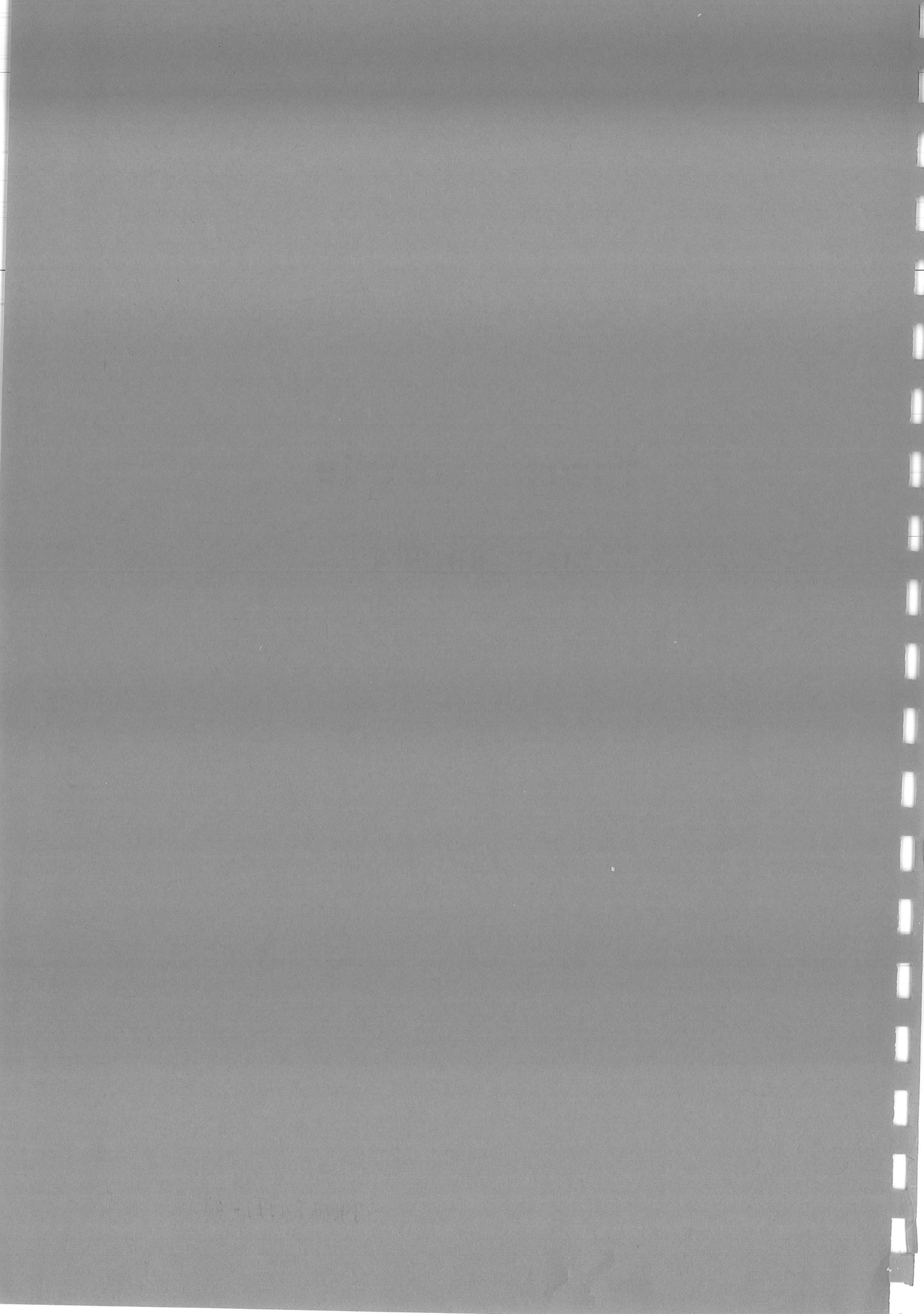


# Thermométrie

J. P. BRISON

DRTBT 1991-08



# Thermométrie à basse température

## Introduction

Il y a plusieurs problèmes posés par la thermométrie en dessous de 100 mK. Le premier étant d'ailleurs la nécessité de l'effectuer soi-même (ou du moins en place sur l'expérience en question !).

