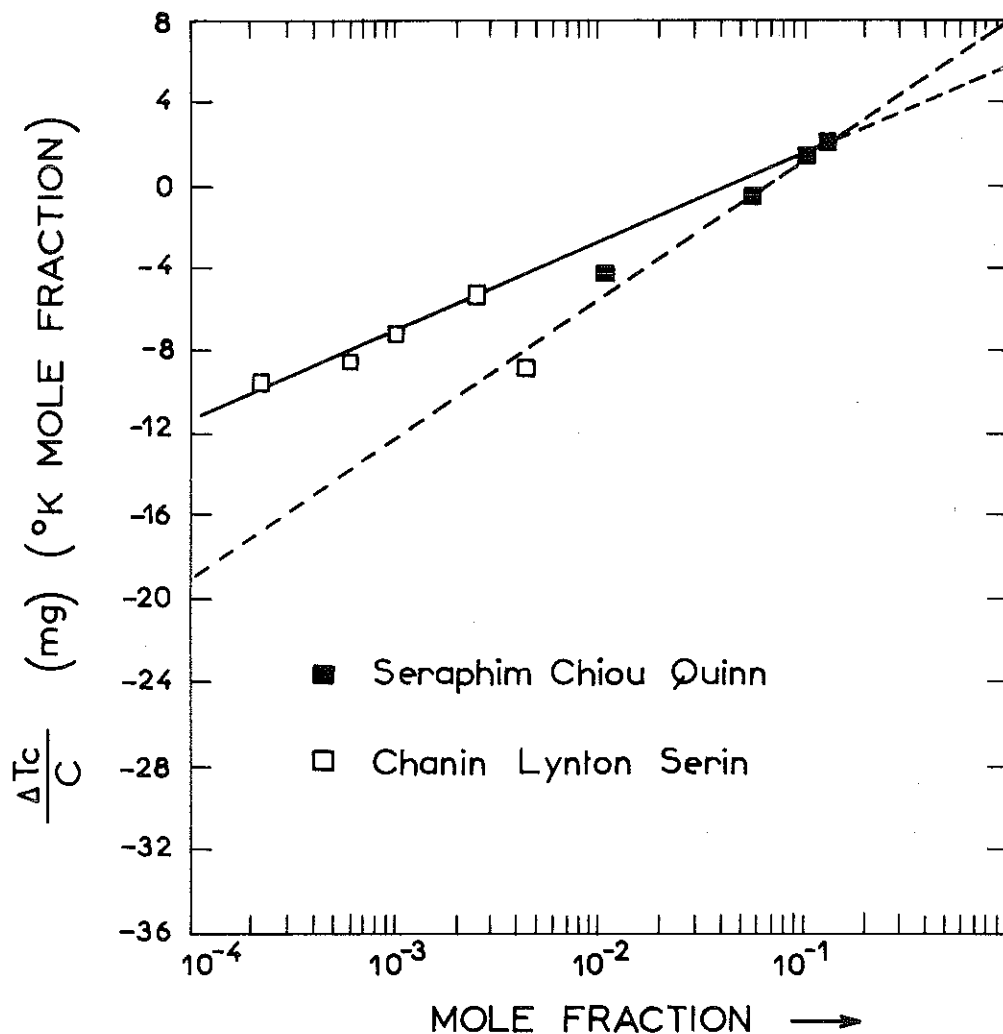


Figure 30 - Variation de $\frac{\Delta T_c}{c}$ en fonction de $\log c$ pour les alliages Al-Mg.

le diagramme celle que nous avons tracée en pointillé. L'expression analytique de cette droite est alors :

$$\Delta T_c = 8 c + 6,9 c \cdot \log c \quad (\text{IX-1.2.1})$$

En supposant que la résistivité ρ_0 et la fraction de mole c sont liées par la relation :

$$\rho_0 = 0,48 c \quad (\text{voir chapitre VII})$$

l'équation (IX-1.2.1) s'écrit :

$$10^3 \frac{\Delta T_c}{\rho_0} = -75 + 144 \log \rho_0 \quad (\text{IX-1.2.2})$$

Afin de comparer les températures critiques que nous avons mesurées avec cette dernière relation nous avons, étant donné l'importance des impuretés ferromagnétiques contenues dans nos échantillons, corrigé ces températures critiques à partir des résultats de G. Boato et al [46]. Les résultats trouvés par ces auteurs sont résumés dans le tableau ci-dessous.

	ρ/c en atomes %	$-\frac{dT_c}{dc}$	$-\frac{dT_c}{d\rho}$
Al-Fe	2,4	2,4	1,00
Al-Mn	3,24	7,3	2,25
Al-Cr	3,37	2,7	0,80

ρ : rapport des résistivités résiduelles aux résistivités à l'ambiante.

Nous avons négligé les corrections sur la résistivité résiduelle parce qu'elles sont trop faibles et par conséquent inférieures à nos erreurs de mesures.

Les corrections sur la température sont résumées dans le tableau ci-dessous :

Echan- tillon	T_c	$\Delta T_c(\text{Fe})$	$\Delta T_c(\text{Mn})$	$\Delta T_c(\text{Cr})$	ΔT_c total	T_c^* corrigée
1R	1,175 ⁽¹⁾	-	-	-	-	1,175
1L	1,131	-	-	-	0,000	1,131
2R	1,164 ⁽²⁾	0,001	-	-	0,001	1,165
3R	1,111 ⁽²⁾	0,004	-	-	0,003	1,115
5R	1,095	0,005	0,001	-	0,006	1,101
5L	1,095	0,005	0,001	-	0,006	1,101
6R	1,103	0,016	0,003	-	0,019	1,122
6L	1,152	0,016	0,003	-	0,019	1,171
7R	1,068	0,072	0,073	0,025	0,170	1,238
7L	1,130	0,072	0,073	0,025	0,170	1,300
8R	1,323	0,024	-	-	0,024	1,348
8L	1,395	0,024	-	-	0,024	1,419

(1) Seraphim et al [44].

(2) R. Geiser [33].

Nous donnons maintenant dans le tableau suivant les valeurs de ΔT_c en fonction de ρ_0 . Les point obtenus sont portés figure 31. Figure 32 nous avons porté $10^3 \frac{\Delta T_c}{\rho_0}$ en fonction de $\log \rho_0$.

La droite est obtenue à partir des résultats de Seraphim et al [44].

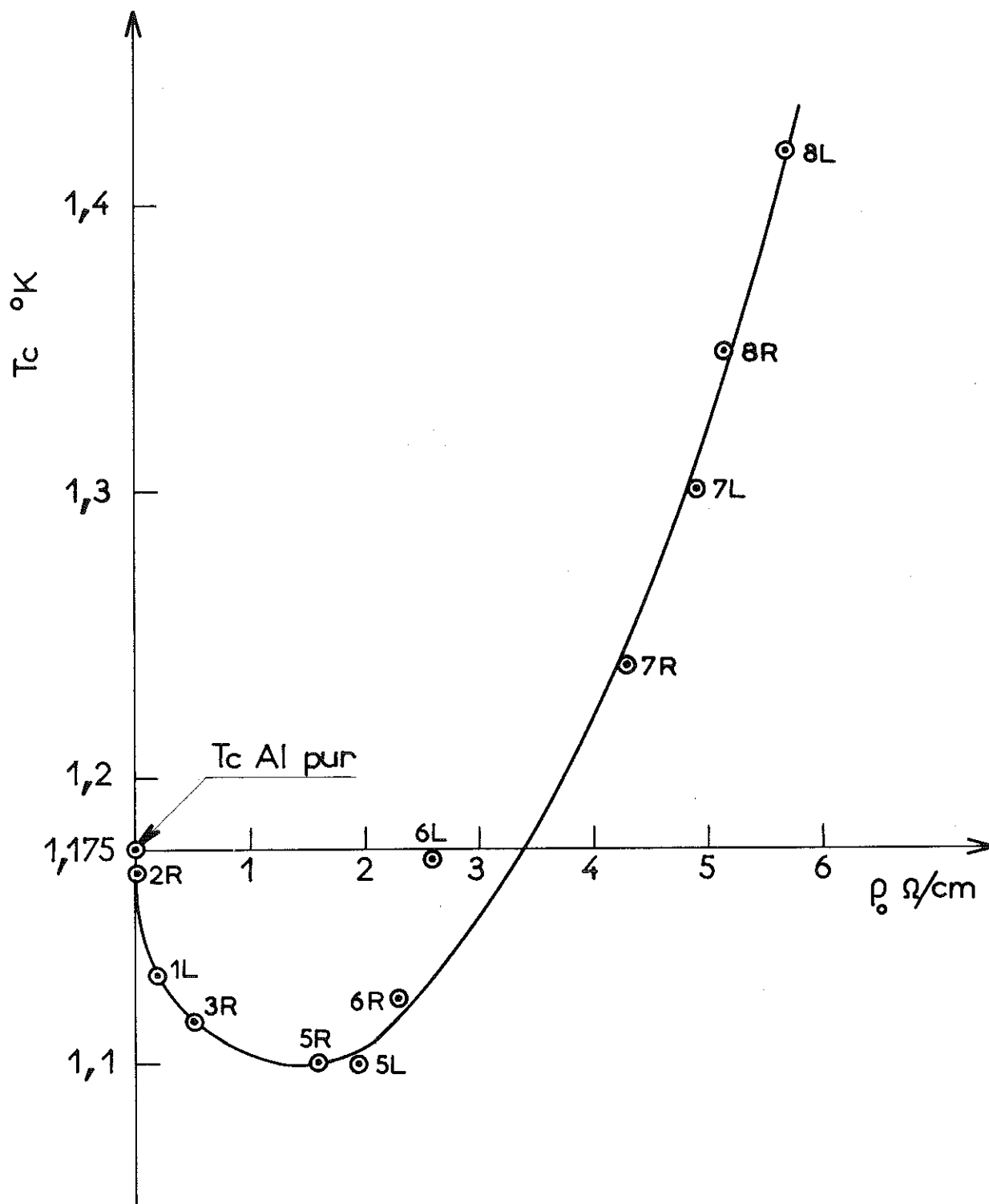


Figure 31 - Variation de T_c en fonction de ρ_0 .

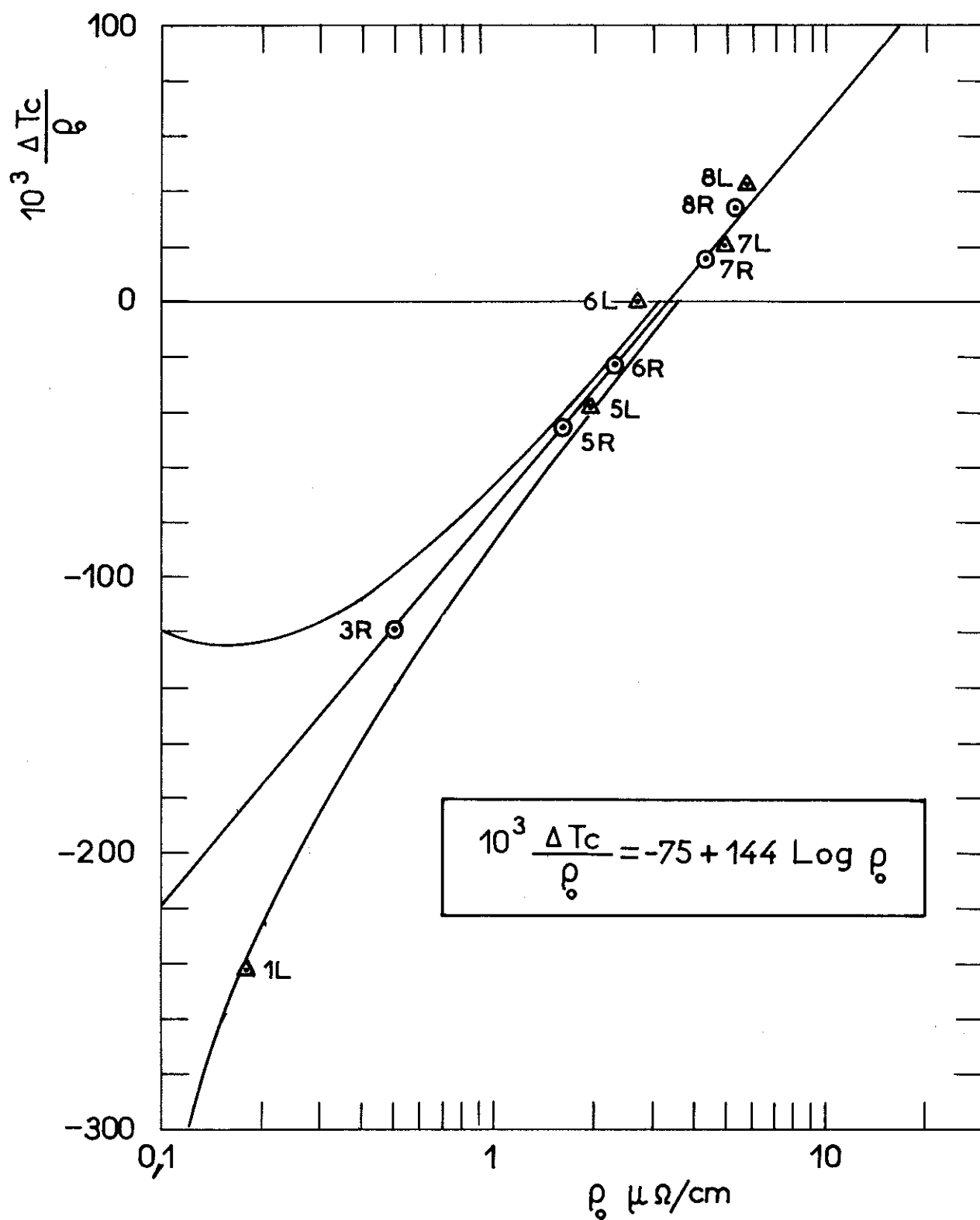


Figure 32 - Variation de $\frac{\Delta T_c}{\rho}$ en fonction de $\log \rho$ pour les alliages Al-Mg.

