Dispositifs pour mesures de résistivité électrique entre 5 °K et 100 °K

J.P. Lauriat, P. Péro

► To cite this version:

J.P. Lauriat, P. Péro. Dispositifs pour mesures de résistivité électrique entre 5 °K et 100 °K. Revue de Physique Appliquée, 1968, 3 (2), pp.185-192. 10.1051/rphysap:0196800302018500 . jpa-00242843

HAL Id: jpa-00242843

<https://hal.science/jpa-00242843>

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.

DISPOSITIFS POUR MESURES DE RÉSISTIVITÉ ÉLECTRIQUE ENTRE 5 °K ET 100 °K

Par J. P. LAURIAT et P. PÉRIO,

Laboratoire de Physique des Solides ⁽¹⁾, Faculté des Sciences, 91-Orsay.*(Reçu le 14 septembre 1967, modifié le 15 février 1968.)*

Résumé. — Prévu pour des mesures de résistivité électrique, l'équipement permet la régulation automatique de la température à mieux que 0,1 °K par contrôle indépendant du débit et de la température de l'hélium gazeux bouillant. Le domaine couvert va de 5 à au moins 100 °K et l'homogénéité de température, meilleure que 0,1 °K, est obtenue dans un volume de $8,5 \times \pi \times 1,6^2 \text{ cm}^3$. L'utilisation de l'enthalpie du gaz permet une autonomie d'au moins trois jours pour une consommation maximum de trois litres d'hélium liquide. La résistivité d'échantillons massifs peut être mesurée par effet de peau normal. Le même équipement est utilisé pour détecter et enregistrer les transitions supraconductrices. Le domaine de température peut être porté de 100 à 300 °K en utilisant de l'azote au lieu de l'hélium.

Abstract. — Designed for electrical resistivity measurements, the equipment allows the automatic regulation of temperature to better than 0.1 °K by independent control of both the flow and the temperature of boiling He gas. The range covered goes from 5 to at least 100 °K and an homogeneity of temperature to better than 0.1 °K is achieved inside a volume $8.5 \times \pi \times 1.6^2 \text{ cm}^3$. The full use of the gas enthalpy allows a range of up to three days for a maximum consumption of three litres of liquid helium. The resistivity of bulk cylindrical samples can be measured by the normal skin effect. The same set-up is used for detecting and recording superconducting transitions. The range of temperature can be increased from 100 °K to 300 °K by using nitrogen coolant instead of helium.

I. Introduction. — Les cryostats à température variable sont de deux types : les uns utilisent comme « source froide » la chaleur latente d'évaporation de l'hélium liquide [1], les autres, l'enthalpie du gaz [2], [3]. Les premiers, qui permettent d'atteindre facilement des températures inférieures à 4,2 °K, exigent une étude et une réalisation soignées pour fonctionner dans une large gamme de températures avec une consommation raisonnable d'hélium liquide. Les seconds, plus économiques par principe, utilisent un échangeur de chaleur, et nécessitent une évacuation mécanique de l'hélium gazeux forcé à travers l'échangeur.

Nous avons réalisé un cryostat de ce dernier type, mais en cherchant à le rendre aussi simple et aussi commode que possible.

Notre appareillage fonctionne entre 5° et 100 °K avec de l'hélium, au-dessus avec de l'azote. Il est conçu pour permettre des cycles de température, ou des mesures isothermes prolongées dans une enceinte de 60 cm³, directement accessible de l'extérieur. Le

changement des échantillons se fait sans démonter, ni réchauffer le cryostat. La stabilité et l'homogénéité de la température dans la chambre de mesure sont réalisées à mieux que 0,1 °K. L'autonomie est de l'ordre de 60 heures pour une consommation totale de 3 litres en hélium liquide (transfert compris). La construction mécanique ne présente pas de difficultés particulières.

II. Principe. — Les pertes thermiques (fuites vers l'extérieur) quasi indépendantes des conditions expérimentales sont compensées par un débit constant d'hélium gazeux bouillant, dont la température est ensuite fixée par un réchauffeur. La chambre de mesure placée dans le gaz réchauffé se trouve maintenue à la température désirée.