On commencera donc par regarder:

1) Les thermomètres secondaires (résistances électriques ayant des caractéristiques  $R(T)$  "intéressantes") avec les problèmes de :

- sensibilité
- reproductibilité
- saturation aux plus basses températures

pour en venir au problème de l'étalonnage de ces thermomètres avec

2) Les thermomètres primaires, en général beaucoup plus lourds à utiliser ou mettre en place mais qui permettent une détermination absolue de la température. On ne regardera que les techniques les plus simples qui fournissent cependant déjà une couverture complète de la gamme de température accessible aux cryostats à dilution:

- CMN (sel paramagnétique).
- Points fixes (supraconducteurs) du NBS.
- Orientation nucléaire.

## 1) Thermomètres secondaires

- Types de résistances utilisées en dessous de 1 K (sensibilité, reproductibilité).

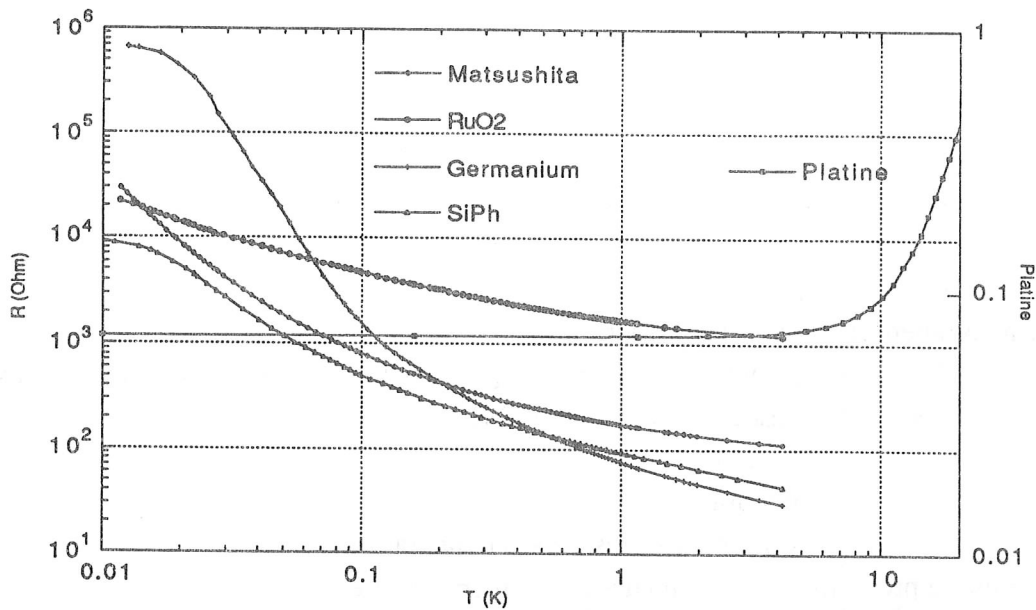
A basse température les thermomètres métalliques (Pt, In...) ne fonctionnent plus. Ils perdent en effet toute sensibilité en dessous de 4.2 K, leur résistivité étant alors dominée par la résistivité résiduelle (collision sur les impuretés, les défauts du réseau cristallin...), constante en température (à l'exception près des alliages Kondo de type Rh-Fe qui restent sensibles jusqu'à 500 mK).

On utilise alors essentiellement deux types de thermomètres résistifs: des semiconducteurs dopés ou des métaux proches d'une transition métal-isolant, qui ont tous des résistivités  $R(T)$  ayant tendance à diverger à basse température.

On peut encore les classer en deux grandes catégories:

- les composés "propres", du style Ge, AuFe, SiPh (sous forme de films minces ou de cristaux), et
- les composés "amorphes", comme les résistances de carbone (Speer, Matsushita), les oxydes de Ruthénium...