Echantillon	ΔT_c	$\rho_0 \Omega \text{ cm.}$	$10^3 \frac{\Delta T_c}{\rho_0}$
1R	0,000	-	-
1L	-0,044	0,18(1)	-242
2R	-0,010	0,009(2)	-1100
3R	-0,060	0,50	-120
5R	-0,074	1,6	-46
5L	-0,074	1,95	-38
6R	-0,053	2,30	-23
6L	-0,004	2,60	-1,5
7R	+0,063	4,32	+14,5
7L	+0,125	4,90	+20,5
8R	+0,173	5,15	+34
8L	+0,244	5,70	+43

(1) Calculée à partir des résultats d'O. Dimitrov [32] en prenant pour résistivité de l'aluminium pur à 0° C $\rho = 2,5 \cdot 10^{-6} \Omega \text{ cm}$ et $\rho = 2,58 \cdot 10^{-6}$ à 20° C.

(2) R. Geiser [33].

IX-1.2.2 - Discussion des résultats.

On constate tout d'abord que l'accord avec les points à forts pourcentages de Mg de Seraphim et al [44] est excellent et ce malgré l'insuffisante précision de nos mesures.

Le désaccord avec les points de Chanin et al [24] à faibles pourcentages (figure 30) peut s'expliquer par deux raisons :

a) Les points donnés par Seraphim sont portés dans un diagramme $\frac{\Delta T_c}{c}$ en fonction de $\log c$ et la mesure de la concentration pour $c \sim 10^{-4}$ est beaucoup plus imprécise que celle de la résistivité.

b) Pour les faibles valeurs de la résistivité ($\rho_0 < 0,1$) ce qui correspond à des concentrations c de l'ordre de 0,2 % les erreurs sur ΔT_c prennent une très grande importance. Pour se fixer les idées, nous avons, figure 31, schématisé l'écart à la loi théorique introduite par une erreur sur ΔT_c de 0,01° K.

Notons pour terminer que si la relation (IX-1.2.2) est empirique il semble qu'elle ait été approchée théoriquement dans le cas des faibles pourcentages par Caroli et al [47].

IX-1.3 - Détermination de la chaleur spécifique électronique γ par unité de volume.

IX-1.3.1 - Résultats.

On peut théoriquement à partir des courbes $H_c(T)$ déterminer la chaleur spécifique électronique γ . En effet la formule de Rutger's donne :

$$\Delta C = C_{es} - C_{en} = \frac{VT_c}{4\pi} \left(\frac{dH_c}{dT} \right)_{T=T_c}^2 \quad (\text{IX-1.3.1})$$

D'autre part la théorie de B.C.S. dans sa forme originelle prévoit que dans le cas où le couplage qui donne lieu à l'état supraconducteur est faible le rapport :

$$\frac{\Delta C_{es}(T_c)}{\gamma T_c} = \frac{12}{7\zeta(3)} = 1,43 \quad (\text{IX-1.3.2})$$

L'aluminium n'étant pas un métal de transition il est vraisemblable qu'ici la supraconductibilité est due à une interaction électron-photon et que, puisque $T_c \ll \theta_D$ (430° K) le couplage dans l'aluminium est très faible.

Ceci est d'ailleurs en accord avec les résultats de Phillips [48] qui trouve aux erreurs d'expérience près (~ 1 %) la valeur théorique pour ce rapport.

De (IX-1.3.1) et de (IX-1.3.2) on déduit alors :

$$\frac{\gamma}{V} = \frac{1}{1,43 \times 4\pi} \left(\frac{dH_c}{dT} \right)_{T_c}^2 \quad (\text{IX-1.3.3})$$

De la détermination de $\frac{dH_c}{dT}$ (§ IX-1.1) on en déduit γ pour les supraconducteurs de la première espèce.

Dans le cas des supraconducteurs de 2ème espèce, nous déterminons seulement $\frac{dH_{c2}}{dT}$ mais nous savons qu'il existe entre les différentes grandeurs qui nous intéressent les relations suivantes :

$$\kappa = \kappa_0 + 7,5 \cdot 10^3 \left(\frac{\gamma}{V} \right)^{1/2} \rho_0 \quad (\text{I.6})$$

et

$$\frac{\left(\frac{dH_{c2}}{dT} \right)_{T_c}}{\left(\frac{dH_c}{dT} \right)_{T_c}} = \sqrt{2} \kappa \quad (\text{IX-1.3.4})$$

Cette dernière relation découle de la théorie de Ginzburg et Landau.

Connaissant κ_0 , ρ_0 et $\frac{dH_{c2}}{dT}$ on peut donc tirer des deux dernières relations :

- a) une valeur de γ ;
- b) une valeur de κ .

Précision.

La valeur de $\frac{dH_c}{dT}$ étant connue à environ $\pm 3\%$ celle de γ l'est à $\pm 6\%$.

Les résultats sont portés dans le tableau ci-dessous.

Echantillon	γ/V ergs cm ⁻³	κ'	κ
1L	1470 $\pm$ 90	0,08	0,08
4L	1510 $\pm$ 90	-	-
5R	1455 $\pm$ 90	0,49	0,47
5L	1455 $\pm$ 90	0,59	0,57
6R	1470 $\pm$ 90	0,69	0,67
6L	1430 $\pm$ 90	0,77	0,75
7R	1463 $\pm$ 90	1,27	1,22
7L	-	-	1,38
8R	1420 $\pm$ 90	1,47	1,45
8L	1300 $\pm$ 90	1,57	1,60

κ' calculé à partir de (I.6) avec γ expérimental.

κ calculé à partir de (I.6) avec pour γ celui de l'aluminium pur : 1350 ergs cm⁻³ [48].

$$\kappa_0 = 0,03 \pm 0,02$$

IX-1.3.2 - Discussion des résultats.

Malgré l'incertitude sur γ due en partie à des erreurs systématiques on constate que pour les échantillons de première espèce (1 à 6) les valeurs obtenues sont en moyenne plus fortes que celle obtenue par Phillips [48] pour l'aluminium pur. En revanche, il apparaît qu'en fonction du pourcentage de magnésium la chaleur spécifique électronique varie peu.

On peut considérer qu'en dépouillant nos mesures comme nous l'avons fait, c'est-à-dire en

portant H_c en fonction de T^2 , nous commettons une erreur systématique qui conduit à des valeurs de γ plus élevées que celles obtenues par des méthodes calorimétriques ; méthodes plus directes et plus précises.

Cette erreur systématique introduite par la méthode de dépouillement des mesures magnétiques avait déjà été signalée par Lynton et al [45] et montre combien sont délicates les mesures de γ à partir de mesures magnétiques. C'est pourquoi nous avons préféré pour calculer κ , supposer que la chaleur spécifique variait peu pour nos alliages (de quelques %) et calculer κ à partir de (I.6) en prenant comme valeur de γ , celle donnée par Phillips pour l'aluminium pur : cette valeur de 1350 ergs cm^{-3} est considérée comme la plus précise à ce jour sur l'aluminium pur.

Etant donné l'incertitude sur la valeur de κ_0 , on peut considérer que les valeurs de κ ainsi obtenues sont connues à $\pm 0,04$.

IX-2 - ETUDE DU FLUX GELE -

IX-2.1 - Définition.

On caractérise l'irréversibilité d'une courbe d'aimantation par le flux gelé μ , qui est le rapport exprimé en % de l'aimantation rémanente à l'aimantation maximum.

Notons que cette quantité μ ne saurait caractériser quantitativement l'hystérésis puisque pour une même valeur de μ on peut avoir des courbes d'aimantation plus ou moins réversibles (figure 33).

IX-2.2 - Résultats.

Si nous consultons l'ensemble des courbes d'aimantation portées sur les figures 34, 35, 36, 37, 38, on constate que même pour l'aluminium très pur il persiste une légère aimantation en champ nul. En réalité nous avons montré par une mesure d'aimantation à 4,2° K (température à