Chambre de mesure et réchauffeur sont inclus dans le récipient à hélium liquide, plongé dans un récipient d'azote liquide.

Les pertes « spontanées » correspondent à une consommation de 0,3 l/mn T.P.N. d'hélium, soit environ 16 mW au niveau du bain d'hélium. Le fonctionnement normal demande un débit de 0,6 à 1,5 l/mn obtenu par apport Joule de 30 à 80 mW.

⁽¹⁾ Laboratoire associé au C.N.R.S.

FIG. 1. — Photographie du récipient à hélium, du dispositif pour températures intermédiaires de la canne porte-échantillons.

Avant de venir au contact de la chambre, le gaz passe dans un réchauffeur qui l'amène à la température désirée. La puissance dissipée dans ce réchauffeur, comprise entre 200 et 800 mW, est notablement supérieure à celle nécessaire pour assurer le débit de fonctionnement. La régulation de température étant assurée par contrôle de la température du gaz à débit constant, le réchauffeur doit donc être soigneusement découplé du bain d'hélium liquide.

Le débit gazeux est mesuré à l'extérieur, et stabilisé à une valeur préétablie. La température T_g du gaz à la base de la chambre de mesure et la différence ΔT_g de température entre le gaz et la chambre sont données par des thermocouples différentiels dont les f.é.m. sont enregistrées sur un potentiomètre. La température dans le plan médian de la chambre est déterminée par un thermomètre au germanium dopé ou par une résistance de platine. Elle est régulée

FIG. 2. — Schéma de principe du cryostat : 1, Vase à azote ; 2, Vase à hélium ; 3, Résistance d'évaporation de l'hélium liquide ; 4, Alimentation en hélium liquide ; 5, Niveau moyen d'hélium liquide ; 6, Écrans de découplage ; 7, Réchauffeur ; 8, Thermocouple Ag/Au contre Au/Co pour la mesure de ΔT_g ; 9, Thermocouple Ag/Au contre Au/Co pour la mesure de T_g ; 10, Chambre de mesure ; 11, Tube d'inox forçant le gaz réchauffé à passer le long de la chambre, entouré de téflon et d'ouate pour réduire les pertes latérales ; 12, Écrans antiradiations ; 13, Point fixe à 78 °K et tresses métalliques ; 14, Tube d'accès à la chambre de mesure ; 15, Sortie d'hélium gazeux branchée sur la récupération d'hélium ; 16, Raccord femelle type Leybold.

automatiquement, par contrôle de la puissance dissipée dans le réchauffeur.

La figure 2 représente le schéma de principe de l'appareillage.

III. Réalisation de l'appareillage. — Le vase d'azote a 1 100 mm de hauteur et 240 mm de diamètre. Il est prévu pour contenir un solénoïde. Le récipient à

hélium, en acier inoxydable, a 100 mm de diamètre et 1 100 mm de hauteur. Des tresses métalliques plongeant jusqu'au fond du réservoir à azote sont raccordées sur une bague de cuivre au-dessus de la garde de vide et maintiennent dans le vase à hélium un point fixe à 78 °K indépendant du niveau d'azote. Une hauteur de 300 mm réservée entre le liquide et le réchauffeur permet l'insertion d'un système d'écrans assurant un découplage efficace; 300 mm également séparent la chambre de mesure du point 78 °K.

Le réchauffeur est constitué par un ensemble de 10 résistances de 20 Ω bobinées sur 4 cm de hauteur, à travers lesquelles le gaz est contraint de passer. L'ensemble présente une perte de charge minimum et une faible inertie thermique avec une constante de temps de l'ordre de la seconde.

La chambre de mesure est située immédiatement au-dessus de l'échangeur. D'une masse de 850 g, elle présente des parois épaisses de 5 mm qui font court-circuit thermique et délimitent un espace expérimental isotherme à grande inertie thermique, de 85 mm de long et de 30 mm de diamètre. Elle est directement accessible de l'extérieur à travers un tube d'inox de même diamètre et de 0,3 mm d'épaisseur. Sa paroi externe présente des cannelures qui assurent un bon coefficient d'échange avec le gaz pour une faible perte de charge. Sa constante de temps d'équilibre thermique varie comme la chaleur spécifique du cuivre. Elle est d'une dizaine de secondes à 5 °K, de quelques minutes à 30 °K et de quelques dizaines de minutes à 150 °K.