Variation en température de quelques résistances typiques

Les premiers ont des chaleurs spécifiques faibles, ont des caractéristiques  $R(T)$  très reproductibles, mais sont soit assez difficiles à fabriquer (dosage critique des dopants ou impuretés...), soit assez chers à l'achat. De plus, ayant peu de chaleur spécifique, ils sont très sensibles aux puissances parasites et fonctionnent rarement bien en dessous de 20 mK. Ormis les Au-Fe, ils sont très sensibles au champ magnétique.

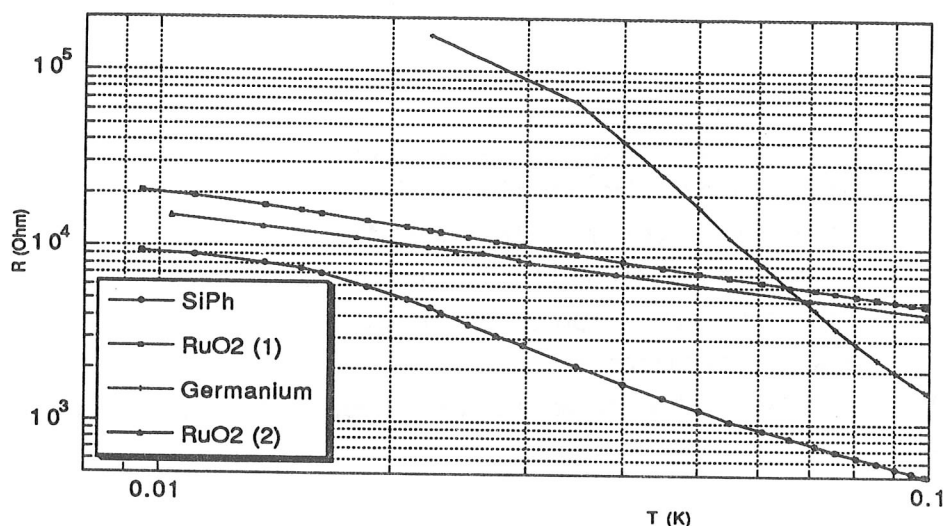
Les seconds, "amorphes", ont des chaleurs spécifiques non négligeables, de mauvaises diffusivités thermiques mais, bien thermalisés, ils peuvent fonctionner jusqu'à 10 mK au moins. Ils sont en effet moins sensibles aux puissances parasites, et ont des caractéristiques  $R(T)$  divergeant moins violemment à basse température. Ils ne coutent en général que quelques centimes pièce (ce sont des composants standard de l'industrie électronique).

Malheureusement, il n'existe pour aucun de ces thermomètres de loi physique simple, précise et reproductible décrivant  $R(T)$ : un étalonnage systématique est nécessaire.

#### - Thermalisation-Saturation

Le problème de la thermalisation des thermomètres sur le point froid du cryostat devient critique en dessous de 100 mK par suite de l'accroissement des résistances thermiques de contact (Kapitza en  $T^{-3}$ ), et d'une grande sensibilité aux puissances parasites (chaleur spécifique de plus en plus faible).

En général, en dessous d'une certaine température dépendant à la fois du type de thermomètre, du montage, ou de l'humeur du jour (!...), le thermomètre sature ( $dR/dT \rightarrow 0$ ): il reste plus chaud que le cryostat.



Saturation de différentes résistances à basse température.

A l'origine de ce phénomène, il peut y avoir:

- un courant d'injection trop fort dans le thermomètre.
- un couplage thermique insuffisant ou une conductivité thermique intrinsèque trop mauvaise.
- la présence de puissances parasites (RF, vibrations mécaniques, rayons  $\gamma$ ...).