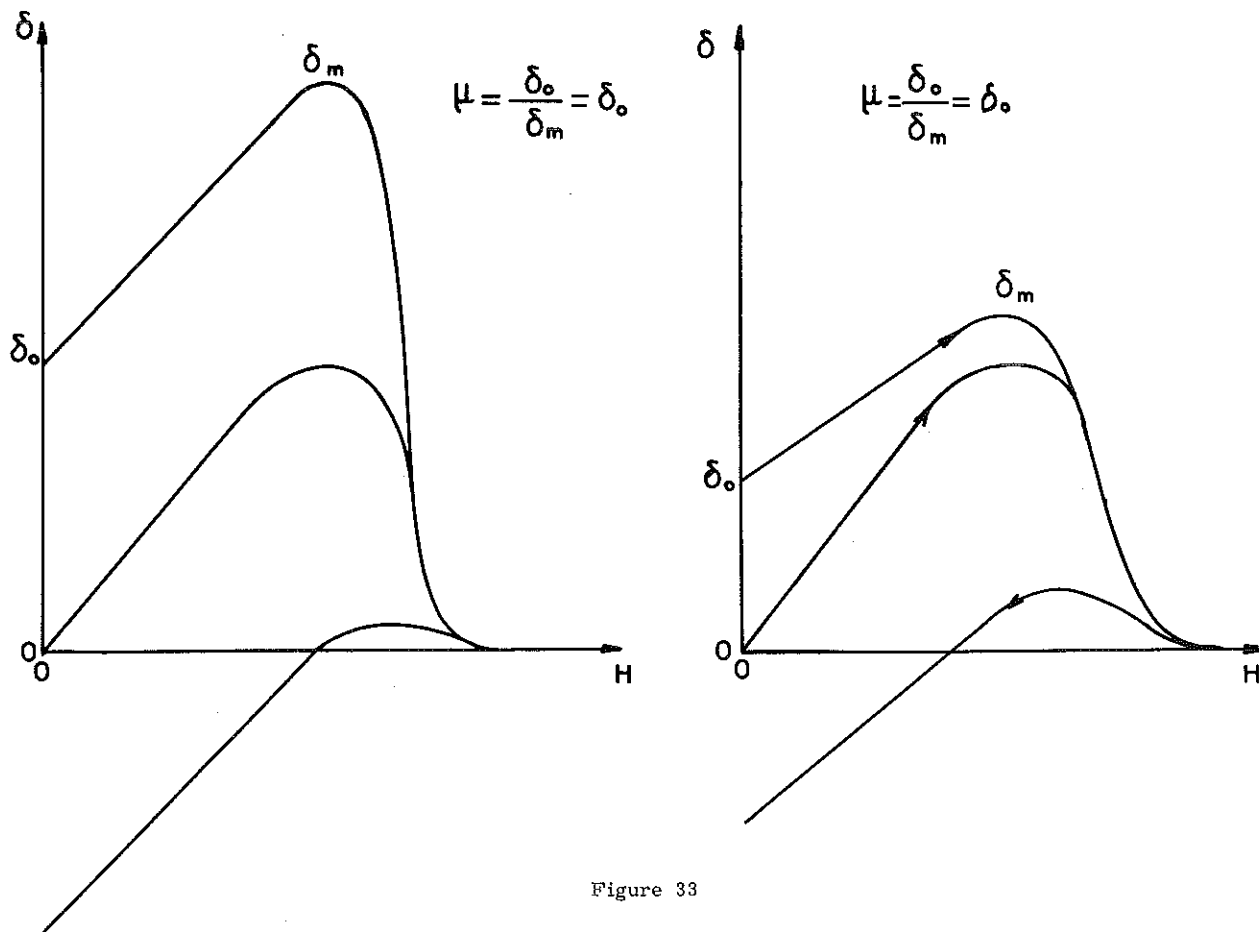
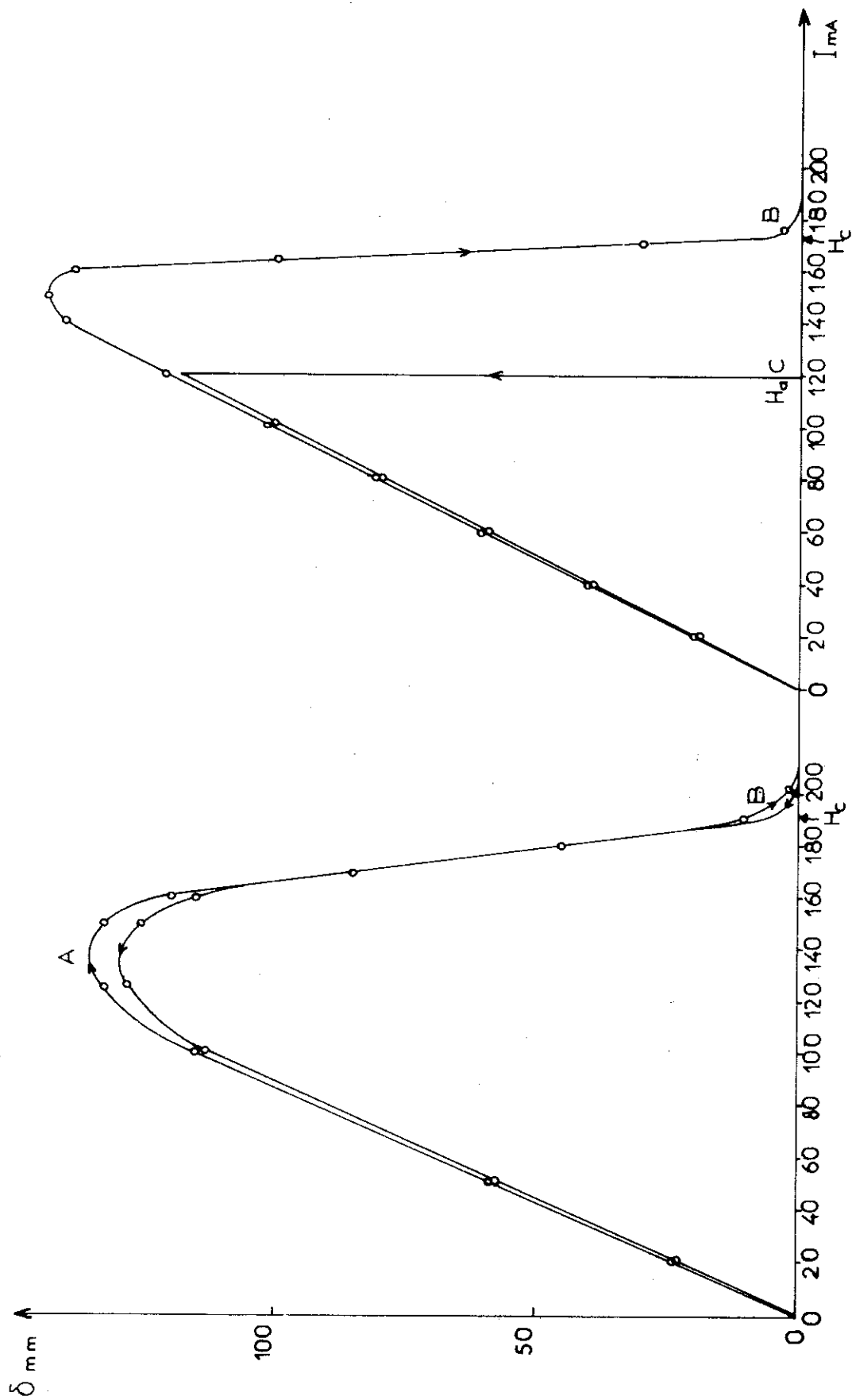


Figure 33



Echantillon n° 1 : Aluminium zone fondue recuit 10 mn à l'ambiante.

Echantillon n° 1 : Aluminium zone fondue laminé sous azote liquide.

Figure 34

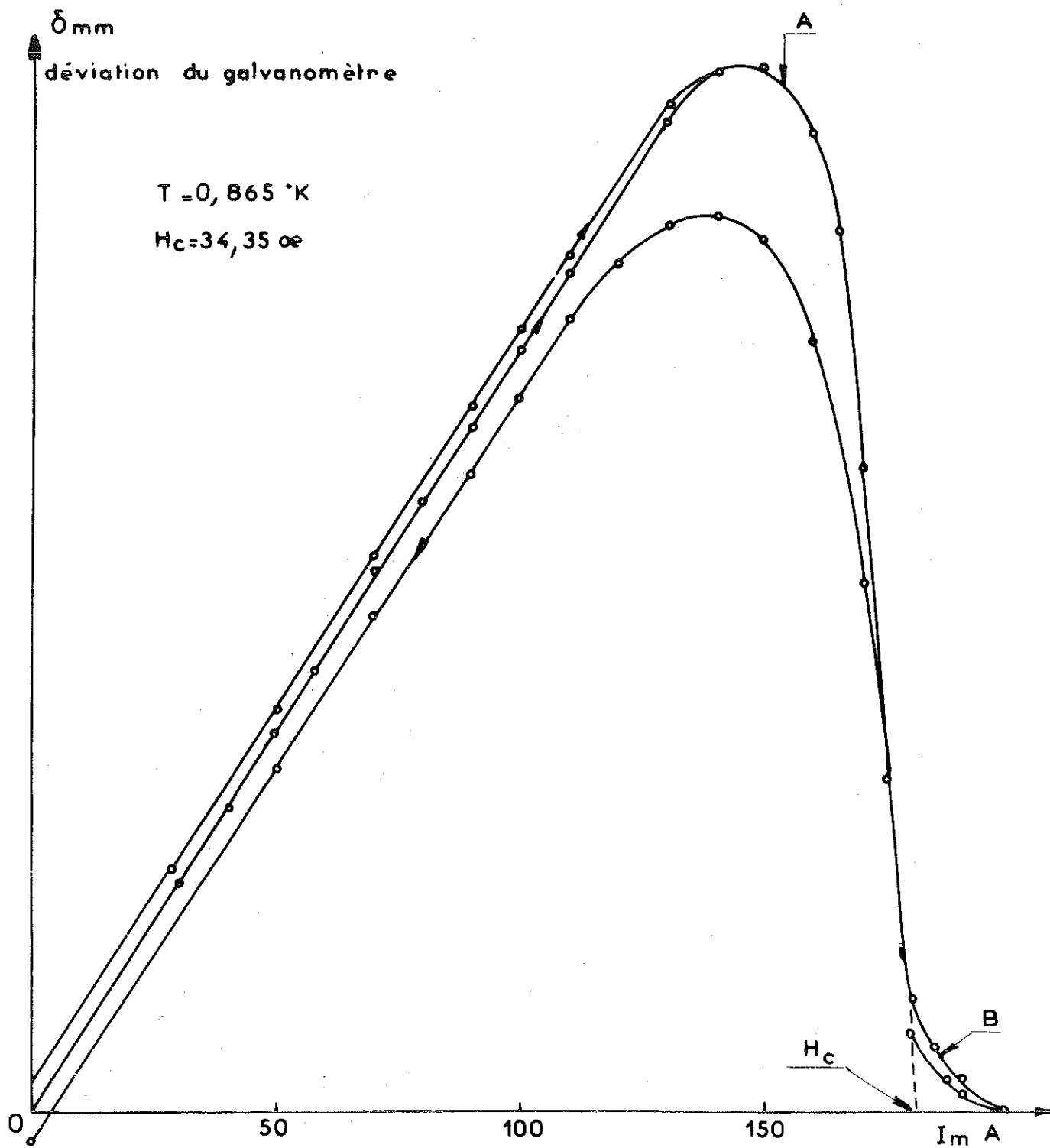
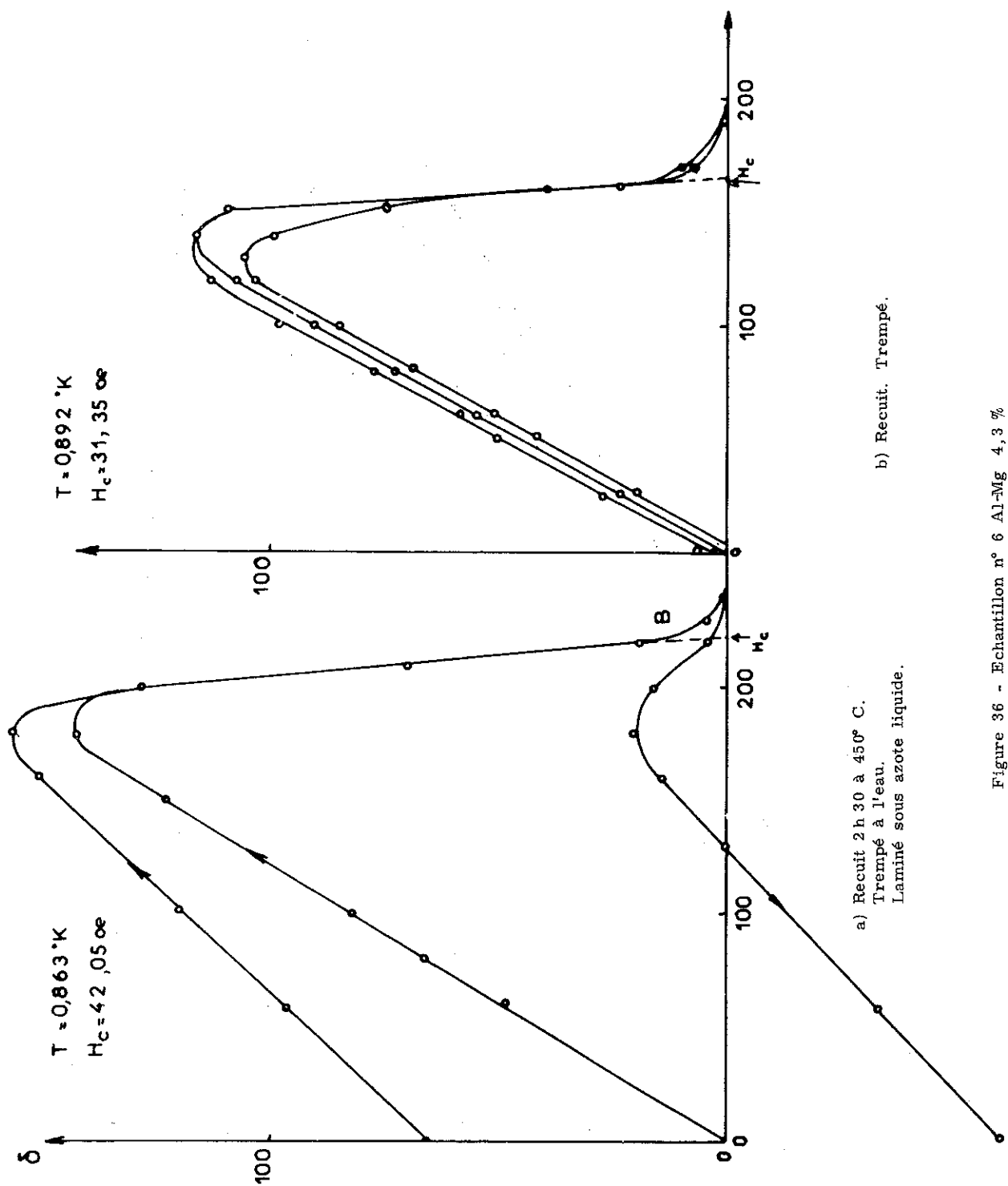