Réchauffeur et chambre de mesure sont contenus dans un tube d'inox qui force l'hélium gazeux réchauffé à passer dans les cannelures de la chambre.

FIG. 3. — Canne porte-échantillons : 1, Broche pour adapter différents porte-échantillons ; 2, Tige d'inox $2 \times 2,5$ mm ; 3, Fil en cuivre de 9/100 de mm de diamètre pour la mesure des d.d.p. ; 4, Anneaux de cuivre à la hauteur du point 78 °K ; 5, Tige nylon ; 6, Cylindres façonnés en polystyrène ; 7, Raccord mâle type Leybold ; 8, Broche étanche pour amener du courant ; 9, Passage étanche ; 10, Raccord tout cuivre avec les fils de cuivre utilisés pour la mesure des d.d.p.

Une structure de trois tiges d'inox porte les écrans antiradiation et de découplage, assure la rigidité de l'ensemble, et permet sa mise en place au fond du vase d'hélium.

Les échantillons sont portés sur une canne (fig. 3), qui vient fermer hermétiquement l'espace expérimental. Réalisée en matériaux et épaisseurs réduisant au minimum les pertes par conduction, elle porte l'ensemble des fils de mesure thermiquement raccordés au point fixe 78 °K. La chambre de mesure et le tube de jonction sont maintenus sous hélium à la pression atmosphérique, pour coupler thermiquement les échantillons avec le thermostat. Le remplissage des espaces morts par du polystyrène de forte densité évite les courants de convection dans le gaz d'échange. La canne porte-échantillons est autonome. Elle peut être utilisée dans d'autres thermostats (bain à la température de la glace fondante, bain à température contrôlée entre 250 °K et 330 °K, bain d'azote bouillant et éventuellement bain d'hélium pompé ou non).

IV. Fonctionnement. — Le débit gazeux est mesuré par un rotamètre placé sur le retour d'hélium à la récupération; il est réglé par dissipation Joule dans l'hélium liquide. Nous avons établi les courbes de pilotage (fig. 4) qui donnent la température d'équilibre de la chambre en fonction de la puissance dissipée dans le réchauffeur pour un débit gazeux donné. Le fonctionnement comporte trois étapes :

- L'obtention de la température désirée dans la chambre de mesure ;
- Stabilisation de cette température pendant le temps nécessaire aux mesures ;
- Les mesures elles-mêmes.

FIG. 4. — Courbes de fonctionnement.

L'appareillage peut évoluer à température croissante ou décroissante. A l'équilibre thermique, la différence de température entre le gaz et la chambre est constante, de l'ordre de 1° , ce qui compense les apports thermiques de l'extérieur. Son maintien autour de cette valeur minimum montre que l'équilibre thermique est atteint. Le changement de régime d'équilibre s'obtient en agissant sur le gaz, qui répond instantanément aux interventions.

Pour réchauffer la chambre, on diminue le débit gazeux, tout en augmentant la puissance dissipée au réchauffeur. La chambre s'échauffe moins rapidement que le gaz, ce qui se traduit par l'inversion de ΔT_g . Lorsque l'évolution de T_g et de ΔT_g montre que cet échauffement est suffisant, on diminue le chauffage jusqu'à ce que la température du gaz devienne inférieure à celle de la chambre, ce qui s'observe de nouveau par le changement de signe de ΔT_g (fig. 5). On établit alors les conditions d'équilibre déduites des courbes d'étalonnage.

FIG. 5. — Enregistrement de T_g et de ΔT_g au cours d'un changement de régime de température (25 à 30 °K).

Pour le refroidissement, la procédure est inversée : débit augmenté, puissance du réchauffeur réduite ou annulée et retour aux conditions d'équilibre, en observant T_g et surtout ΔT_g . Cette procédure permet des changements de régime dans des temps raisonnables malgré la grande inertie thermique de la chambre.