A 10 mK, l'ordre de grandeur des puissances maximales admissibles sur les thermomètres est d'environ 1 fW. Pour limiter ce problème ont essayé donc à la fois:

- de réduire les puissances parasites sur le thermomètre (blindage, filtres HF à la sortie de tous les fils de mesure du cryostat, assise du cryostat sur quelques tonnes de béton..., découplage des pompes, lecture des thermomètres par une électronique bas bruit...).
- d'améliorer la thermalisation du thermomètre: les thermomètres "propres" (Ge...) sont souvent bien thermalisés par leurs fils de mesure (contact électronique). Pour les amorphes, on gagne souvent beaucoup à les amincir (problème de diffusivité interne), et à assurer la thermalisation par un serrage mécanique de tout l'échantillon (cf la dépendance en pression du Kapitza).

Malgré toutes ces précautions, en dessous de 10 mK, une thermométrie primaire peut devenir indispensable pour déterminer, à tout le moins, la température du réfrigérateur (quand à celle de l'échantillon...).

## 2) Thermomètres primaires.

La thermométrie primaire est souvent lourde, mais nécessaire pour:

- étalonner les thermomètres secondaires (on peut acheter des Ge ou des "carbon glass" étalonnés jusqu'à 20 mK, mais l'étalonnage, dans cette gamme, doit être vérifié sur place: cf le pb de saturation...)

- déterminer la température en dessous de 10 mK: le fonctionnement des thermomètres résistifs devient alors trop aléatoire pour pouvoir en attendre une précision sur  $T > 10 \%$ .

### - Types de thermomètres primaires:

Les plus usuels sont: - Les thermomètres thermodynamiques (bulbe à  $\text{He}^3$  ou  $\text{He}^4$  pour  $T > .6 \text{ K}$ ; courbe de fusion de l' $\text{He}^3$  pour  $T < .3 \text{ K}$ )

- Les thermomètres magnétiques: CMN...

- Nucléaires: RMN du Pt, orientation nucléaire du  $\text{Co}^{60}$ ...

- Supraconducteurs (points fixes du NBS)

- Les thermomètres de bruit.

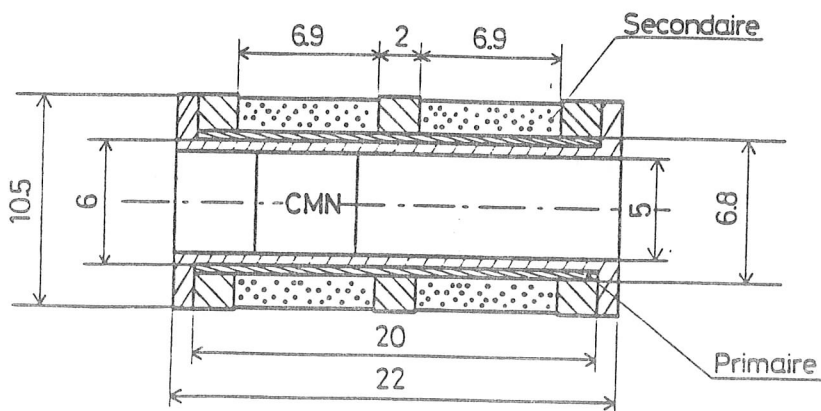
Nous nous limiterons aux plus simples à mettre en oeuvre: CMN, points fixes et orientation nucléaire.

### - CMN:

C'est un sel paramagnétique ( $2\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 3\text{Mg}(\text{NO}_3)_3 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$ ) où les ions de Ce sont porteurs d'un moment magnétique. Comme ils sont dilués, les interactions entre Ce sont faibles et le sel suit une loi de Curie ( $\chi \propto 1/T$ ) jusqu'à très basse température.

La mesure consiste donc à détecter la susceptibilité du sel, en général à l'aide d'une simple mesure de mutuelle (ou avec un SQUID pour les cas extrêmes). Avec (en théorie !) quelques points d'étalonnage à haute température (autour de 1 K) pour déterminer la pente, on obtient une mesure fiable de T dans la gamme:  $1 \text{ K} \rightarrow 10 \text{ mK}$ .