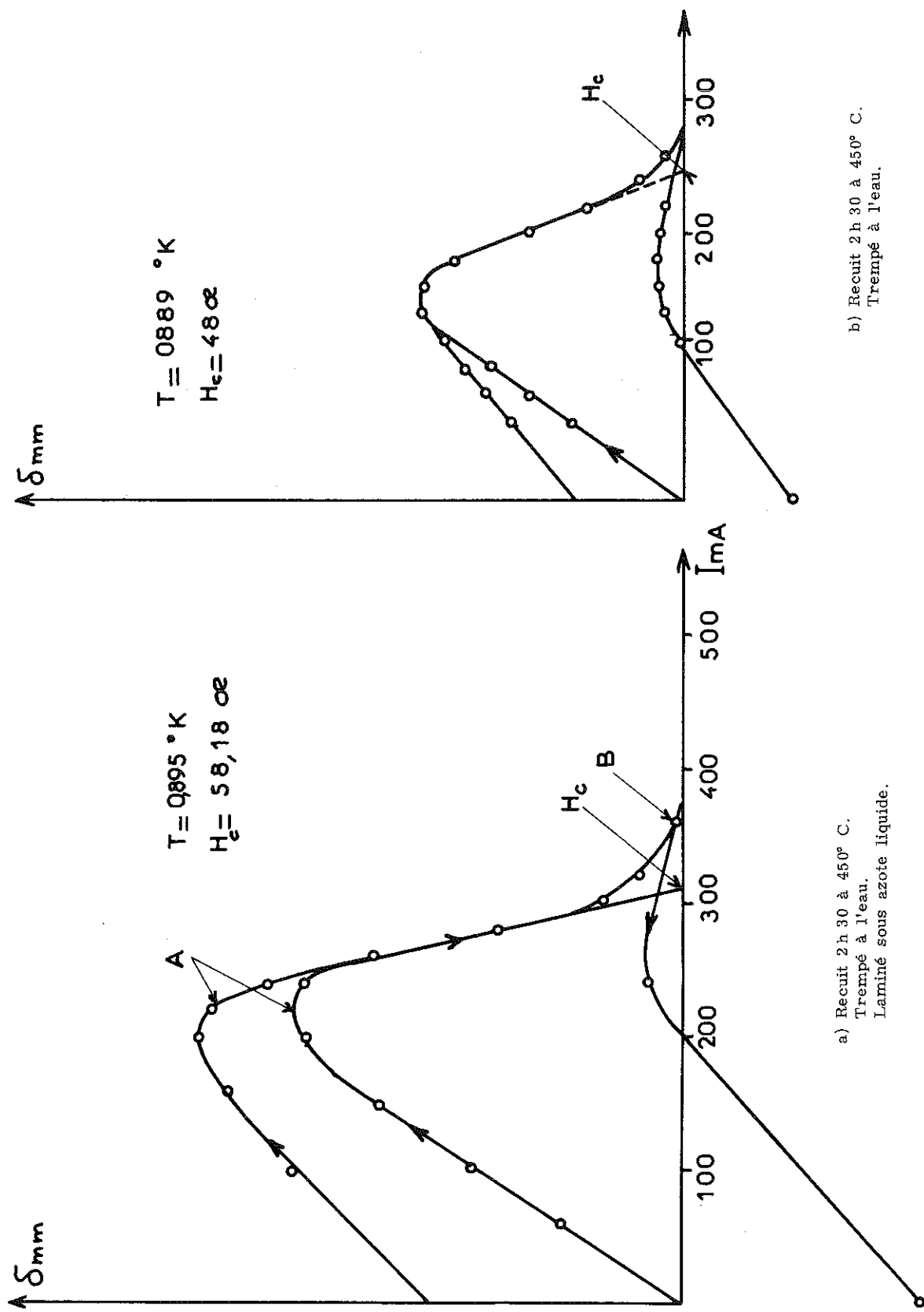
Figure 35 - Echantillon n° 5 Al-Mg 3 % recuit 2 h 30 à 500° C trempé à l'eau laminé sous azote liquide



a) Recuit 2 h 30 à 450° C.
Trempe à l'eau.
Laminé sous azote liquide.

b) Recuit. Trempe.

Figure 36 - Echantillon n° 6 Al-Mg 4,3 %



a) Recuit 2 h 30 à 450° C.
 Trempe à l'eau.
 Laminé sous azote liquide.

b) Recuit 2 h 30 à 450° C.
 Trempe à l'eau.

Figure 37 - Echantillon n° 7 Al-Mg 7,5 %.

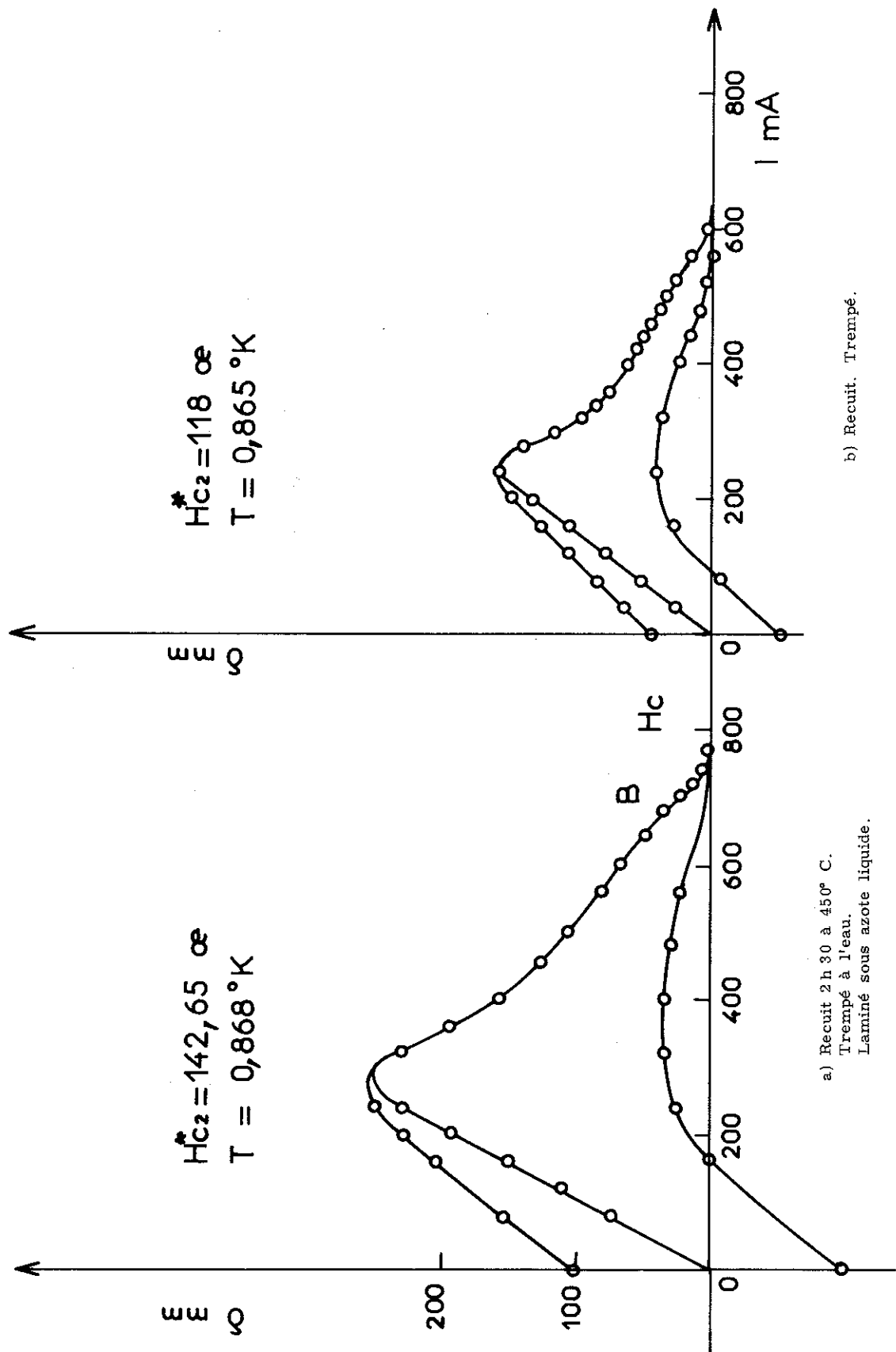


Figure 38 - Echantillon n° 8 Al-Mg 9,7 %.

laquelle l'aluminium n'est plus supraconducteur) que ceci pouvait être attribué à des petites particules ferromagnétiques. Celles-ci auraient pu se fixer sur l'échantillon soit au cours du laminage, soit au cours du découpage.

De ce fait, la précision sur μ dans la gamme de température étudiée est limitée à environ 1 %.

IX-2.2.1 - Variation de μ avec la température.

Dans la gamme de température étudiée, soit environ pour $0,7 T_c < T < T_c$ le flux gelé n'a pas varié, compte-tenu de la précision des mesures (figure 39).

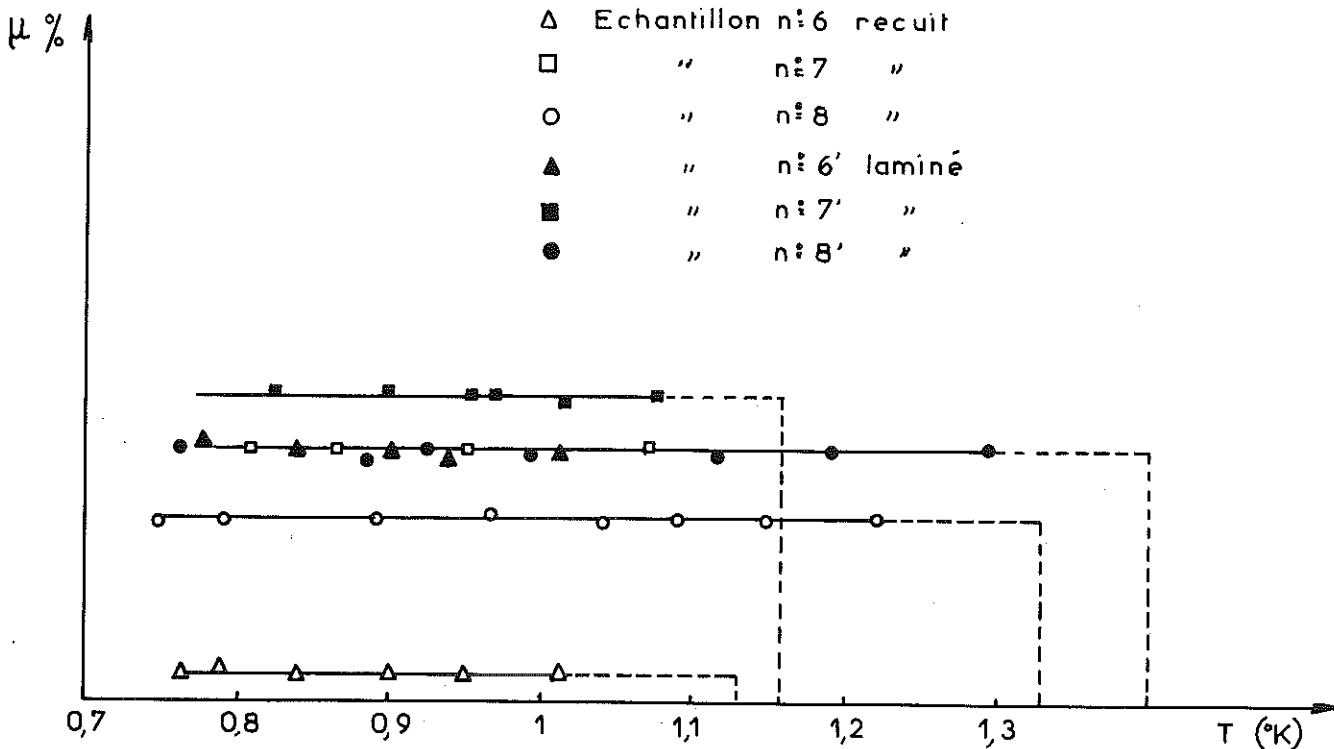


Figure 39 - Variation de μ en fonction de la température.

Ce comportement est différent de celui habituellement observé sur d'autres supraconducteurs et en particulier par Blanc et al [17] sur des échantillons de Rhénium et d'étain. Ces auteurs avaient en effet observé un minimum de flux gelé entre $0,8$ et $0,9 T_c$ atteignant 100 % au voisinage de T_c . On peut penser que sur les alliages Al-Mg le minimum est beaucoup plus plat et que la brusque remontée de μ au voisinage de T_c est dans notre cas, beaucoup trop proche de T_c pour que nos mesures aient un sens ; les aimantations étant alors beaucoup trop petites.