La régulation automatique de température est mise en marche après avoir procédé aux réglages ci-dessus. Un système électromagnétique dont le schéma est donné (fig. 6) asservit la température moyenne du gaz à une température fixe, en laissant varier la puissance fournie au réchauffeur dans une bande de largeur variable réglée par le gain de l'amplificateur. Les variations de température du gaz à la sortie du réchauffeur sont détectées par un thermocouple, dont la f.é.m. est opposée à une tension de référence réglable. La différence de tension est envoyée après

FIG. 6. — Schéma de la régulation de température : 1, Mesure de la température de l'hélium gazeux ; 2, Compensation de la f.é.m. du thermocouple et affichage de la température de régulation ; 3, Amplificateur galvanométrique Sefram ; 4, Relais galvanométrique Sefram et bloc mémoire Logimors ; 5, Relais Mors ; 6, Commande de la modulation de puissance en fonctionnement manuel ; 7, Lampes témoins.

amplification sur un relais galvanométrique muni de deux cellules photorésistantes actionnant chacune un relais électromagnétique. Un bloc mémoire assure une plage neutre entre les deux cellules et déclenche le relais commandant en tout ou partie la puissance du réchauffeur. La chambre reçoit donc de la source froide une puissance frigorifique modulée et une puissance pratiquement constante de la source chaude, c'est-à-dire de l'extérieur.

La température de la chambre est stable à mieux que $0,1^\circ\text{K}$ entre 6 et 100 °K pendant une dizaine de minutes. L'inertie thermique de la chambre amortit les variations périodiques (quelques secondes) de la température du gaz introduites par la régulation elle-même et toutes les fluctuations de durée inférieure à sa constante de temps (variation de débit, décrochement accidentel de l'asservissement).

V. Techniques de mesures. — V.1. MESURES DE RÉSISTIVITÉ CLASSIQUES. — La mesure des résistances se fait par la méthode à 4 points, afin d'éliminer la résistance des fils de mesure (de l'ordre de $10\ \Omega$). On compare la tension aux bornes de l'échantillon à celle d'une résistance étalon de même ordre de grandeur alimentée en série. Ces tensions sont mesurées par un potentiomètre Tinsley (type Diesselhorst) ; l'indicateur de zéro se compose d'un amplificateur et d'un galvanomètre Tinsley.

Tous les conducteurs sont en cuivre et tous les raccordements se font sur des bornes en cuivre. Nous avons éliminé toutes les soudures sur les conducteurs reliés aux prises de potentiel. A l'extérieur, tous les fils sont blindés ; ils sont torsadés le long de la canne porte-échantillons. Ceci réduit les f.é.m. d'origine thermique. A chaque mesure, nous inversons toutes

les grandeurs raccordées au potentiomètre. Les f.é.m. thermiques sont ainsi compensées à quelque 0,1 μ V près. La reproductibilité sur une mesure de résistance est de l'ordre de 10^{-3} .

Deux échantillons (plaquettes de $80 \times 13 \text{ mm}^2$ au maximum) sont placés sur le porte-échantillons. Ils sont appliqués sur des contacts très fins de 1 mm de large, obtenus en découpant par électro-érosion des lames de rasoir en inox. Le contact sur les échantillons est assuré par l'élasticité de tiges de tungstène.

La durée des mesures à effectuer (deux échantillons et une résistance au germanium) justifie la stabilisation de la température pendant 10 mm à chaque détermination expérimentale.

Nous avons étudié avec un premier appareillage des écarts à la loi de Matthiessen sur des alliages à base de fer. Les résultats sont présentés (fig. 7) et la

FIG. 7. — Résistivité d'alliages à base de fer : 1, Fer pur ; 2, Fe-Pt : 1,10 % At ; 3, Fe-Ir : 1,20 % At ; 4, Fe-Au : 0,87 % At ; 5, Fe-Re : 0,99 % At ; 6, Fe-Os : 0,57 % At.

