Enceinte à température variable entre 4,2 °K et 500 °K

R.R. Conte, J. Dural, P. Sonigo

► To cite this version:

R.R. Conte, J. Dural, P. Sonigo. Enceinte à température variable entre 4,2 °K et 500 °K. Revue de Physique Appliquée, 1968, 3 (1), pp.93-96. 10.1051/rphysap:019680030109300 . jpa-00242830

HAL Id: jpa-00242830

<https://hal.science/jpa-00242830>

Submitted on 1 Jan 1968

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

ENCEINTE A TEMPÉRATURE VARIABLE ENTRE 4,2 °K ET 500 °K

Par R. R. CONTE, J. DURAL et P. SONIGO,

Centre d'Études Nucléaires de Fontenay-aux-Roses.

(Reçu le 13 septembre 1967.)

Résumé. — Nous décrivons ici une enceinte de petites dimensions à l'intérieur de laquelle on peut aisément obtenir toute valeur de la température comprise entre 4,2 et 500 °K. Elle se compose d'un tube fermé à l'intérieur duquel est suspendu un petit four constitué par une pièce en cuivre dans laquelle est disposé l'échantillon à étudier. Les faibles dimensions de l'enceinte permettent l'utilisation des vases de stockage comme cryostats.

La régulation assure une stabilité de la température à $\pm 0,02$ °K. Cet appareillage permet en particulier d'étudier très facilement les courbes résistivité électrique-température.

Abstract. — This paper describes a small container inside which the temperature can be easily set to any value between 4.2 °K and 500 °K. It consists of a closed tube in which is suspended a small copper furnace holding the sample to be studied. The small size of the container enables storage vessels to be used as cryostats.

The temperature regulation ensures stability to the nearest ± 0.02 °K. In particular, this apparatus provides a simple means of studying electrical resistivity/temperature curves.

I. Introduction. — On connaît les difficultés rencontrées pour effectuer des mesures de l'évolution d'un phénomène dans une échelle continue des températures comprises entre 4,2 °K et 500 °K par exemple.

Certes, on peut placer l'échantillon dans le gradient de température régnant au-dessus du liquide contenu dans un cryostat [1], ou en réchauffant progressivement une masse de plomb (10 kg) de 4,2 à 500 °K, dans laquelle on a placé les échantillons [2]. Mais si l'on désire une meilleure stabilisation de la température, ou une durée d'expérimentation plus courte, alors ces dispositifs ne conviennent plus. Ceci nous a conduits à construire une capsule permettant d'obtenir des températures variables entre 4,2 °K et 500 °K sur un petit bloc de cuivre isolé par le vide du fluide cryogénique. Outre les détails technologiques, la partie principale consiste en un régulateur de température, fabriqué par « Cryogenic Research », particulièrement étudié pour les basses températures. En effet, on peut utiliser des thermomètres à pentes négatives ou positives et la puissance dissipée dans ceux-ci est très faible ($\simeq 1 \mu\text{W}$).

Nous décrivons ci-dessous le dispositif et nous en illustrons le fonctionnement par quelques résultats concernant le tracé de courbes $R = f(T)$ (R = résistance électrique de l'or; T = température).

II. Principe et description de l'appareillage. — Le principe réglant la construction d'une enceinte à

température variable est extrêmement simple : il suffit en effet d'apporter, par l'intermédiaire d'une fuite thermique, une certaine puissance frigorifique sur une masse M , et, en contrôlant sa température, d'ajuster celle-ci à une valeur choisie par simple chauffage.

Les problèmes relatifs à la construction de la fuite thermique, du cryostat, etc., sont simples. Quant à la régulation, les matériels proposés sur le marché offrent désormais de nombreuses possibilités.

Nous avons réalisé une telle enceinte, en limitant ses dimensions, afin de pouvoir l'introduire dans un système d'irradiation à 20 °K [3] ($\varnothing$ 12 mm, l = 100 mm), ce qui permet, par là même, son introduction dans les vases de stockage (N_2 , H_2 -He).

L'ensemble (*fig. 1*) comprend la capsule proprement dite, les liaisons avec l'extérieur (tube support, fils électriques...), le vase de stockage, la référence zéro des thermocouples (point triple de l'eau : $+ 0,01$ °C).

La capsule (*fig. 1*, détail A) est composée d'un petit four constitué par une tige de cuivre de 6 mm de diamètre, sur lequel est enroulé un fil résistant, constituant l'enroulement chauffant. Deux thermomètres, en carbone (de 4,2 °K à 30 °K) et en platine (de 30 °K à 500 °K), sont placés dans des trous réservés à cet effet. L'échantillon est disposé de la même façon dans le bloc. Les fils de liaison sont mis à la masse thermique du bain par collage au vernis GE. 7031. L'iso-

FIG. 1.

lation thermique est assurée par un vide ($\approx 10^{-1}$ à 10^{-2} mm Hg).

En l'absence de chauffage, la température tend à diminuer sur le bloc de cuivre (conductibilité le long des fils) et dans le gaz résiduel.

Le régulateur assure la stabilité de la température par une action proportionnelle, dérivée et intégrale, à $\pm 0,02$ °K environ. Cette stabilisation peut être maintenue durant plusieurs heures. Le régulateur utilisé assure cette stabilisation, quelle que soit la

résistance de carbone ou de germanium (pente négative), ainsi que pour les résistances de platine courantes sur le marché.

Nous donnons ci-dessous (tableau I) les valeurs des résistances que prennent ces sondes pour différentes températures.