IX-2.2.2 - Variation de μ avec la résistivité résiduelle ρ_0 .

Nous pouvons constater figure 40 où nous avons porté le flux gelé μ en fonction de la résistivité résiduelle ρ_0 des différents échantillons :

1/ Une très nette discontinuité au voisinage de $\rho_{0c} = 2,47 \mu\Omega \cdot \text{cm}$, ($\sqrt{2} \kappa = 1$). Ceci est conforme à ce que nous avons prévu au départ de ce travail à savoir que la petitesse de l'état mixte favoriserait le piégeage du flux.

2/ Que l'influence des défauts est secondaire.

En effet :

Bien que les microscopies électroniques montrent que pour les échantillons 5, 6, 7, 8 la concentration de défauts créés lors de la trempe aille en décroissant le flux gelé varie en sens contraire.

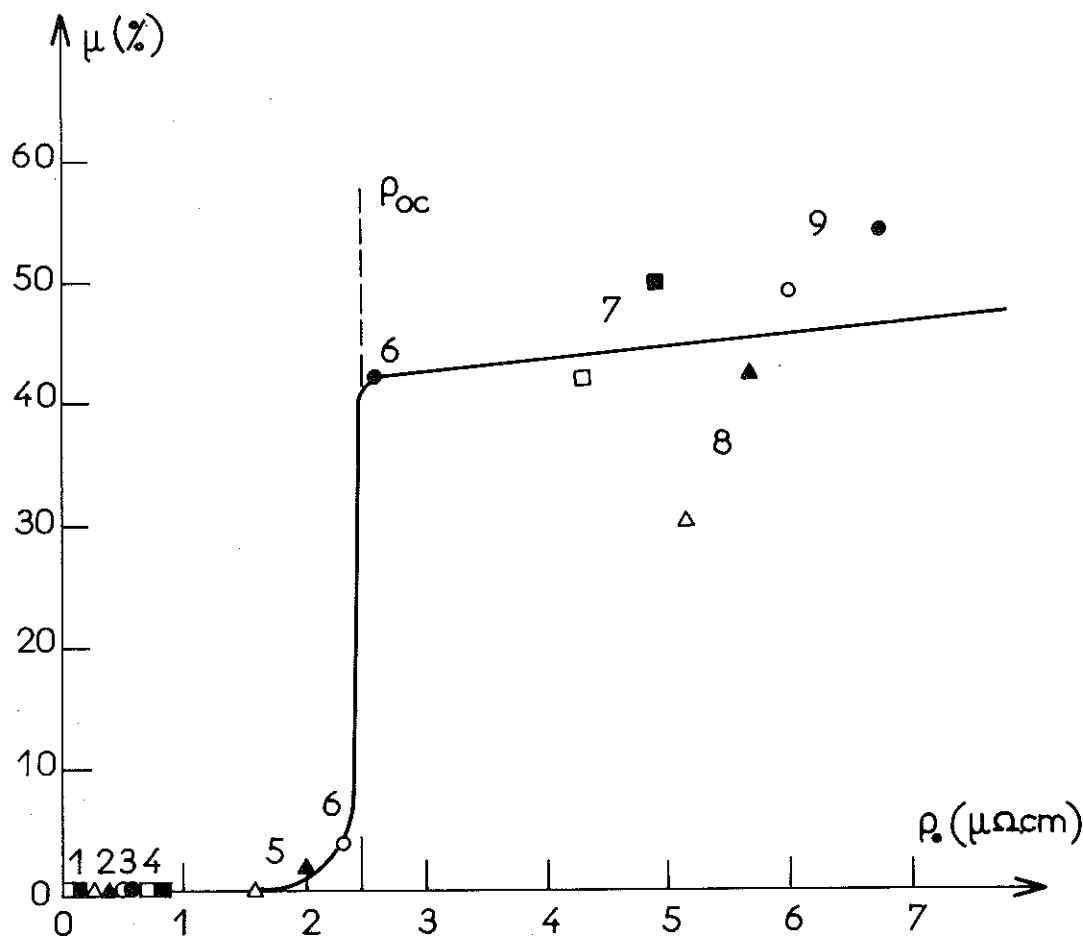


Figure 40 - Variation de μ en fonction de ρ_0 .

Pour un échantillon donné, l'augmentation du flux gelé lorsqu'on passe de l'état recuit à l'état laminé résulte :

- a) de l'augmentation de résistivité due aux défauts créés et
- b) de la présence même de ces défauts étendus ; mais b) a une influence beaucoup plus faible que a) (cf. échantillon n° 6).

IX-3 - PHENOMENES ANNEXES

IX-3.1 - Largeur de transition.

La figure 41 montre comment varie en fonction de la température la forme de la courbe d'aimantation de l'échantillon 4.

On constate qu'au voisinage de la température critique la partie descendante de cette courbe d'aimantation a tendance à s'aplatir et que même à la température la plus basse la pente de la courbe au voisinage de H_c est trop faible pour qu'on l'explique par le seul champ démagnétisant.

On peut expliquer ce phénomène en considérant que l'ensemble de l'échantillon est constitué par un mélange de régions dont les champs critiques varient entre H_1 et H_2 . On a porté figure 41 ces deux champs en fonction de la température et on en déduit que la température critique de l'alliage s'étale entre deux valeurs T_1 et T_2 . Contrairement à un métal pur, la transition entre l'état normal et l'état supraconducteur n'est pas brutale mais s'étale sur une bande de température $\Delta T_c \sim 0,1^\circ \text{K}$ dans ce cas particulier.

Ceci a été observé par de nombreux auteurs [49] et en particulier par Calverley et Rose Innes sur des alliages Ta-Nb [50].

Nous avons constaté ce phénomène sur tous les alliages Al-Mg étudiés, tant à l'état recuit qu'à l'état laminé ; il semble lié à une inhomogénéité métallurgique de l'échantillon.

On pourrait de cette manière expliquer l'arrondi des courbes d'aimantation au niveau du maximum d'aimantation et les queues de ces courbes au niveau du champ critique H_c .

IX-3.2 - Etude du supercooling dans l'aluminium de zone fondue (figure 37).

Le supercooling, caractéristique d'échantillons très purs, se produit lorsqu'on réduit le champ magnétique H , à température constante, depuis une valeur supérieure au champ critique H_c . L'échantillon reste à l'état normal jusqu'à un champ H_a inférieur à H_c . On peut caractériser quantitativement le supercooling par le rapport :

$$s = \frac{H_a}{H_c}$$

En H_a , le flux est expulsé brutalement de l'échantillon qui passe de l'état normal à l'état supraconducteur.

Ce phénomène a été observé sur l'étain [51] et l'aluminium [52].

Cet hystérésis n'est pas sans rappeler, les phénomènes de retard à l'ébullition d'une vapeur. En particulier nous avons constaté que :

a) Pour un champ donné $H_a < H < H_c$ où l'échantillon est normal (équilibre instable) on pouvait ramener celui-ci à l'état supraconducteur (état stable) par des chocs répétés communiqués par l'intermédiaire de la tige d'extraction.

b) Ce phénomène disparaît lorsque l'aluminium est laminé (voir figure 35) et on peut penser que les défauts créés par laminage, jouent un rôle analogue aux poussières et aux ions (germes) qui favorisent l'ébullition dans un liquide.

IX-3.3 - Vérification de la théorie des supraconducteurs de 2ème espèce.

D'après l'expression de κ vue précédemment, nous voyons que ce paramètre croît linéairement en fonction de la résistivité résiduelle, sous réserve que la chaleur spécifique électronique γ varie peu avec la concentration en magnésium.

Dans ces conditions on peut calculer la résistivité résiduelle critique ρ_{oc} pour laquelle on a

$$\kappa = \frac{1}{\sqrt{2}},$$

c'est-à-dire passage du supraconducteur de 1ère espèce à 2ème espèce.

En prenant $\gamma = 1350 \text{ ergs cm}^{-3}$ et $\kappa_0 = 0,03$, on trouve :

$$\rho_{oc} = 2,47 \mu\Omega \cdot \text{cm}.$$

Si on se rapporte au tableau donnant la résistivité des différents échantillons, on constate que les échantillons n° 7, 8, 9, ont un $\kappa > 1/\sqrt{2}$.

Figure 42, nous avons porté les courbes d'aimantation relatives aux échantillons 1, 7, 8, pour un champ critique thermodynamique H_c sensiblement égal. En supposant que la courbe de première aimantation est la plus proche de la courbe réversible caractérisant un supraconducteur idéal de 2ème espèce, on peut constater figure 42 que l'évolution de la forme des courbes est qualitativement conforme à celle prévue par la théorie [5].

L'échantillon n° 8 à l'état recuit étant celui pour lequel le comportement est le plus proche du comportement réversible ($\mu = 30 \%$) nous a semblé le plus propice à une vérification quantitative de la théorie des supraconducteurs de 2ème espèce.

Le tracé d'une courbe magnétique type est porté figure 43. On peut voir sur cette figure que nous avons déterminé :

a) le champ critique H_{c2} en extrapolant linéairement la queue de la courbe de première aimantation. Cette partie linéaire est prévue par la théorie [4, 5] et vérifiée à une exception près [51] par l'expérience [52, 53].

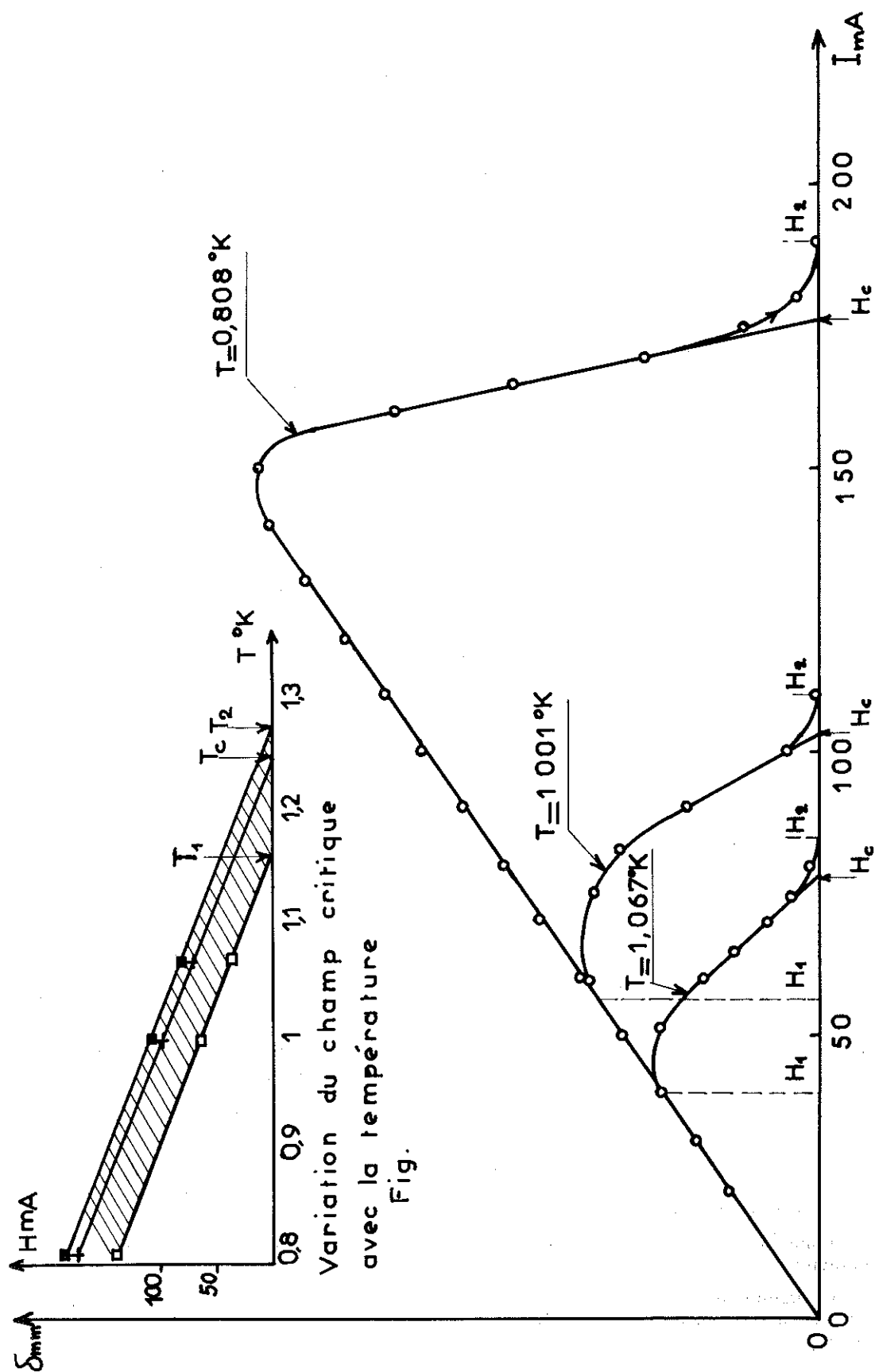


Figure 41 - Echantillon n° 4. Al-Mg 1,6 %. Recuit. Laminé sous azote liquide 2 h 30 à 500° C. Trempe à l'eau.