FIG. 8. — Résistivité du palladium hydrogéné pour diverses concentrations en hydrogène.

discussion en est donnée par ailleurs [4]. Avec l'appareillage actuel, nous avons entrepris une étude de résistivité sur des métaux hydrogénés. La figure 8 représente la résistivité d'échantillons de Pd-H.

V.2. MESURES DE RÉSISTIVITÉ PAR EFFET DE PEAU.

— L'appareillage a été adapté à la mesure de la résistivité par effet de peau normal décrite par Burger et Deutscher [5]. Le domaine couvert va de 10^{-2} à quelques dizaines de $\mu\Omega \cdot \text{cm}$ mesurés sur des échantillons cylindriques, massifs, et sans contact électrique. Le principe en est le suivant :

— Un bobinage excitateur produit une induction alternative :

$$\mathbf{b}_0(t) = k b_0 R_e (\exp. i\omega t)$$

où $b_0 \simeq 0,7$ gauss dans notre montage ;

— Deux bobinages récepteurs identiques enroulés en sens opposé et d'axe parallèle à $\mathbf{k}$ détectent la différence des flux dans chacun des deux bobinages.

La d.d.p. aux bornes des bobinages récepteurs est relevée sur un voltmètre de grande impédance d'entrée. En l'absence d'échantillon, la tension lue est nulle après compensation correcte des bobines. La présence d'un échantillon cylindrique de section s dans l'une des bobines réceptrices amène une variation de flux qui entraîne l'apparition d'une tension U mesurée sur le voltmètre :

$$U = \left| -\frac{d}{dt} \mathbf{k}_s (\mathbf{B} - \mathbf{b}_0) \right|$$

où $\mathbf{B}$ est l'induction moyenne à travers l'échantillon. On sait calculer $\mathbf{B}$ dans le cas d'un échantillon cylindrique infiniment long de rayon a :

$$\mathbf{B}(t) = k b_0 \frac{2}{ma} \frac{J_1(ma)}{J_0(ma)} R_e (\exp. i\omega t)$$

avec :

$$ma = (a \sqrt{2/\delta}) \sqrt{i}; \quad 1/\delta = \sqrt{\mu_0 \sigma \omega / 2}$$

J_0 et J_1 sont les fonctions de Bessel d'ordre 0 et 1, δ est un paramètre analogue à l'épaisseur de peau en géométrie semi-infinie.

Dans les limites de l'effet de peau normal, on recueille la tension :

$$U(\rho, \nu) = U(0, \nu) \left| 1 - \frac{2}{ma} \frac{J_1(ma)}{J_0(ma)} \right|$$

$U(0, \nu) = 2\pi s b_0 \nu$ est la tension mesurée lorsque l'échantillon est supraconducteur ($\rho = 0$; $B = 0$ dans la section s).

Pour chaque fréquence, on calcule :

$$\varphi(\rho, \nu) = (1/\nu) U(\rho, \nu) = \varphi_0 \left| 1 - \frac{2}{ma} \frac{J_1(ma)}{J_0(ma)} \right|$$

avec :

$$\varphi_0 = (1/\nu) U(0, \nu) = 2\pi s b_0.$$

Suivant les valeurs de $\delta/a\sqrt{2}$, on est amené à distinguer deux régions :

— Pour $0,1 < \delta/a\sqrt{2} < 0,6$, on peut écrire :

$$\varphi(\rho, \nu) \simeq \varphi_0 \left[0,976 - 1,10 \frac{\rho}{2\pi\mu_0 a^2} \nu^{-1/2} \right].$$

La fonction $\varphi(\rho, \nu) = f(\nu^{-1/2})$ admet pour graphe une droite dont l'intersection avec l'axe des abscisses définit une fréquence ν_0 telle que :

$$\rho = 6,22 \times 10^{-2} \cdot a^2 \cdot \nu_0^2$$

ν_0 en hertz, a en cm, ρ en $\mu\Omega \cdot \text{cm}$.

— Pour $1 < \delta/a\sqrt{2} < \infty$ (région des basses fréquences) :

$$\varphi(\rho, \nu) \simeq 9,87 \times 10^{-3} \varphi_0 a^2 \nu / \rho.$$

La fonction $\varphi(\rho, \nu) = g(\nu)$ admet pour graphe une droite dont la pente permet la détermination de ρ .

