



HAL
open science

Magnétisme nucléaire de l' ^3He liquide : nouvelle détermination du paramètre de Landau F_0a

Valérie Goudon

► **To cite this version:**

Valérie Goudon. Magnétisme nucléaire de l' ^3He liquide : nouvelle détermination du paramètre de Landau F_0a . Matière Condensée [cond-mat]. Université Joseph-Fourier - Grenoble I, 2006. Français. NNT : . tel-00177281

HAL Id: tel-00177281

<https://theses.hal.science/tel-00177281>

Submitted on 7 Oct 2007

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.

THÈSE

en vue de l'obtention du grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ JOSEPH FOURIER
GRENOBLE I

Spécialité : PHYSIQUE

Présentée et soutenue publiquement le 24 Octobre 2006 par :

Valérie GOUDON

MAGNÉTISME NUCLÉAIRE DE L' ^3He LIQUIDE :
NOUVELLE DÉTERMINATION DU
PARAMÈTRE DE LANDAU F_0^a

Composition du Jury :

Y. Hermier
Y. Mukharsky
P.J. Nacher (Rapporteur)
J. Navarro (Rapporteur)
L. Puech

Directeur de thèse :

H. Godfrin

Co-directeur de thèse :

Yu.M. Bunkov

Thèse préparée au Centre de Recherches sur les Très Basses Températures
CNRS - GRENOBLE

REMERCIEMENTS

C'est avec sincérité que je remercie mes deux directeurs de thèse, à la fois différents et complémentaires, Henri Godfrin et Yuriy Bunkov. Le soutien permanent de Henri, ses remarques pertinentes, ainsi que ses conseils expérimentaux m'ont permis de mener à bien et avec enthousiasme le projet que constitue cette thèse.

Un grand merci à Etienne Wolf et Laurent Puech qui, en m'acceptant en stage de maîtrise sur l'expérience de "fusion rapide" m'ont permis de découvrir le monde des basses températures, et plus généralement l'aspect captivant de la physique expérimentale.

Matthias Meschke, présent lors de mon stage de DEA, m'a transmis toutes ses connaissances fraîchement acquises des basses températures, sa motivation personnelle pour la recherche et son émerveillement pour le moindre phénomène physique. Simplement, je le remercie pour le plaisir que j'ai eu de travailler avec lui. J'exprime également toute ma gratitude à Eddy Collin pour les discussions, les aides, l'ouverture d'esprit, les explications et les ré-explications avec toujours le même enthousiasme.

Merci à Clemens en qui j'ai découvert un véritable ami et sans qui je n'aurais jamais vu un spectacle de Tango. Merci à Thomas dont la joie de vivre et le dynamisme à toute épreuve remet en forme à chaque instant. Merci à Johannes, pour les discussions de tous les jours, la cuisine taïwanaise, et le temps qu'on a partagé. Je fais aussi un clin d'oeil aux thésards du CRTBT et d'ailleurs avec lesquels j'ai partagé ces 3 années, ainsi qu'à mes amis, aux poloïstes...

Je tiens à remercier l'ensemble des membres des services du CRTBT, cadre parfait dont tout apprenti-cryogéniste peut rêver, disponibilité, savoir-faire et conseils à toute épreuve... Plus particulièrement, je souligne le soutien moral et physique de Lionel Germani et Pierre Brosse-Maron lors de la recherche de fuites sur le cryostat et le remplacement de la pompe primaire, ainsi que les discussions agréables et constructives avec Anne Gerardin et Christian Gianèse.

Concernant le traitement des données, j'ai économisé un temps considérable grâce aux calculateurs des propriétés de l' ^3He . Merci à W.P. Halperin, T. Haard et D. Vollhardt, M. Kollar pour le développement de ces outils très pratiques et le partage par internet.

Je remercie les membres du jury de l'intérêt porté à ma thèse ainsi que le déplacement pour la soutenance. Plus particulièrement, je témoigne toute ma reconnaissance aux rapporteurs, P-J. Nacher et J. Navarro, pour la relecture critique de ce manuscrit.

Enfin, c'est avec grande émotion que je remercie mes parents, ma soeur, et Fabien pour m'avoir toujours encouragée dans ce que j'ai entrepris, cette thèse est simplement grâce à eux et pour eux.

Valérie.

TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION	1
1 L' ^3He : LIQUIDE DE FERMI	3
1.1 Quelques propriétés de l' ^3He	3
1.2 Théorie : d'un gaz parfait de fermions à l'approche de Landau	5
1.3 Détermination des paramètres de Landau F_1^s et F_0^a	11
1.4 Pourquoi de nouvelles mesures de susceptibilité de l' ^3He liquide ?	16
2 DISPOSITIF EXPÉRIMENTAL	21
2.1 Le cryostat à dilution ^3He - ^4He	21
2.2 Plate-forme thermométrique	23
2.3 Cellule Expérimentale	39
2.4 Résonance Magnétique Nucléaire	41
2.5 Conclusion sur le dispositif expérimental	47
3 MESURES DE LA SUSCEPTIBILITÉ DE L' ^3He	49
3.1 Présentation des mesures de la susceptibilité de l' ^3He	49
3.2 Normalisation des données	56
3.3 Détermination de la température de Fermi effective T_f^{**}	60
3.4 Reproductibilité des mesures	62
3.5 Conclusion	63
4 RÉSULTATS EN FONCTION DES INTERACTIONS	65
4.1 Récapitulatif des mesures de susceptibilité	65
4.2 Renforcement magnétique dû aux interactions	67
4.3 Extraction du paramètre F_0^a	68
4.4 Liens avec les théories microscopiques	70

5	DÉPENDANCE DE LA SUSCEPTIBILITÉ AVEC LA TEMPÉRATURE	73
5.1	Susceptibilité en fonction de la température, une courbe universelle?	73
5.2	Description des courbes de susceptibilité avec la température	73
5.3	Conclusion expérimentale	77
5.4	Liens avec les théories microscopiques	78
6	COMPARAISON À LA LITTÉRATURE ET DISCUSSIONS	81
6.1	Comparaisons avec les expériences antérieures	81
6.2	Implications qualitatives sur les paramètres de Landau	88
	CONCLUSION	89
	ANNEXE A : ECHELLES DE TEMPÉRATURE	91
	ANNEXE B : CONSTANTES PHYSIQUES	93
	ANNEXE C : AJUSTEMENT DE THERMOMÈTRES RÉSISTIFS	95
	ANNEXE D : TABLEAUX DE RÉSULTATS	97
	BIBLIOGRAPHIE	101

INTRODUCTION

L' ^3He est un liquide de Fermi modèle, isotrope, pur, de température de Fermi accessible, que l'on peut étudier dans sa phase dégénérée et dont les interactions sont pilotées aisément en faisant varier la pression du liquide. Les premières études sur l' ^3He liquide ont débuté en 1948 dès lors que les quantités disponibles ont été suffisantes. Depuis l' ^3He a été largement étudié, sous son état liquide massif, polarisé, confiné en présence de désordre, solide, en configuration 2D adsorbé sur graphite, ainsi que superfluide. L'utilisation de l' ^3He superfluide comme milieu sensible d'un détecteur bolométrique pour particules cosmiques montre que ce fluide permet aussi des applications. De même, par sa courbe de fusion, sensible à la température et disposant de points fixes, l' ^3He constitue la base de la thermométrie actuelle sub-kelvin.

Reste encore une ombre au tableau, aucune théorie microscopique ne décrit parfaitement ce liquide de fermions en interaction à très basse température. L'utilisation de la théorie semi-phénoménologique de Landau reste donc la méthode la plus élégante pour rendre quantitativement compte de l'effet des interactions entre atomes d' ^3He . Actuellement, le paramètre F_0^a utilisé dans la théorie phénoménologique de Landau permettant de décrire l' ^3He liquide à très basse température est issu des mesures de chaleur spécifique de Greywall [1] et des mesures de susceptibilité magnétique de Ramm et al. [2]. Comme Greywall a remis en cause les résultats antérieurs de Wheatley, les mesures de susceptibilité de cette thèse remettent en cause les mesures de susceptibilité de Ramm. Les écarts aux mesures de référence sont faibles mais impliquent des changements du paramètre de Landau en fonction des interactions, tant dans son allure que quantitativement. Mesurer ces écarts implique des méthodes expérimentales sensibles et précises tant sur la susceptibilité magnétique que sur la thermométrie.

La première partie, chapitre 1, cadre le contexte de cette thèse, contexte théorique, en posant les équations de base de l' ^3He comme liquide quantique de fermions en interaction, et contexte expérimental retraçant l'historique des mesures utilisées pour déterminer les paramètres de Landau. On précise en fin de chapitre ce qui nous a amené à reprendre les mesures de Ramm.