En pratique, on a un montage du type:



Inductance mutuelle et  
CMN (les deux parties  
de la secondairesont  
bobinées en sens inverse)

On détecte l'inductance mutuelle entre la primaire et la secondaire, modifiée par la présence du CMN dans l'une des deux parties de la mutuelle:

$$M = M_0 + M'\chi = M_0 + \alpha/T$$

Les points de calibration à haute température doivent donc permettre de déterminer les deux paramètres  $M_0$  (mutuelle à vide) et  $\alpha$ . Il y a tout de même quelques précautions à prendre:

- contrôler la mutuelle à vide (inclusions supra, particules magnétiques...)
- contrôler le courant injecté dans la primaire (échauffement inductif, saturation de l'aimantation du CMN dans quelques Gauss...)

- s'assurer de la pureté du CMN: la présence d'impuretés de Fe ou autres peut conduire à des anomalies suite à un ordre magnétique...)

- thermalisation: le CMN a beaucoup de chaleur spécifique (magnétique) et une mauvaise diffusivité thermique. Mais le Kapitza avec l' $He^3$  ou l'Ag est relativement faible. Pour le thermaliser, on le réduit donc le plus souvent en poudre et soit:

- on le met dans la boîte à mélange.
- on le mélange avec de la graisse à vide dans des fils de cuivre
- on le mélange avec de la poudre d'Ag frittée et des feuilles de cuivre très fines.

Sinon, les constantes de temps de thermalisation peuvent être très longues.

- il faut aussi éviter de le laisser longtemps sous vide à température ambiante car il se déshydrate (ou il faut le sceller).

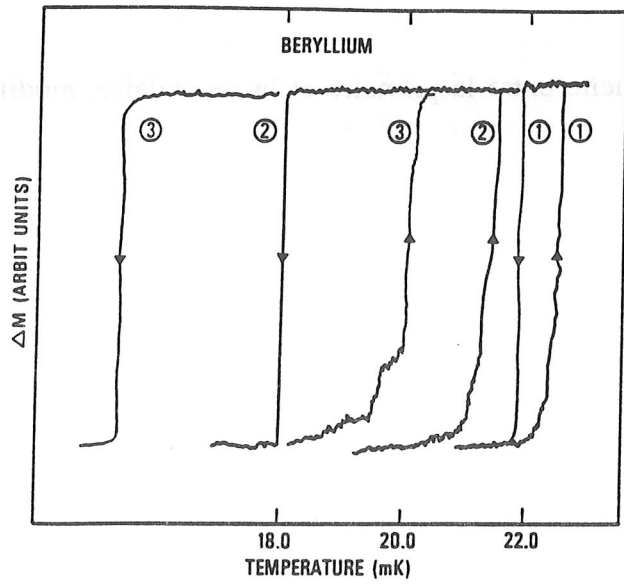
Mais le problème majeur pour avoir une bonne précision à basse température est la déviation à la loi de Curie: le CMN, bien que dilué, a une température d'ordre  $\theta = 1.9$  mK. La présence d'interactions entre ions magnétiques fait que la susceptibilité du sel ne suit pas une loi de Curie mais de Curie-Weiss:

$$\chi \propto 1/(T + \Delta)$$

Une compensation entre les effets de champ locaux et de champ démagnétisant (pour un échantillon de forme sphérique, ou cylindrique avec un rapport  $d/h=1$ ) font que  $\Delta$  est très réduit par rapport à  $\theta$ , de l'ordre de 0.3 mK. Il faut donc prendre bien soin de respecter ces formes d'échantillon ou mieux, disposer aussi d'autres points de contrôle à basse température permettant de déterminer  $\Delta$ .