L'étude d'un matériau supraconducteur par cette méthode est particulièrement intéressante. En effet, à l'état supraconducteur, nous accédons directement à la détermination de $\varphi_0 = (1/\nu) U(0, \nu)$. Un étalonnage du dispositif est alors possible en relevant à toutes fréquences $U(0, \nu) = 2\pi s b_0 \nu$. Le tracé des graphes se trouve donc amélioré.

Nous disposons de trois moyens d'exploitation des

FIG. 9. — Résistivité du plomb à basse température mesurée par effet de peau dans un cylindre.

mesures. Pour en vérifier l'efficacité, nous avons utilisé un barreau de plomb d'origine Johnson-Matthey de 4 mm de diamètre (pureté annoncée 99,995 %) (fig. 9) :

1) Aux températures $T_1 = 295^\circ\text{K}$ et $T_2 = 78^\circ\text{K}$, l'utilisation de la pseudo-droite : $\varphi(\rho, \nu) = f(\nu^{-1/2})$ donne (fig. 10) :

$$\rho_1 = (21,7 \pm 0,4) \mu\Omega \cdot \text{cm}$$

$$\rho_2 = (5,0 \pm 0,1) \mu\Omega \cdot \text{cm}.$$

2) Aux températures $T_3 = 14,2^\circ\text{K}$ et $T_4 = 7,5^\circ\text{K}$ (fig. 10), l'intersection de la pseudo-droite $\varphi(\rho_3, \nu)$ avec l'abscisse est mal définie. On choisit alors une

FIG. 10. — Courbes $\varphi(\rho, \nu) = f(\nu^{-1/2})$: 1, $\varphi(\rho_1, \nu)$ à $T_1 = 295^\circ\text{K}$; 2, $\varphi(\rho_2, \nu)$ à $T_2 = 78^\circ\text{K}$; 3, $\varphi(\rho_3, \nu)$ à $T_3 = 14,2^\circ\text{K}$; 4, $\varphi(\rho_4, \nu)$ à $T_4 = 7,5^\circ\text{K}$.

fréquence commune ν_1 (ici 625 Hz) et on se réfère à la courbe $\varphi(\rho_2, \nu)$ tracée à la température T_2 . La fréquence ν_3 pour laquelle $\varphi(\rho_2, \nu)$ est égale à $\varphi(\rho_3, \nu_1)$ est la fréquence de l'induction qui donnerait la même exclusion de flux à la température T_2 .

On a alors :

$$\rho_3 = \rho_2 \nu_1 / \nu_3.$$

On obtient de cette façon :

$$\rho_3 = (0,26 \pm 0,01) \mu\Omega \cdot \text{cm}$$

$$\rho_4 = (0,023 \pm 0,001) \mu\Omega \cdot \text{cm}.$$

Les mesures en fonction de la température se réduisent donc à la détermination de $\varphi(\rho, \nu_1)$ à fréquence fixe ν_1 après l'établissement d'une courbe complète $\varphi(\rho, \nu)$ à température fixe.

3) Enfin, à la température T_1 , nous avons tracé la droite $\varphi(\rho, \nu) = g(\nu)$ (fig. 11).

A partir de la valeur déterminée pour φ_0 , on obtient :

$$\rho_1 = (22,8 \pm 1,3) \mu\Omega \cdot \text{cm}.$$

FIG. 11. — Courbe $\varphi(\rho, \nu) = g(\nu)$ à $T = 295^\circ\text{K}$.

Cette méthode est valable mais sa précision dépend fortement de la perfection de la compensation des bobines. En effet, le signal résiduel n'est plus négligeable dans ce domaine des basses fréquences où les tensions mesurées sont faibles.

L'amélioration de la compensation des bobines pourrait rendre cette technique plus précise. Il convient de noter qu'il s'agit d'une mesure directe de résistivité sur un échantillon massif pour lequel les mesures classiques sont délicates.