Le chapitre 2 présente les techniques expérimentales utilisées et développées pour réaliser les mesures de susceptibilité magnétique nucléaire de l' ^3He liquide en fonction de la pression. La thermométrie constitue une grande partie de ce chapitre car la température est un paramètre important pour cette expérience : la précision doit être meilleure que le pourcent sur une grande gamme de température (5 mK-2 K). Pour cela, on a fabriqué un thermomètre à courbe de fusion de grande sensibilité réalisant l'échelle de température provisoire (PLTS-2000). Par un travail d'évaluation d'un thermomètre prototype à points fixes supraconducteurs on a comparé notre échelle à celle des instituts métrologiques européens. Aux

températures supérieures au kelvin, on utilise un thermomètre primaire à blocage de Coulomb. La cellule expérimentale contenant l' ^3He est munie d'une jauge de pression à froid ce qui permet des mesures à des pressions élevées, donnant accès à un régime d'interactions plus fortes que lors des mesures de Ramm. La méthode de mesure de la susceptibilité utilisée est la résonance magnétique nucléaire continue ; on présente la technique de mesure, l'appareillage utilisé ainsi que ses performances.

Les mesures de susceptibilité de l' ^3He liquide sont présentées dans le chapitre 3 en fonction de la température et de la pression. Cette partie précise la méthode de traitement des données et les différentes corrections. Un bilan des incertitudes est dressé et on vérifie aussi la reproductibilité des mesures sur différentes mises à froid du cryostat.

Le chapitre 4 et le chapitre 5 présentent les résultats obtenus au cours de cette thèse. Le chapitre 4 s'intéresse aux mesures dans la limite où la température tend vers 0, c'est à dire à l'effet des interactions sur la température de Fermi effective et sur le paramètre de Landau F_0^a . Le chapitre 5 présente la dépendance de la susceptibilité avec la température, c'est à dire comment le liquide de Fermi dégénéré évolue vers un comportement "gaz de fermions indépendants". Dans chacun de ces chapitres les résultats sont comparés aux prédictions de deux théories microscopiques approchées (modèle "presque localisé" et "presque ferromagnétique").

Le dernier chapitre, chapitre 6, permet de comparer nos mesures de susceptibilité de l' ^3He liquide à très basse température avec les données référence de Ramm et al. mais aussi à d'autres valeurs de la littérature. Ce chapitre récapitule ainsi les sources d'erreurs possibles sur les mesures selon les techniques utilisées. Une section sur l'implication d'un changement du paramètre de Landau F_0^a sur les autres paramètres finalise ce travail.

Quelques annexes fournissant des informations techniques concernant la thermométrie ainsi que des tableaux résumant nos résultats viennent en complément de ce travail.

Dans cette première partie on va montrer en quoi l' ^3He liquide est un fluide quantique modèle, en partant de ses propriétés et ses particularités. La problématique théorique est abordée dans ce chapitre afin de poser les équations qui seront utiles lors de l'analyse de nos résultats expérimentaux. Enfin, on présente le contexte expérimental, nécessaire afin de comprendre pourquoi les mesures de susceptibilité magnétique nucléaire de l' ^3He liquide massif ont été reprises et font l'objet de cette thèse.

1.1 Quelques propriétés de l' ^3He

A la différence de tous les autres liquides connus, l' ^3He et l' ^4He ne se solidifient qu'à haute pression même aux températures les plus basses. Les raisons principales sont la forte énergie de point zéro (petite masse atomique) et la faible interaction attractive entre atomes. Ceci nous permet d'étudier des systèmes présentant un comportement de fluide quantique à une échelle macroscopique. Le liquide ^4He , composé d'un nombre pair d'électrons et nucléons ne porte pas de spin et par conséquent obéit à la statistique de Bose-Einstein. Il subit une transition vers un état superfluide pour une température de 2.17 K. L' ^3He a trois nucléons, porte un spin 1/2 et obéit donc à la statistique de Fermi-Dirac. C'est principalement la statistique quantique qui est responsable des différences observées entre les deux isotopes de l'hélium. Le moment magnétique non nul des noyaux d' ^3He permet de réaliser des mesures magnétiques, et dans notre cas, celle de la susceptibilité par une méthode de Résonance Magnétique Nucléaire continue.

1.1.1 La courbe de fusion de l' ^3He

Le diagramme de phases de l' ^3He (figure 1.1) présente quelques particularités. L' ^3He , stable dans sa phase liquide jusqu'aux plus basses températures, devient superfluide, phase découverte en 1971, à une température d'environ 2.5 mK (sur la courbe de fusion). Pour voir l' ^3He solidifier, il est nécessaire d'appliquer des pressions de l'ordre de 3 MPa.