#### -Points fixes du NBS:

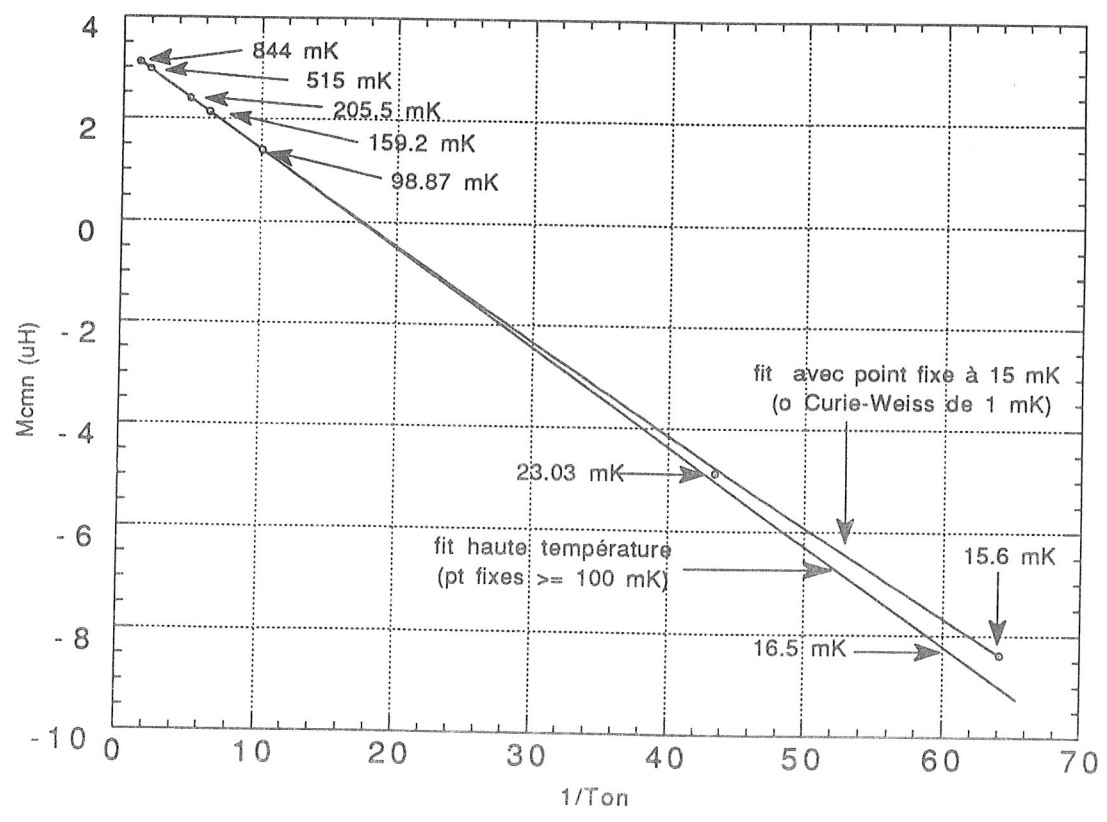
Ce sont des supraconducteurs de type I, dont la température de transition a été calibrée par le NBS, avec des largeurs de transition de l'ordre de quelques dixièmes de mK, reproductibles à 0.1 mK près, et qui fournissent des points de référence entre 15 mK et 7K. On détecte les transitions par susceptibilité, les points fixes étant vendus dans des mutuelles prêtes à l'emploi.



- 1)  $H = 0.0 \mu T$
- 2)  $H = 9.5 \mu T$
- 3)  $H = 19 \mu T$

Transition du point fixe à 23 mK (Be) et effets du champ sur  $T_c$  et le supercooling.

Ils sont particulièrement utiles pour étalonner un CMN, notamment à basse température. Ils nécessitent néanmoins un bon écrantage du champ magnétique terrestre: en effet le champ critique des points basse température est très faible (d'où une variation rapide de  $T_c$  avec le champ), et la calibration est effectuée au NBS dans un champ résiduel inférieur au  $\mu T$ . Il faut donc écranter le champ terrestre ( $50 \mu T$ ) avec des écrans en fer doux et  $\mu$ -métal à l'extérieur du cryostat, ou du ruban amorphe (qui fonctionne aussi à froid). Dernier détail: la précision des étalonnages aux plus basses températures est contestée...