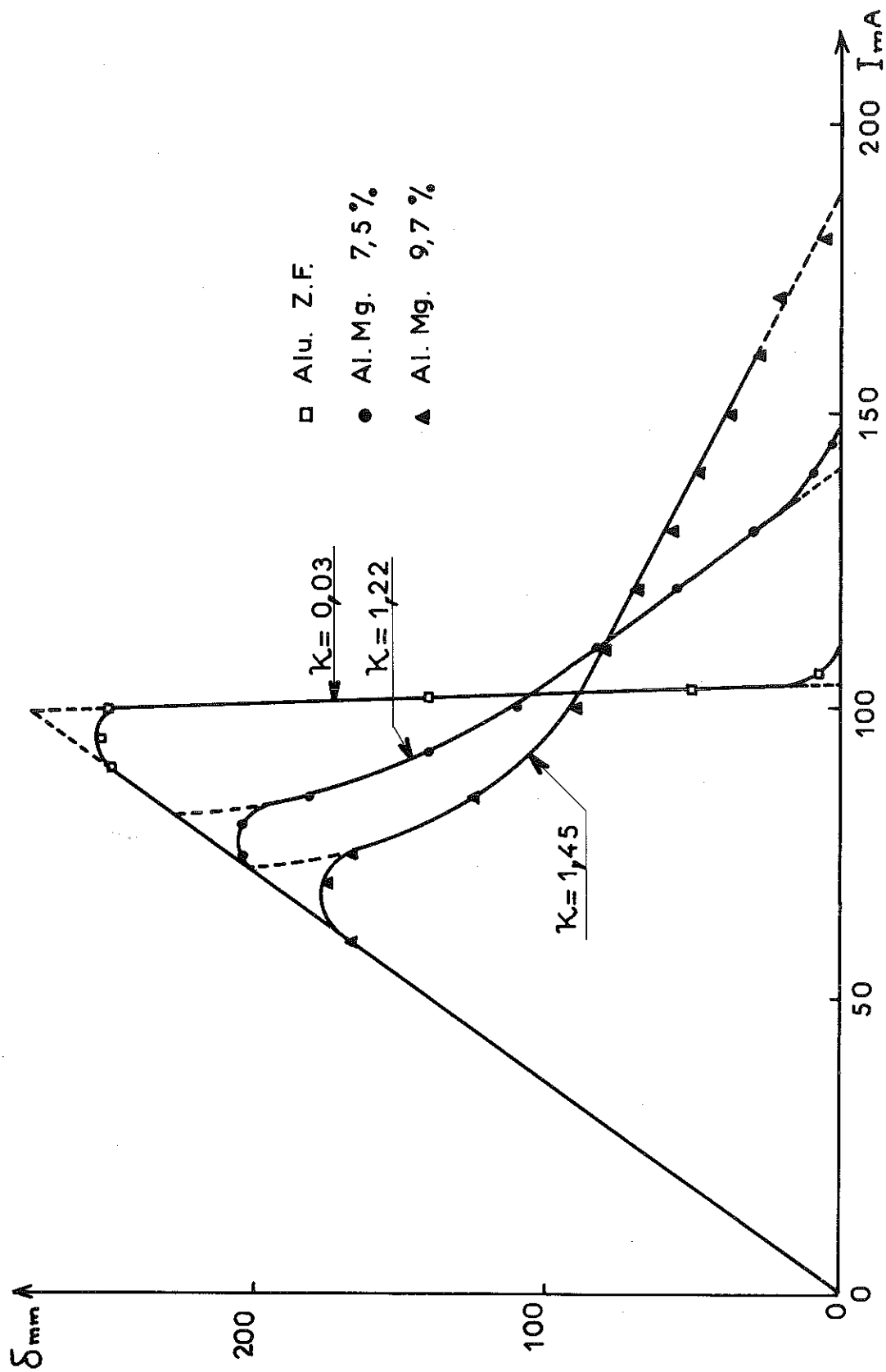


Figure 42

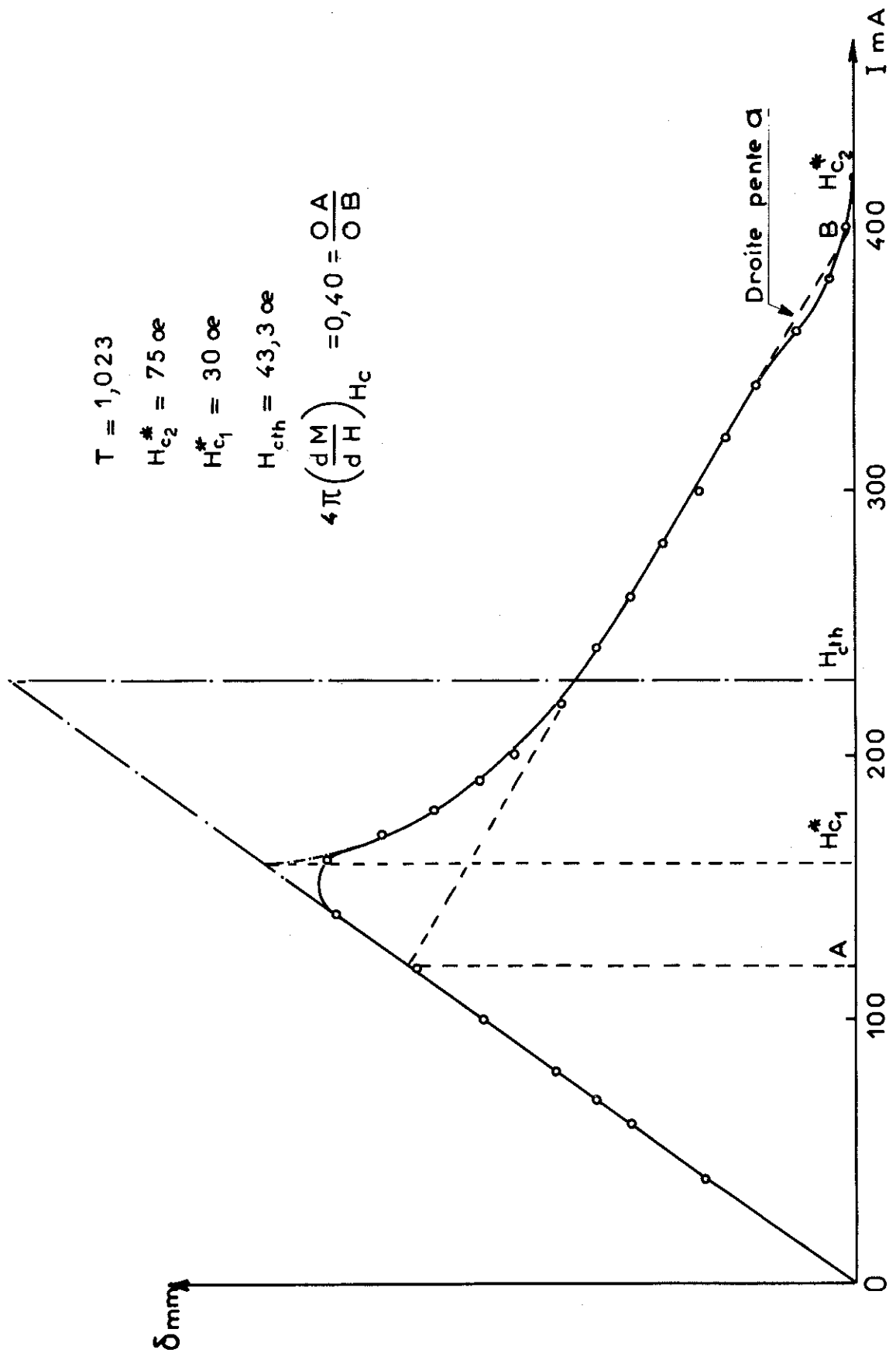


Figure 43

b) le champ critique H_{c1} en extrapolant cette même courbe d'aimantation au niveau du maximum, de telle façon que celle-ci recoupe la partie linéaire initiale avec une pente infinie, conformément à ce que prévoit la théorie.

c) le champ critique thermodynamique H_c en écrivant que l'aire sous la courbe d'aimantation est égale à :

$$\frac{H_c^2}{8\pi}$$

Nous avons porté figure 44, les différents champs H_{c1} , H_{c2} et H_c en fonction de la température.

Etant donné l'irréversibilité de nos courbes d'aimantation, il n'est pas question de vérifier directement la théorie des supraconducteurs de 2ème espèce. Nous nous bornerons à étudier les variations des différents paramètres $\kappa_1(t)$ et $\kappa_2(t)$, en fonction de la température réduite t et de comparer les valeurs ainsi obtenues de κ (par extrapolation au voisinage de T_c) à la valeur κ' déterminée par :

$$\kappa' = \kappa_0 + 7,5 \cdot \left(\frac{\gamma}{V}\right)^{1/2} \cdot \rho_0 \cdot 10^3 \quad (I.6)$$

D'après ce que nous avons vu précédemment κ' est la valeur la plus probable de la valeur absolue de κ .

La définition de $\kappa_1(t)$ et $\kappa_2(t)$ est donnée ci-dessous et nos mesures ayant été faites entre $0,74^\circ K$ et $T_c = 1,32^\circ K$, t varie entre 0,55 et 1.

D'après la théorie [42, 54, 55] on peut écrire :

$$H_{c2}(t) = \sqrt{2} \kappa_1(t) H_c(t) \quad (IX.3.3.1)$$

pour un alliage tel que :

$$\frac{l}{\xi_0} \ll 1,$$

l étant le libre parcours moyen des électrons et ξ_0 la longueur de cohérence. De plus [56] :

$$4\pi \left(\frac{dM}{dH} \right)_{H=H_{c2}} = \frac{1}{1,18 (2 \kappa_2^2(t) - 1)} \quad (IX.3.3.2)$$

Les variations théoriques de κ_1 et κ_2 sont données figure 45.

Pour l'échantillon considéré $l/\xi_0 = 5 \cdot 10^{-3}$ et $\kappa' = 1,45$ les variations de κ_1 en fonction de la température sont données figure 46 et semblent indiquer, malgré la grande imprécision des mesures, une faible décroissance de κ_1 en fonction de la température en accord avec la variation théorique.

La valeur de κ_1 au voisinage de T_c est beaucoup plus petite que celle κ' donnée par (I.6). Cette différence est normale compte-tenu de l'irréversibilité des courbes d'aimantations puisque celle-ci conduit à une valeur de H_c par excès et par conséquent à une valeur de κ par défaut.

Pour étudier les variations de κ_2 nous avons porté figure 47

$$\theta = \frac{d(4\pi M)}{dH} \Big|_{H=H_{c2}}$$

en fonction de la température. D'après (IX-3.3.1) on peut montrer que pour l'échantillon considéré :

$$\frac{d\theta}{\theta} \simeq -3 \frac{d\kappa}{\kappa}$$

Les résultats semblent indiquer que conformément à la théorie κ_2 croît en fonction de la température. Les points au voisinage de T_c sont certainement faussés par l'étalement des courbes dû à la largeur de la transition. Comme celle-ci est de l'ordre de $0,2^\circ K$ nous n'avons pas tenu compte des 3 points expérimentaux au voisinage de T_c .