La courbe de fusion, équilibre entre les phases liquide et solide, présente un minimum, phénomène relativement rare. L'équation de Clausius-Clapeyron 1.1 nous renseigne sur la pente locale de la courbe de fusion.

$$\left(\frac{\partial P}{\partial T}\right)_{\text{fusion}} = \frac{S_{\text{liq}} - S_{\text{sol}}}{V_{\text{liq}} - V_{\text{sol}}} \quad (1.1)$$

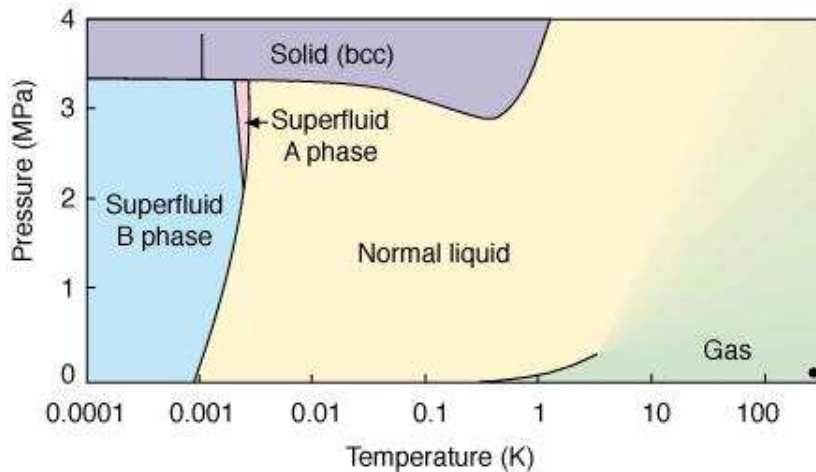


FIG. 1.1 – Diagramme de phases de l' ^3He . L' ^3He reste liquide puis subit une transition de phases à 2.44 mK vers un état superfluide. La courbe de fusion présente un minimum à 315.24 mK pour une pression de 2.93113 MPa.

avec S l'entropie molaire du liquide et du solide et V le volume molaire. Comme le volume molaire du solide est toujours inférieur à celui du liquide, l'augmentation de la courbe de fusion ($dP/dT \leq 0$) sous 315.24 mK implique que l'entropie du solide est plus grande que celle du liquide. Ce comportement inhabituel s'explique en prenant en compte les spins nucléaires de l' ^3He . La susceptibilité magnétique du solide suit la loi de Curie-Weiss jusqu'à 10 mK au moins, donc l'entropie du solide conserve le terme en $R \ln 2$ dû au désordre de spin. Cependant, dans le liquide ce terme de désordre disparaît pour une température un peu inférieure à 1 K, le liquide de Fermi devenant dégénéré. Ceci explique comment l'entropie du liquide peut devenir inférieure à celle du solide d'où le signe négatif de la pente de la courbe de fusion. La courbe de fusion de l' ^3He est utilisée comme une référence de température (partie 2.2 consacrée à la thermométrie).

1.1.2 Liquide ^3He , un liquide de Fermi dégénéré sous 50 mK

Au dessus de 1 K le liquide ^3He se comporte comme un gaz dense classique, obéissant à la statistique de Boltzmann. Pour se restreindre à deux grandeurs physiques, dans ce régime la chaleur spécifique est constante avec la température, la susceptibilité magnétique χ suit la loi de Curie $\chi = C/T$ avec C la constante de Curie.

Quand la température diminue sous 1 K, on observe une transition lente vers un nouveau régime, signature des effets quantiques. Par exemple, la viscosité augmente rapidement sous 0.5 K, la conductivité thermique passe par un minimum à 0.2 K puis augmente alors que la température diminue. La chaleur spécifique diminue linéairement avec la température. De même, sous 1 K, le comportement de la susceptibilité évolue et elle devient indépendante de la température dès 50 mK. Ces comportements sont qualitativement en accord avec ce que l'on peut prévoir pour un gaz parfait de fermions gouvernés par la statistique de Fermi, c'est à dire un système dégénéré de fermions libres. Quantitativement cependant les propriétés

sont renormalisées sévèrement à cause des interactions.

1.2 Théorie : d'un gaz parfait de fermions à l'approche de Landau

Dans cette partie, pour préciser les notations d'une part et exprimer les dépendances des grandeurs mesurées d'autre part, je vais brièvement présenter la théorie d'un gaz parfait de fermions ainsi que la théorie phénoménologique de Landau. Pour une étude plus rigoureuse, on se référera par exemple aux ouvrages de Wilks [3], Pines/Nozières [4] et Vollhardt et Wölfle [5].

Le liquide ^3He est un liquide de Fermi parfait dans lequel on peut étudier le passage du régime classique au régime quantique. Pour les électrons dans un métal, la température de Fermi est de l'ordre de 10 000 K, l'étude est donc limitée au régime quantique. De plus, les métaux ont une structure cristallographique qui donne lieu à des surfaces de Fermi non sphériques et ils comportent des défauts qui modifient le comportement des électrons.

Pour décrire l' ^3He , l'idée première est de considérer un gaz de fermions idéal ; qualitativement le comportement est juste, cependant on verra que les interactions à courte portée entre particules ^3He changent l'aspect quantitatif.