TABLEAU I

T (°K)	4,2	8	20	40	80	300
$R(\Omega)$ Carbone	900	250	110	90		64
$R(\Omega)$ Platine.				8	20	100

Nous pouvons alors déduire, du tracé de ces courbes, la sensibilité de ces thermomètres. Par exemple, nous aurons :

Carbone 10 °K, stabilisation $\pm 0,02$ °K :

$$\Delta R = \pm 0,44 \Omega$$

Carbone 20 °K, stabilisation $\pm 0,02$ °K :

$$\Delta R = \pm 0,065 \Omega$$

Platine 50 °K, stabilisation $\pm 0,02$ °K :

$$\Delta R = \pm 0,0056 \Omega.$$

Les pertes thermiques (*fig. 3*) relatives au système sont portées dans le tableau II pour $T \simeq 350$ °K.

Nous constatons l'importance de la valeur du vide résiduel dans les pertes totales.

La figure 2 montre les variations de la puissance totale dissipée dans le bain (vide 3×10^{-1} mm Hg) courbe II, et l'importance des pertes occasionnées par la conduction thermique le long des fils et par le rayonnement (courbe I). L'abaissement de la valeur du vide (3×10^{-2} mm Hg) conduit à déplacer la courbe II vers le bas (d'un facteur 10 environ pour 350 °K) et à la ramener pratiquement sur la courbe I. Dans ce cas, pour toutes les températures, les pertes sont donc entièrement faibles.

L'expérience montre que l'on obtient en 3 heures

FIG. 2.

une courbe $R = f(T)$ (avec $4,2$ °K $< T < 400$ °K). La consommation d'hélium est alors de 12 l avec un vide de 3×10^{-1} mm Hg et serait d'environ 2 l avec 3×10^{-2} mm Hg.

Bien entendu, il est très facile d'opérer à température croissante ou décroissante. Le réglage de la température se fait très simplement par affichage, sur le régulateur, de la valeur de la résistance thermométrique correspondant à la température T désirée. Celle-ci est lue avec précision par des thermocouples.

TABLEAU II

BILANS THERMIQUES

Vide d'isolement 3×10^{-1} mm Hg		Vide d'isolement 3×10^{-2} mm Hg	
Conduction par les fils.....	10 %	Conduction par les fils.....	65 %
Rayonnement	1 %	Rayonnement	7 %
Pertes par conduction gaz...	89 %	Pertes par conduction gaz...	28 %
Pertes totales	10 w	Pertes totales	1,2 w

TABLEAU III

T °K	4	20	50	80	100	150	200	250	273	295
ρ [4] $\mu\Omega\cdot\text{cm}$	—	0,0125	0,2	0,46	0,63	1,04	1,44	1,83	2,01	2,2
ρ [5] $\mu\Omega\cdot\text{cm}$	0,0052	0,017	—	—	—	—	—	—	2,02	—
nos résultats $\mu\Omega\cdot\text{cm}$...	0,0052	0,0072	0,18	0,46	0,64	1,11	1,58	2,05	2,25	—

III. **Résultats obtenus.** — Nous donnons ici une courbe (fig. 3) traduisant les variations de la résistivité en fonction de la température dans l'or (pureté 99,999. Johnson Matthey).

FIG. 3.

L'échantillon est constitué par un fil ($\varnothing = 157 \mu$) de longueur 16 cm, placé dans une céramique à 4 trous. La mesure de la résistance se fait par la méthode potentiométrique. Nous avons employé un commutateur Tinsley pour effectuer des mesures par inversion de courant, afin d'éliminer les f.é.m. parasites (qui dans notre cas étaient très faibles $< 0,1 \mu\text{V}$). Les fils de liaisons sont soudés deux par deux aux extrémités de l'échantillon. Les mesures de tension sont faites à l'aide d'un voltmètre numérique Hewlett Packard 2401 C permettant une résolution de $0,1 \mu\text{V}$ avec amplificateur. Nous donnons ci-dessus (tableau III) quelques valeurs de la résistivité de l'or suivant certains auteurs.

Nous voyons que les valeurs mesurées sont en bon accord (au-dessous de 150 °K) avec celles d'autres auteurs. Par contre, les valeurs près de 300 °K sont en accord avec celles prises dans le « Handbook » [6].

Malgré les dispersions entre 150 et 300 °K, il faut dire que les valeurs de la résistivité dépendent de la pureté du métal, mais aussi de son mode de recuit et de l'atmosphère dans laquelle il a été effectué [7].

IV. **Conclusions.** — L'appareillage décrit fonctionne parfaitement et il est d'une grande simplicité d'emploi. Il permet l'étude des variations des propriétés physiques et notamment de la résistivité, en fonction de la température pour des échantillons divers. Les pertes thermiques importantes (vide 3×10^{-1} mm Hg) tiennent essentiellement au fait que nous utilisons une petite pompe à palettes et non pas un groupe secondaire.

Ce dispositif convient particulièrement pour l'étude des variations à la loi de Matthiessen [8].

BIBLIOGRAPHIE

- [1] WIGLEY (D. A.), *Cryogenics*, 1966, **6**, 6, 359.
- [2] JOUSSET (J. C.), Thèse, Université de Paris, 1967.
- [3] CONTE (R. R.), DURAL (J.), *Rev. Phys. appl.*, 1967, **2**, 1.
- [4] MEADEN (J. T.), *Electrical resistance of metals*, Heywood Books, 1965.
- [5] LOSS, MISS (G. T.), GERRITSEN (A. N.), *Physica*, 1957, **XXII**, 663-640.
- [6] Handbook of thermophysical properties of solid materials, vol. 1, Mac Millan Co., 1961.
- [7] CONTE (R. R.), DURAL (J.), TOUZET (F.), à paraître.
- [8] CONTE (R. R.), DURAL (J.), à paraître dans *Phys. Rev.*, 1968.