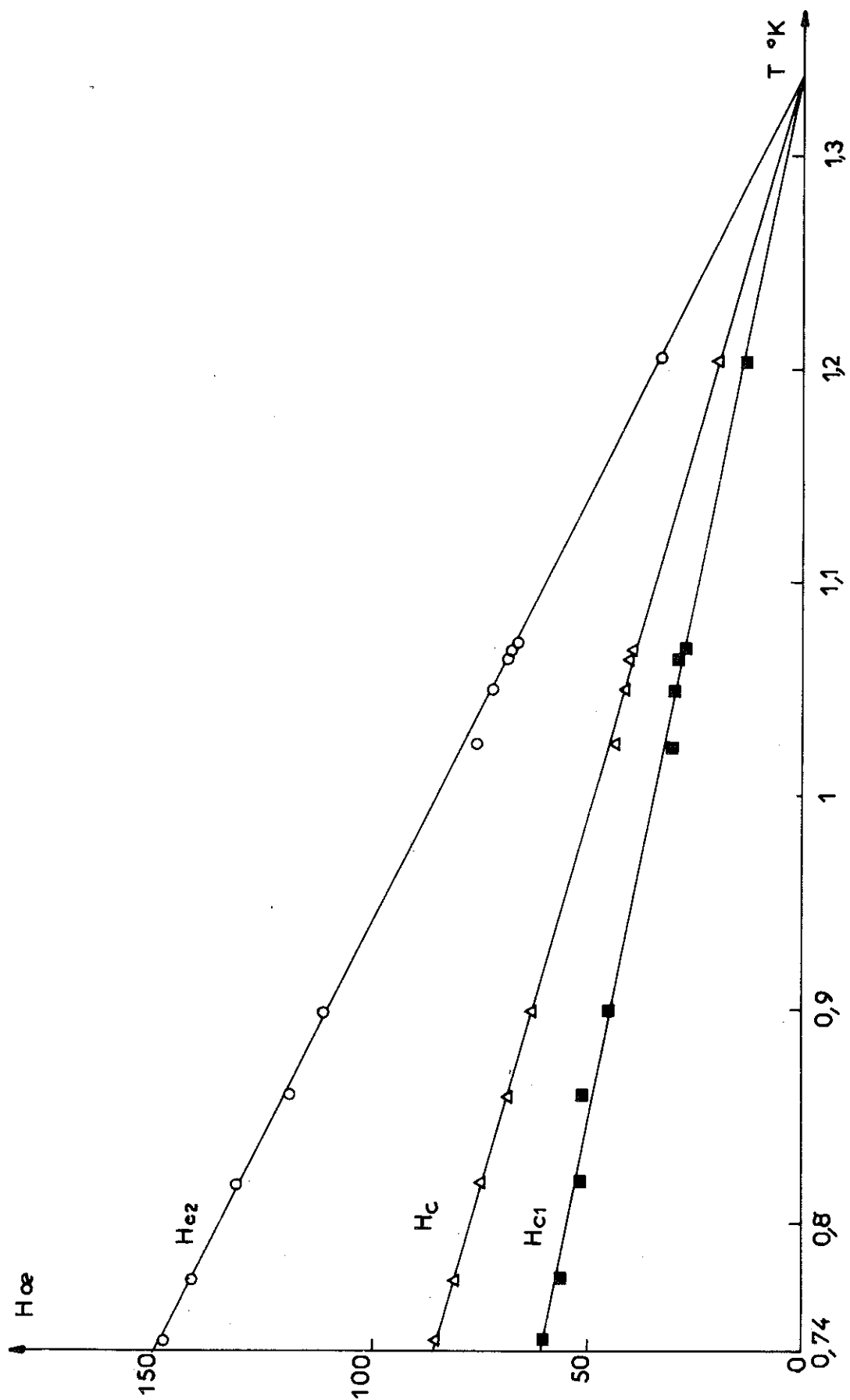


Figure 44 - $T_c = 1,323 \pm 0,01$.

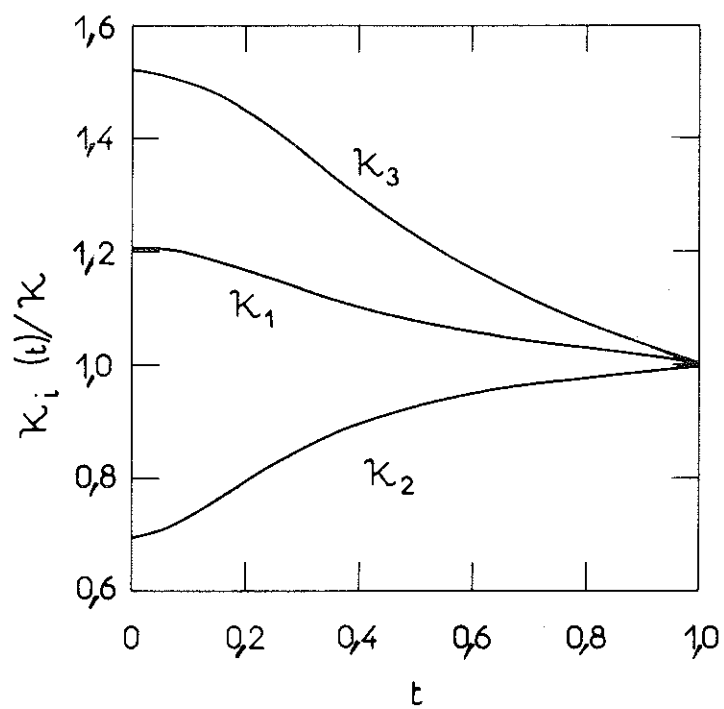


Figure 45

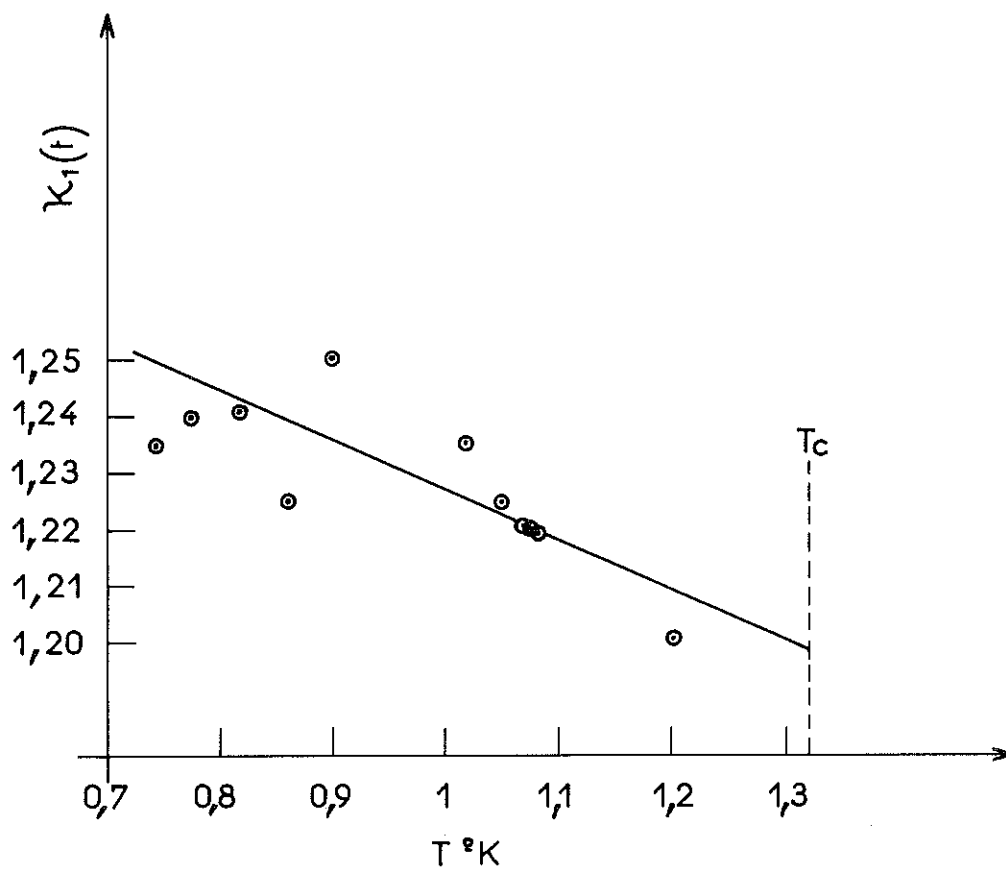


Figure 46 - Variation de κ_1 en fonction de la température.

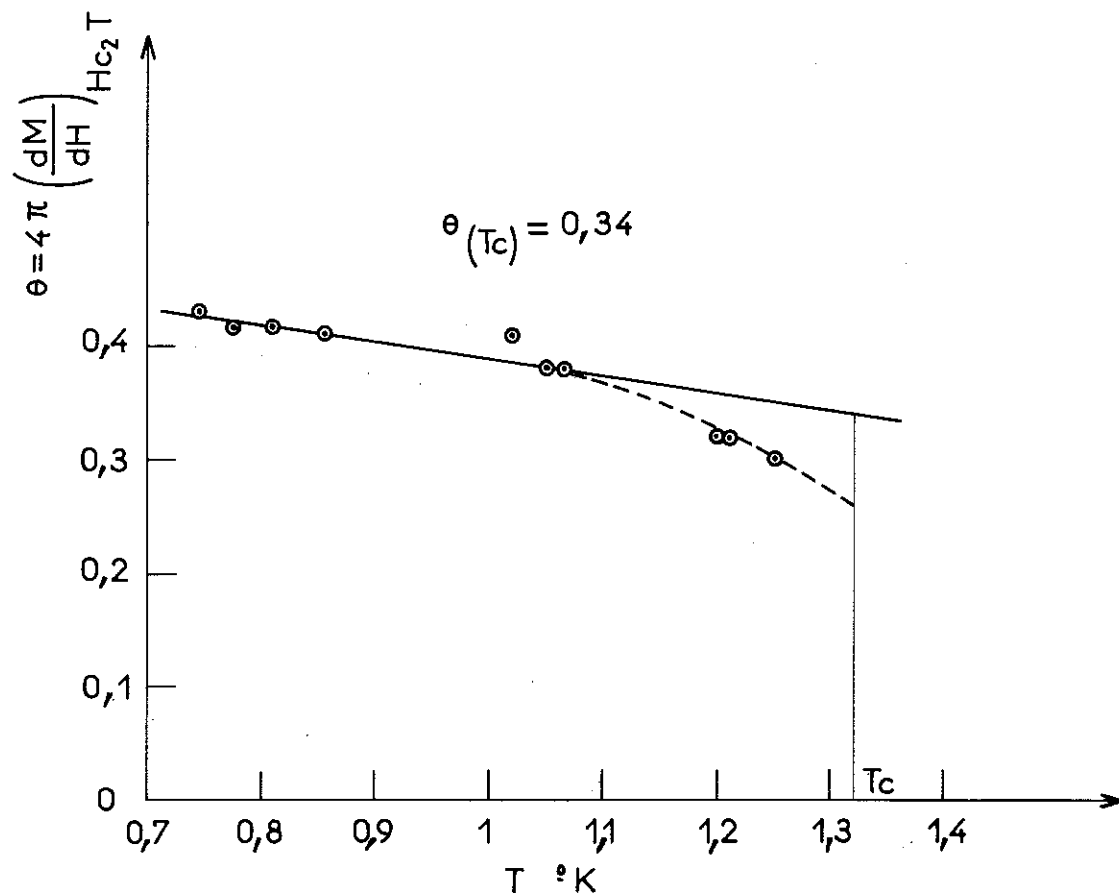


Figure 47 - Variation de $\theta = 4\pi \left(\frac{dM}{dH}\right)_{H_{C_2} T}$ en fonction de la température.

Encore une fois eu égard aux conditions dans lesquelles ces expériences ont été faites d'une part et à la grande irréversibilité de nos courbes d'aimantation d'autre part, ces résultats ne peuvent absolument pas être pris à la lettre et ne sont que des indications qui laissent entrevoir la possibilité d'un comportement conforme à la théorie dans les alliages Al-Mg.

La valeur de κ déterminée par extrapolation de la courbe $\kappa_2(t)$ au voisinage de T_c est, elle aussi, inférieure à la valeur κ' obtenue par [1]. Comme pour κ_1 cela s'explique par le fait que la courbe d'aimantation étant irréversible θ est connu par excès, et par conséquent κ_2 par défaut.

En résumé, les différentes valeurs de κ sont données ci-dessous :

$$\kappa' = 1,45 \quad \kappa_1(1) = 1,20 \quad \kappa_2(1) = 1,33$$

CHAPITRE X

CONCLUSION

Dans notre introduction nous avons admis que la persistance de l'état supraconducteur jusqu'à un champ magnétique H_{c2} supérieur au champ critique thermodynamique H_c était due à l'énergie de surface négative, conformément à la théorie de Ginzburg et Landau.