1.2.1 Le gaz de fermions idéal

Considérons une assemblée de particules d' ^3He de masse m dans un volume V , indépendantes, avec un spin $1/2$. Les particules obéissent à la statistique de Fermi-Dirac et sont donc soumises au principe d'exclusion de Pauli : deux fermions ne peuvent se trouver dans le même état quantique. La fonction de distribution, donnant le nombre d'atomes à l'énergie E , est donné par :

$$n(E) = \frac{1}{1 + e^{(E-\mu)/k_B T}} \quad (1.2)$$

avec k_B la constante de Boltzmann et μ le potentiel chimique. A haute température, μ est négatif et très petit devant $k_B T$, la distribution se réduit à l'expression usuelle de Boltzmann, le gaz est classique.

Dans la limite opposée, à température nulle, cette fonction de distribution est une simple marche, le gaz est dit complètement dégénéré. Les fermions remplissent les états quantiques dans l'espace des \vec{k} jusqu'à la limite k_f correspondant à une énergie E_f , cette limite est la surface de Fermi ou sphère de Fermi et l'énergie E_f dépend seulement de la masse des fermions m et de la densité volumique N/V de l'assemblée :

$$E_f = \mu_0 = \frac{\hbar^2}{2m} \left(\frac{3\pi^2 N}{V} \right)^{2/3} \quad (1.3)$$

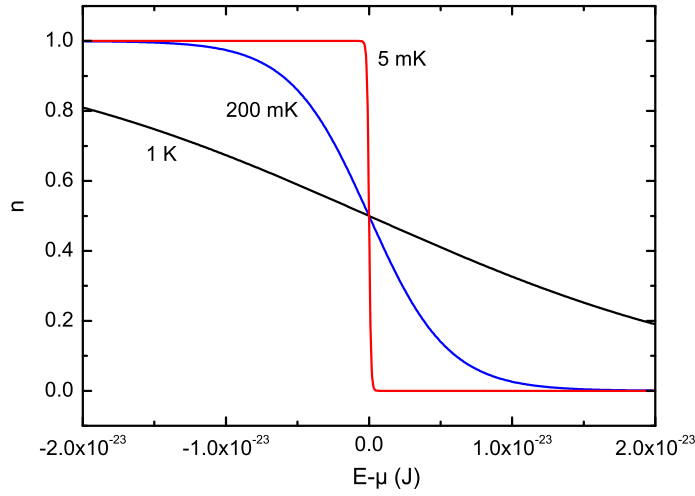


FIG. 1.2 – Distribution de la densité d'état pour 3 températures différentes, de la statistique de Boltzmann (gaz non dégénéré, $T > 1$ K) à la statistique de Fermi-Dirac (gaz de fermions dégénérés, $T < 100$ mK).

De l'énergie de Fermi, on extrait la température de Fermi T_f qui détermine la température à laquelle on observe le changement de statistique qui gouverne, de la statistique de Boltzmann (gaz non dégénéré) à la statistique de Fermi (gaz dégénéré) :

$$T_f = \frac{2E_f}{3k_B} = \frac{\hbar^2}{3mk_B} \left(\frac{3\pi^2 N}{V} \right)^{2/3} \quad (1.4)$$

La température de Fermi augmente avec la densité, et pour donner un ordre de grandeur, on a calculé T_f pour deux pressions : $T_f(0 \text{ MPa}) = 3.32 \text{ K}$ et $T_f(2.9 \text{ MPa}) = 4.17 \text{ K}$.

Dans la région dégénérée, le nombre d'états excités disponibles est très réduit par le principe d'exclusion de Pauli, qui tend à geler la distribution. Ceci se remarque directement sur la chaleur spécifique, elle devient proportionnelle à T au lieu d'être constante, de même la susceptibilité magnétique devient indépendante de T au lieu de varier comme $1/T$.

Chaleur spécifique d'un gaz de Fermi : l'expression de la chaleur spécifique à volume constant (développement à T tendant vers zéro) donne un comportement linéaire avec la température :

$$C_V^{id} = \frac{\pi m k_B^2}{3\hbar^2} \left(\frac{3N}{\pi V} \right)^{1/3} VT \quad (1.5)$$

ce comportement est vérifié expérimentalement dans l'³He liquide mais la valeur mesurée est de l'ordre de 3 fois plus grande que la chaleur spécifique calculée.

Susceptibilité magnétique d'un gaz de Fermi : à température nulle, et pour un champ magnétique B tel que $\mu_N B \ll k_B T_f$, on détermine la susceptibilité magnétique nucléaire

idéale molaire dite aussi susceptibilité idéale de Pauli :

$$\chi_{0,m}^{id} = \frac{N_a \mu_N^2}{V k_B T_f} = \frac{C_m}{T_f} \quad (1.6)$$

indépendante de la température, avec N_a la constante d'Avogadro, μ_N le moment magnétique nucléaire et $C_m = N_a \mu_N^2 / V k_B$ la constante de Curie molaire.