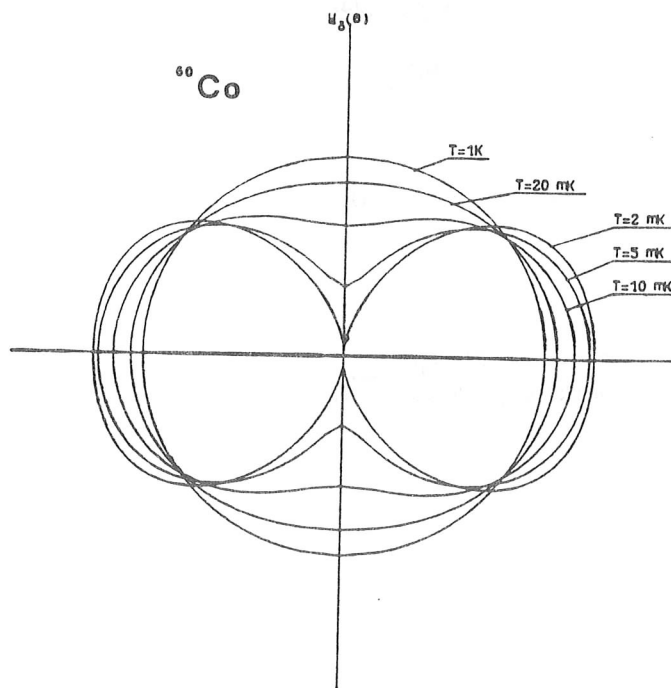
CMN étaloné avec les points fixes et une température de Curie Weiss de 1 mK  
 Comparaison avec un fit de Curie avec les points fixes à  $T \geq 100$  mK: .6 mK d'écart à 23 mK, 1 mK à 15 mK, et 3 mK à 10 mK...



### - Orientation nucléaire.

C'est une technique sensible en dessous de 30 mK (avec du  $\text{Co}^{60}$ ) qui a l'avantage énorme d'être très simple à mettre en oeuvre (pas de fils, de bobines de détection, d'électronique bas bruit...). Elle consiste à détecter la polarisation des spins nucléaires d'une aiguille de Co dans un champ magnétique (elle suit une loi en température parfaitement connue), par l'intermédiaire des rayons  $\gamma$  émis par les isotopes radioactifs présents dans l'aiguille préalablement irradiée (la distribution angulaire de l'émission des  $\gamma$  ne dépend que de la direction du spin du noyau émetteur).

On utilise en général des aiguilles de  $\text{Co}^{60}$  monocristallines (durée de vie: de l'ordre de 5 ans). Le Co étant ferromagnétique, il existe un champ interne dirigé dans l'axe de l'aiguille, et le champ hyperfin vu par les noyaux est de l'ordre de 21.8 T. A chaud ( $T > 100$  mK), les spins nucléaires sont complètement libres et la distribution des  $\gamma$  est isotrope. En dessous de 50 mK, les noyaux se polarisent sur le champ interne et l'émission des  $\gamma$  diminue dans l'axe de l'aiguille et augmente dans le plan perpendiculaire.

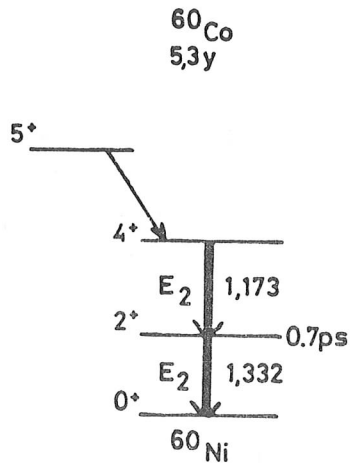


Distribution angulaire des  $\gamma$  émis en fonction de la température.