V.3. TRANSITIONS SUPRACONDUCTRICES. — La mesure étant en fait une mesure d'aimantation, on peut l'utiliser pour déterminer la largeur d'une transition supraconductrice. Nous avons ainsi étudié des échantillons d'eutectique Pb/Sn [6].

FIG. 12. — Schéma du dispositif d'enregistrement d'une transition supraconductrice : 1, Générateur B. F. Ribet-Desjardins ; 2, Amplificateur Cotelec ; 3, Compensation de la tension redressée ; 4, Enregistreur galvanométrique Sefram ; 5, Bobinage excitateur ; 6, Bobinages récepteurs.

FIG. 13. — Enregistrement de la transition supraconductrice d'échantillons massifs : 1, Eutectique Pb/Sn ; 2, Pb pur, T_c mesurée 7,24 °K, $\Delta T_c \approx 0,01$ °K ; l'écart avec les valeurs citées dans la littérature ($T_c = 7,17$ °K) donne une estimation de l'erreur d'étalonnage du thermomètre au voisinage de 7 °K.

L'échantillon étant inséré dans l'une des deux bobines, le signal de déséquilibre après amplification et redressement sur un pont à diodes est opposé à une tension de référence (fig. 12), et l'écart enregistré sur un suiveur de spot.

La figure 13 est un exemple d'un tel enregistrement où l'on peut comparer la largeur de la transition étudiée avec celle d'un échantillon de Pb pur (99,99 %, ρ 295 °K/ ρ 4 °K $\approx$ 2 000).

Cette technique nous a permis de tester expérimentalement la stabilité et l'homogénéité de la température de la chambre. A très basse température, les conditions sont très favorables, la masse thermique de la chambre devenant très faible (environ 140 fois plus faible qu'à 60 °K). La température s'est maintenue à une valeur comprise entre l'état normal et l'état supraconducteur du plomb (T_c mesurée 7,24 °K, ΔT_c mesurée $< 0,02$ °K). La figure 14 montre les

FIG. 14. — Évolution de la température de la chambre de mesure à 7 °K.

oscillations liées aux variations de température provoquées par la modulation de puissance due au dispositif de stabilisation. Elles sont très inférieures à 0,1 °K ainsi que la dérive de l'appareil qui correspond au passage normal supraconducteur en 30 mn.

Ce test montre que l'appareil est inadapté pour effectuer un relevé point par point de la transition d'un métal pur, mais qu'il convient pour enregistrer des phénomènes se produisant sur 0,1 °K au minimum.

VI. Conclusion. — Nous avons mis au point un cryostat à température variable, de réalisation économique. Son fonctionnement vérifié pendant deux ans sur deux appareils successifs a confirmé la valeur du principe initial basé sur l'utilisation optimum du gaz froid. Malgré sa simplicité (construction, régulation de température), le dispositif conserve des performances suffisantes pour effectuer nos mesures de résistivité.

La conception du cryostat avec garde d'azote et réservoir d'hélium incorporé présente l'avantage d'une

consommation réduite en hélium à toute température.

Ce dispositif ne permet pas d'atteindre les températures inférieures à 4,2 °K. La masse thermique de la chambre, juste suffisante à 5 °K, se révèle trop

importante au-dessus de 150 °K. Pour obtenir une certaine souplesse à 200 °K, il faudrait donc accepter des performances amoindries à 5 °K. Une chambre de 450 g est en préparation.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] BONNEROT, *Revue de Physique appliquée*, mars 1966, tome 1, p. 61.
 - [2] SWENSON (C. A.) et STAHL (R. H.), *Rev. Sc. Inst.*, 1954, **25**, 608.
 - [3] DENIS (J.) et ROUBEAU (P.), *Revue de Physique appliquée*, mars 1966, tome 1, p. 23.
 - [4] CAMPBELL (I. A.), FERT (A.) et POMEROY (A. R.), *Phil. Mag.*, 1960, **15**, 137, 977.
 - [5] BURGER (J. P.) et DEUTSCHER (G.), *J. Physique*, juillet 1965, **26**, 177 A.
 - [6] DUPUIS (C.). A paraître.
-