Comme pour la chaleur spécifique, l'expérience confirme que la susceptibilité magnétique de l' ^3He tend vers une constante à température nulle, cependant le rapport numérique par rapport au gaz de fermions idéal de même densité est proche de 10.

Par le développement de Sommerfeld, la susceptibilité d'un gaz idéal de fermions peut se mettre sous la forme :

$$\frac{\chi_m^{id}}{\chi_{0,m}^{id}} = 1 - \frac{\pi^2}{12} \frac{4}{9} \left(\frac{T}{T_f} \right)^2 + O(T^4) \quad (1.7)$$

Le facteur $\alpha_{id} = 4\pi^2/108 \approx 0.366$ représente la déviation en T^2 à la susceptibilité de Pauli idéale.

D'un point de vue quantitatif, il est nécessaire de considérer les interactions entre particules. La théorie phénoménologique des liquides de Fermi proposée par Landau (1956) [6] prend en compte ces interactions fortes entre les atomes du liquide ^3He , à basse température.

1.2.2 Aperçu de la théorie phénoménologique de Landau

L'idée de Landau est de comparer le liquide réel avec interaction au gaz idéal sans interaction. Si par une expérience de pensée, en partant d'un gaz idéal de fermions, on branche les interactions adiabatiquement alors l'énergie de chaque niveau est modifiée et l'ordre des niveaux d'énergie est conservé, la surface de Fermi reste une sphère. C'est à dire que les deux systèmes présentent une correspondance un à un des états propres d'énergie.

La particule avec interaction est comme habillée par les interactions. On considère cette particule habillée comme une entité propre, "quasiparticule" de masse effective m^* supérieure à la masse m de la particule ^3He . Autrement dit, le renforcement de la masse m^*/m est dû aux interactions. La notion de "quasiparticule" n'a de sens qu'à suffisamment basse température, quand la durée de vie de l'excitation (qui varie en $1/T^2$) est supérieure à $\hbar/k_B T$. La théorie de Landau est seulement applicable au régime dégénéré.

Pour décrire les interactions dans le liquide, Landau définit une fonction d'interaction composée de deux parties, une fonction indépendante du spin et une fonction dépendante du spin. Par des considérations de symétrie, il développe ces deux fonctions en polynômes de Legendre dont les coefficients sont F_l^s et F_l^a , $l=0,1,2,\dots,\infty$, paramètres sans dimension spin-symétrique et spin-antisymétrique de Landau. Notons aussi que les paramètres de Landau servent à décrire des propriétés particulières de la phase superfluide de l' ^3He et que pour la plupart des expériences dans le liquide, les termes avec $l=0$ et 1 sont suffisants.

Les facteurs de renormalisation par les interactions des quantités thermodynamiques peuvent être exprimés avec les paramètres de Landau. Par exemple, la chaleur spécifique et la susceptibilité magnétique sont données par :

$$\frac{C_V}{C_V^{id}} = \frac{m^*}{m} = 1 + \frac{1}{3}F_1^s \quad (1.8)$$

$$\frac{\chi_{0,m}}{\chi_{0,m}^{id}} = \frac{T_f}{T_f^{**}} = \frac{m^*}{m} \frac{1}{1 + F_0^a} \quad (1.9)$$

L'exposant *id* exprime la grandeur calculée pour le gaz idéal de fermions, la valeur sans exposant est la mesure dans le liquide ³He. De la vitesse du son et avec le paramètre F_1^s , on détermine le paramètre F_0^a . Les paramètres de Landau sont ainsi "mesurés" par les expériences.

Expérimentalement, pour modifier les interactions on fait varier la pression du liquide. Pour l'³He liquide, le paramètre F_1^s varie de 6 à la pression de vapeur saturante à 14 pour la pression de solidification. Le fait que F_1^s est grand montre que l'³He est un liquide de Fermi fortement corrélé. Le paramètre F_0^a est négatif et de l'ordre de -0.75, les interactions renforcent la susceptibilité et sont fortement ferromagnétiques. A la différence de la température de Fermi T_f d'un gaz idéal, la température de Fermi effective T_f^{**} diminue avec la densité.

La théorie de Landau, phénoménologique parce qu'elle fait intervenir des paramètres issus des expériences, peut s'avérer aussi prédictive (mode de son zéro). Les théories microscopiques peuvent apporter des renseignements supplémentaires par la prédiction des valeurs des paramètres de Landau. Il n'existe malheureusement pas de théorie microscopique complète pour décrire l'³He liquide, je vais donc donner les grandes lignes de deux théories microscopiques approchées et principalement les dépendances, qui, dans certaines limites, peuvent être directement comparées aux mesures.