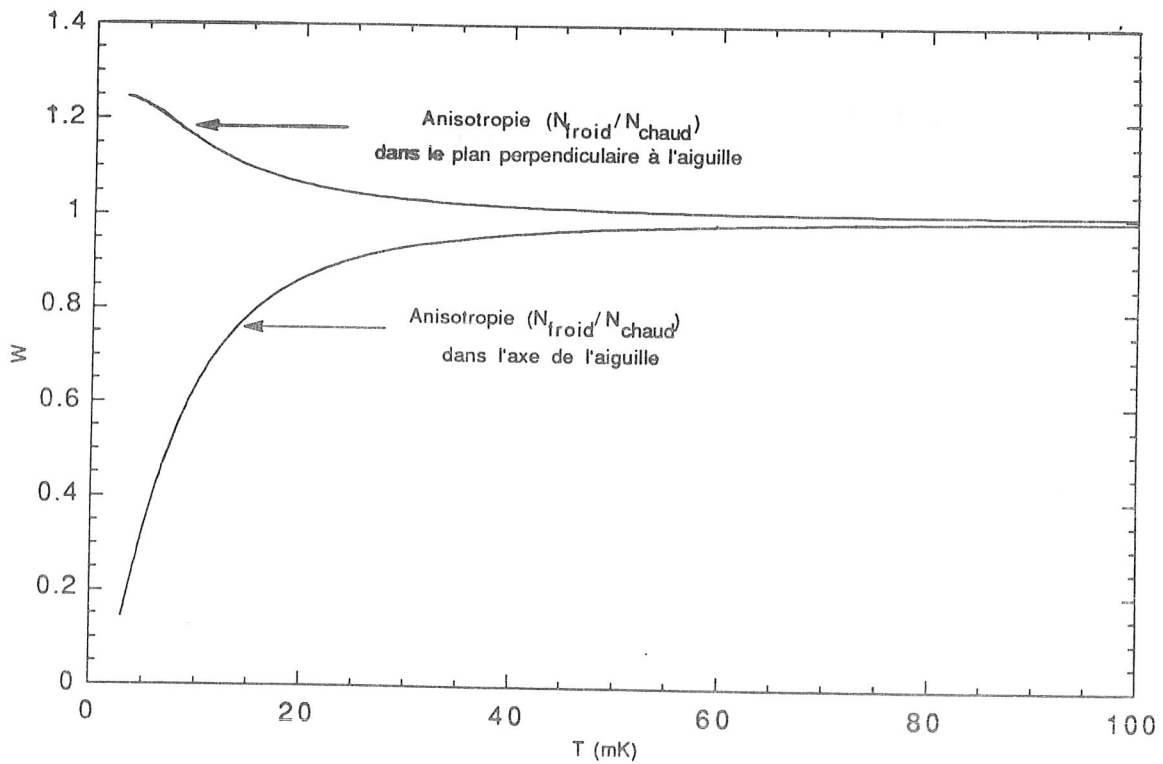
Expérimentalement, il suffit donc d'avoir une aiguille dans le cryostat, et en mesurant avec un détecteur (photomultiplicateur ou jonction au Ge...) à l'extérieur du cryostat (!) le rapport entre le nombre de coups à chaud et à froid dans une direction donnée, on a une mesure directe de l'anisotropie du rayonnement à la température de l'aiguille, reliée de façon connue au taux de polarisation des spins dans le champ hyperfin, donc à  $T$ .

D'où une mesure directe de  $T$ , absolue et indépendante de toute autre calibration marchant jusqu'à 3 mK.

Le schéma de désintégration du  $^{60}\text{Co}$  est indiqué ci-dessous. Les  $\gamma$  sont émis à 1.17 Mev et 1.33 Mev, et l'anisotropie des deux pics correspondant est quasiment identique.



Shéma de désintégration du  $\text{Co}^{60}$



Anisotropie dans les deux directions en fonction de la température.

Problèmes éventuels: - Thermalisation de l'aiguille.  
- Corrections de background, ajoutées au drift de la haute tension du PM qui limitent la précision des mesures (problème presque entièrement supprimé par l'utilisation d'une jonction, mais plus cher...).

- constante de temps (environ 20 mn/point).
- sensibilité pauvre à  $T \geq 30$  mK.
- échauffement des autres thermomètres par les  $\gamma$  émis si l'angle solide est trop grand.

Conclusion

Bonne chance...