En réalité cette théorie, confirmée par de nombreuses expériences [51, 52, 53, 57] n'est pas encore unanimement admise et plusieurs auteurs [58, 59, 60, 61] s'appuyant sur le modèle de Mendelssohn, qui attribue ce type de comportement à la présence dans l'échantillon d'un réseau connexe de filaments supraconducteurs, ont proposé que ces filaments soient des dislocations.

L'étude que nous avons faite permet de préciser certains points que nous allons énumérer ci-dessous.

1/ Pour les alliages étudiés les courbes d'aimantation évoluent en fonction du paramètre κ conformément à ce que prévoit la théorie.

2/ Une confrontation entre les micrographies électroniques et la figure 41 donnant le flux gelé μ en fonction de la résistivité résiduelle ρ_0 , démontre que μ est essentiellement déterminé par le signe de $(\sqrt{2}\kappa - 1)$, c'est-à-dire le signe de l'énergie de surface. L'influence directe des dislocations sur μ est faible, mais ces dislocations peuvent agir indirectement sur μ en modifiant ρ_0 .

On retrouve ce résultat important dans les expériences de Pippard [62] sur des alliages d'indium dans l'étain et dans celles plus récentes de Chiou et al [63].

Ainsi le flux qui traverse un échantillon à l'état mixte ($\sqrt{2}\kappa > 1$) peut être bloqué plus facilement que lorsqu'il s'agit d'un échantillon dans l'état intermédiaire ($\sqrt{2}\kappa < 1$). Cette différence peut s'expliquer par la structure beaucoup plus fine de l'état mixte.

3/ En s'appuyant sur la "théorie filamentaire" de Mendelssohn on devrait trouver qu'un échantillon de seconde espèce, comportant beaucoup plus de dislocations à l'état laminé qu'à l'état recuit, présente une courbe d'aimantation plus étalée dans le premier cas que dans le second. Comme on peut le constater sur nos courbes il n'en est rien, et les expériences de Livingston [64] sur des alliages plomb-étain, et plomb-cadmium, montrent aussi nettement que les nôtres que c'est le phénomène inverse qui se produit.

4/ Nous avons constaté sur l'aluminium pur à l'état écroui et sur tous les autres alliages, même à l'état recuit, un étalement de la température critique, où ce qui revient au même, du champ critique. Autrement dit, un échantillon macroscopique ne peut être caractérisé par un champ critique H_c mais par un spectre répartissant les valeurs des champs critiques des différentes régions.

De cette manière on expliquerait les variations du champ critique du rhénium [65] et du niobium [66] ainsi que les arrondis des courbes d'aimantation au niveau de H_{c1} et H_{c2} .

Etant donné les conditions de préparation et les traitements thermiques appliqués aux échantillons, on ne peut jamais être certain de leur homogénéité. Il est très probable en particulier que la trempe que nous avons faite ne soit pas assez rapide pour empêcher la diffusion des atomes de magnésium, pour former des "clusters", ce qui entraîne des fluctuations de concentration à l'intérieur de l'échantillon.

Nous voyons donc finalement que les deux hypothèses (thermodynamique et "filamentaire") se complètent, différents points nécessitant la première hypothèse, (1. 2. 3.) d'autres la seconde (4), et qu'il serait absurde de rejeter l'une ou l'autre. Cependant, seule la première permet de prévoir quantitativement le comportement des supraconducteurs ; la seconde restant liée à la qualité de l'échantillon.

Par ailleurs nous avons montré que pour les alliages aluminium-magnésium, la variation de la température critique en fonction de la résistivité résiduelle ρ_0 de l'alliage, obéissait à la loi simple

$$10^3 \frac{\Delta T_c}{\rho_0} = -75 + 144 \log \rho_0 \quad \text{pour} \quad \rho_0 > 0,2 \mu\Omega \cdot \text{cm}$$

Enfin il semblerait que contrairement à ce qui a été observé par Bon Mardion et al [67] sur des alliages plomb-thallium, l'évolution du paramètre κ_2 dans les alliages Al-Mg, soit conforme aux prévisions théoriques de Maki. Ceci pourrait s'expliquer par le fait que le couplage dans Al-Mg est faible contrairement aux alliages du système Plomb-Thallium et laisserait entrevoir la possibilité de l'existence de supraconducteurs dits "du type III".

RÉFÉRENCES

- [1] V.L. GINZBURG et L.D. LANDAU - J.E.T.P. (USSR) 20 (1950) p. 1064.
- [2] T.E. FABER - Proceeding of the Royal Society 248 (1958) p. 460.
- [3] E.M. LIFSHITZ et Yo. V. SHARVIN - Dokl. Akad. Nauk. URSS 79 (1951). p. 783.
- [4] A.A. ABRIKOSOV - J.E.T.P. (USSR) 32 (1957) p. 1442.
- [5] B.B. GOODMAN - I.B.M. Journal 6 (1962) p. 63
- [6] A.B. PIPPARD - Proc. Camb. Phil. Soc. 47 (1951) p. 617.
- [7] W. De SORBO et W.A. HEALY - General Electric Research. Laboratory Report n° 60-R. L. 2743. M (1961).
- [8] B.B. GOODMAN - Journal Phys. Rad. 23 (1962) p. 204.
- [9] L.P. GORKOV - J.E.T.P. 10 (1960) p. 998.
- [10] A.B. PIPPARD - Proc. Roy. Soc. A 216 (1953) p. 547.
- [11] R.G. CHAMBERS - Proc. Camb. Phil. Soc. 52 (1956) p. 363.
- [12] E.A. DAVIES - Proc. Roy. Soc. A 255 (1960) p. 407.
- [13] P.R. DODGE - Phil. Trans. A 248 (1956) p. 553.
- [14] J. BARDEEN, L.N. COOPER, et R. SCHRIEFFER - Phys. Rev. 108 (1957) p. 1175.
- [15] E.A. LYNTON - La Supraconductivité. Dunod.
- [16] G. CHANIN, E.A. LYNTON et B. SERIN - Phys. Rev. 114 (1959) p. 719.
- [17] J. BLANC, B.B. GOODMAN, G. KUHN, E.A. LYNTON et L. WEIL - Proceedings of the 7th Conference of Low Temperature Physics-Toronto (1960) p. 393.
- [18] W.H. KEESOM - Helium Elsewer. Amsterdam (1942).
- [19] BLAISE, COOKE et HULL - Physica, 's-grav-, 6, 231, 1939.
- [20] A. WAXLER - Westinghouse Research Laboratories. Research Memo. 60-94-433-2-4. Pittsburgh (1960).
- [21] G. BON MARDION, B.B. GOODMAN, A. LACAZE - Cryogenics. 4 (1964) p. 26.
- [22] D. SHOENBERG - The Phys. Soc. (Cambridge) London. Conf. Report 2 (1947) p. 85.
- [23] D. De KLERK - Handbuch der Physik. Springer. Verlag, Berlin Göttingen. Heidelberg (1956) p.38.
- [24] A.H. COOK, H. MEYER et W.P. WOLF - Proc. Roy. Soc. London A 233 (1956) p. 536.
- [25] F.G. BRICKWEDDE, H. VANDIJK, M. DURIEUX, J.R. CLEMENT et J.K. LOGAN - Journal of Research of NBS 64 A 1 (1960).
- [26] T.R. ROBERTS, S.G. SYDORIAK et R.H. SHERMAN - Annexe 1961-5. Supplément au Bulletin de l'Institut International du Froid. Londres 20-22 sept. 1961 p. 115.
- [27] B.B. GOODMAN - Communication privée.
- [28] HARTSHORN - The properties of mutual inductance standards at telephonics frequencies. Proc. Phys. Soc. London 38 (1926) p. 302.
- [29] The 1958 He⁴ Scale of temperature NBS Monograph n° 10.
- [30] G.K. WHITE - Experimental techniques in low temperature physics Oxford (1959) p. 99.

- [31] M. HANSEN - Constitution of binary alloys Mc. Graw-Hill
- [32] O. DIMITROV - Thèse Faculté des Sciences de l'Université de Paris (1960) Série A n° 3624 n° d'ordre 4496.
- [33] R. GEISER - Thèse Faculté des Sciences de l'Université de Grenoble (1963).
- [34] G. CHANIN, E.A. LYNTON et B. SERIN - Phys. Rev. 114 (1959) p. 719.
- [35] A.N. GERRITSEN - Handbuch der Physics Vol 19 (1958) p. 172.
- [35 bis] ROBINSON A.T. et DORN J.E. - J. Metals Trans. 3, p. 457 - 1951.
- [35 ter] FABER - Proc. Roy. Soc. A 231 (1955) 336.
- [36] P.B. HIRSH, R.W. HORNE et M.J. WHELAN - Phil. Mag. 1 (1956) p. 677.
- [37] W. BOLLMANN - Phys. Rev. 103 (1956) p. 1588.
- [38] M.J. WHELAN, P.B. HIRSH, R.W. HORNE et W. BOLLMANN - Proc. Roy. Soc. A 240 (1957) p. 524.
- [39] D.W. PASHLEY, J.W. MENTER et G.A. BASSETT - Nature, London, 179 (1957) p. 752.
- [40] C.K. JACKSON - Non publié.
- [41] G. THOMAS - Phil. Mag. 4 (1959) p. 1213.
- [42] K. MAKI - Physics. 1 (1964) p. 21.
- [43] B.B. GOODMAN - Communication privée.
- [44] D.P. SERAPHIM, C. CHIOU, et D.J. QUINN - Acta Metallurgica 9 (1961)
- [45] E.A. LYNTON, B. SERIN et M. ZUCKER - Journal Chem. Solids 3 (1957) p. 165.
- [46] G. BOATO, G. GALLINARO et C. RIZZUTO - Rev. of Modern Physics 36.
- [47] C. CAROLI, P.G. de GENNES, et J. MATRICON - Journal. Phys. Rad. 23 (1962) p. 707.
- [48] N.E. PHILLIPS - Phys. Rev. 114 (1959) p. 676.
- [49] D. SCHOENBERG - Superconductivity. Cambridge University Press (1952) p. 37.
- [50] A. CALVERLEY et A.C. ROSE-INNES - Proc. of Roy. Soc. A 255 (1960) p. 267.
- [51] T.F. STROMBERG et C.A. SWENSON - Phys. Rev. Letters 9 (1962) p. 370.
- [52] G. BON MARDION, B.B. GOODMAN et A. LACAZE - Physics Letters 2 (1962) p. 321.
- [53] T. KINSEL, E.A. LYNTON et B. SERIN - Physics Letters 3 (1962) p. 30.
- [54] P.G. de GENNES - (Sous presse).
- [55] E. HELFAND et N.R. WERTHAMER - Phys. Rev. Letters 13 (1964) p. 686.
- [56] K. MAKI - Physics 1 (1964) p. 127.
- [57] J.D. LIVINGSTON - Phys. Rev. 128 (1963) p. 1943.
- [58] K. MENDELSSOHN - Proc. Roy. Soc. (London) A 152 (1935) p. 34.
- [59] B.G. LAZAREV et A.A. GALKIN - J.E.T.P. USSR 8 (1944) p. 371.
- [60] R.W. SHAW et D.E. MAPOTHER - Phys. Rev. 118 (1960) p. 1474.
- [61] C.P. BEAN - Phys. Rev. Letters 8 (1962) p. 250.
- [62] A.B. PIPPARD - Phil. Trans. Roy. Soc. (London) 248 (1955) p.9.
- [63] C. CHIOU, R.A. CONNELL et D.P. SERAPHIM - Phys. Rev. 19 (1963) p. 1070.
- [64] J.D. LIVINGSTON - Journal of Applied Physics 34 (1963) p. 3028.
- [65] J.K. HULM et B.B. GOODMAN - Phys. Rev. 106 (1957) p. 659.
- [66] J.J. HAUSER et E. BUCHLER - Phys. Rev. 125 (1962) p. 142.
- [67] G. BON MARDION, B.B. GOODMAN et A. LACAZE - (Sous presse).

Manuscrit reçu le 21.10.1965.

DEUXIEME THESE

Propositions données par la Faculté

Vu :
Grenoble, le 15.5.65.
Le Président de la thèse
L. WEIL

Vu :
Grenoble, le 5.5.65.
Le Doyen de la Faculté des Sciences
L. WEIL

Vu, et permis d'imprimer,
Le Recteur de l'académie de Grenoble
R. TREHIN

IMPRIMERIE LOUIS-JEAN

Ouvrages scientifiques

TYPO - OFFSET

GAP (Hautes-Alpes)

Dépôt légal n° 219

1966