1.2.3 Théories microscopiques approchées

Pour présenter ces théories microscopiques, les principales références utilisées sont les ouvrages de Vollhardt et Wölfle [5], Dobbs [7] ainsi que l'introduction de Buu et al. [8] concernant l'³He non polarisé.

– Modèle des fermions "presque ferromagnétiques"

Le modèle des fermions "presque ferromagnétiques", s'appuyant sur le modèle de Stoner, considère que l'interaction entre les atomes ³He est une interaction répulsive de type cœurs durs entre fermions de spins opposés (à cause du principe d'exclusion de Pauli). Le terme de renforcement de la susceptibilité peut s'exprimer sous la forme :

$$\frac{\chi_{0,m}}{\chi_{0,m}^{id}} = \frac{T_f}{T_f^{**}} = \frac{1}{1 - \bar{I}} = \frac{1}{1 - n(E_f)I} \quad (1.10)$$

avec $\bar{I}=n(E_F)I$ le paramètre d'interaction (produit de la densité d'états à la surface de Fermi par le potentiel Coulombien de l'interaction). Pour des très fortes interactions, c'est à dire $\bar{I} \rightarrow 1$, la susceptibilité diverge et le système subit une transition de phase vers un état ferromagnétique. Expérimentalement pour l' ^3He liquide, on détermine $0.9 < \bar{I} < 0.96$ sur toute la gamme de pression, le paramètre d'interaction est proche de 1, le système est alors qualifié de "presque ferromagnétique".

Le renforcement de la susceptibilité peut être interprété par l'existence des paramagnons qui sont des excitations de basse énergie, dues aux fluctuations de spins, similaires aux magnons dans les phases ferromagnétiques. A température finie, l'excitation thermique des paramagnons a un effet sur le renforcement de la masse (équation 1.11) mais aussi sur la dépendance de la susceptibilité avec la température (équation 1.13) qui diminue alors plus vite que celle d'un gaz de fermions libres.

a) Renforcement de la masse due aux paramagnons [9, 10] :

$$\frac{m^*}{m} = 1 + \frac{9}{2} \bar{I} \ln \left(1 + \frac{\bar{p}^2 \bar{I}}{12(1-\bar{I})} \right) \quad (1.11)$$

avec \bar{p} un facteur sans dimension introduit pour la convergence des calculs de chaleur spécifique, il doit être de l'ordre de 1 et peu dépendant de la pression. En combinant les équations 1.10 et 1.11, il est possible d'exprimer le renforcement de la masse m^*/m en fonction du renforcement magnétique T_f/T_f^{**} .

$$\frac{m^*}{m} = 1 + \frac{9}{2} \left(1 - \frac{T_f^{**}}{T_f} \right) \ln \left(1 + \frac{\bar{p}^2 \left(1 - \frac{T_f^{**}}{T_f} \right)}{12 \frac{T_f^{**}}{T_f}} \right) \quad (1.12)$$

Cette équation qui lie les deux renforcements provoqués par les interactions, permet une confrontation avec les mesures (partie 4.4).

b) Dépendance de la susceptibilité avec la température :

$$\frac{\chi_m}{\chi_{0,m}} = 1 - \frac{\pi^2}{6} \frac{4}{9} \left(\frac{T}{T_f^{**}} \right)^2 + \dots \quad (1.13)$$

avec le paramètre $\alpha_{ferro} \approx \pi^2/6 \times 4/9 \approx 0.731$ qui caractérise la déviation quadratique de la susceptibilité à température finie. Ce facteur peut être comparé à la courbure sur les mesures lorsque la température augmente (partie 5.4). La dépendance de la susceptibilité avec la température prédite par cette théorie ressemble à celle du gaz de fermions idéal, avec le coefficient α devant le terme quadratique environ deux fois plus grand.

– *Modèle des fermions "presque localisés"*

Selon Anderson et Brinkman le renforcement magnétique ne serait pas dû au paramètre F_0^a , qui sature vers -0.75 dans les mesures de Ramm et al. (partie 1.3.3), mais au renforcement de la masse effective. L'importante augmentation de la masse effective avec la pression est

interprétée comme un signe de localisation des atomes ³He sur un réseau. Bien entendu le terme réseau est difficile à imaginer dans un liquide, on peut le voir un peu différemment : l'³He liquide est dans un état où les particules restent aussi éloignées que possible des autres particules afin de limiter les interactions à courte portée des noyaux durs.

Ce modèle est de type Hubbard, la répulsion entre atomes d'³He peut s'exprimer avec une interaction U , la transition vers un état localisé se produit à U_C appelé interaction critique. Les résultats pour $U < U_C$ décrivent le comportement observé expérimentalement et peuvent s'exprimer en fonction des paramètres de Landau [11, 12] :

$$\frac{m^*}{m} = \frac{1}{1 - \left(\frac{U}{U_C}\right)^2} \quad (1.14)$$

Le renforcement de la masse diverge quand $U \rightarrow U_C$. Expérimentalement, d'après les mesures de Greywall (partie 1.3.1), on détermine $0.8 < U/U_C < 0.91$ pour les deux pressions extrêmes de mesures. L'³He est alors toujours près de la transition de localisation, d'où l'appellation "presque localisé". Près de cette transition, la susceptibilité diverge comme m^*/m , avec F_0^a qui approche d'une limite constante avec pour valeur $F_0^a \approx -0.75$, déterminée par le modèle.

La relation entre le paramètre de Landau et le renforcement de la masse est :

$$F_0^a = -p \left(1 - \frac{1}{\left(1 + \frac{U}{U_C}\right)^2} \right) = -p \left(1 - \frac{1}{\left(1 + \sqrt{1 - m/m^*}\right)^2} \right) \quad (1.15)$$

avec p de l'ordre de 1¹. Cette expression permet, comme dans le cas du modèle "presque ferromagnétique", de confronter l'expérience et la théorie.

Ce modèle est un calcul à température nulle, cependant, comme pour le modèle des paramagnons, la dépendance de la susceptibilité avec la température a été exprimée par Seiler [13] :

$$\frac{\chi_m}{\chi_{0,m}} = 1 - \frac{\pi^2}{6} 7.9 \frac{4}{9} \left(\frac{T}{T_f^{**}} \right)^2 + \dots \quad (1.16)$$

Le facteur devant le terme quadratique, $\alpha_{local} \approx 5.7$, est 8 fois plus grand que dans le modèle des fermions "presque ferromagnétiques". D'après Nozières (1986) [14], cette extension s'appuie sur des hypothèses discutables ce qui peut expliquer les désaccords avec l'expérience de cette extension à température finie.

En conclusion, pour valider et confronter les théories aux mesures de susceptibilité, on s'intéresse aux mesures à très basse température (limite $T \rightarrow 0$) permettant de déterminer le paramètre de Landau F_0^a en fonction des interactions (chapitre 4) mais aussi aux dépendances de la susceptibilité avec la température (chapitre 5).

¹le calcul pour une densité d'états en demi-ellipse dans le papier de Vollhardt [11] donne $p \approx 1.08$

1.2.4 Théorie basée sur la fonctionnelle de la densité

Une autre approche, plus réaliste que les deux précédentes (qui simplifient l'interaction entre atomes), est utilisée pour décrire l' ^3He , elle s'appuie sur la fonctionnelle de la densité : l'interaction entre atomes dépend de la densité. Comme dans la théorie de Landau, elle fait intervenir les paramètres issus des expériences. Cette approche permet de calculer les réponses statique et dynamique de l' ^3He liquide à température finie [15, 16]. Les données expérimentales obtenues dans le cadre de cette thèse, directement exploitables par cette méthode théorique, feront très rapidement l'objet d'une étude complète.

1.2.5 Calculs numériques

La méthode de simulation par Monte Carlo Quantique (QMC) permet de calculer les propriétés exactes d'un système bosonique, elle a été appliquée avec succès pour calculer les propriétés de l' ^4He liquide et solide. Pour l' ^3He cela reste un challenge complexe à cause de l'anti-symétrie de la fonction d'onde. Les études menées par E. Krotscheck et al. [15, 17] ont permis d'obtenir un bon accord qualitatif avec les expériences.

Les progrès des calculs fermioniques sont souvent liés à la construction de nouvelles fonctions d'ondes. Dernièrement, M. Holzmann [18] a proposé des fonctions d'ondes prenant en compte les corrélations à plusieurs corps (corrélations à 3 corps et potentiel symétrique à 4 corps). Ceci permet de stabiliser l'état non polarisé du liquide ^3He à toutes les pressions, comme déjà réalisé par les calculs de J. Casulleras [19], en accord avec les expériences. Cependant les écarts numériques sur le calcul de la susceptibilité magnétique nucléaire de l' ^3He , qui tendent à se réduire fortement, sont encore présents, typiquement ils sont passés de 60 % à 14 % à basse pression. On peut imaginer que dans peu de temps l'amélioration des calculs numériques sera telle que la comparaison avec les expériences sera rigoureuse.

1.3 Détermination des paramètres de Landau F_1^s et F_0^a

A partir des mesures de chaleur spécifique sur l' ^3He liquide, on détermine le renforcement de la masse dû aux interactions et donc le paramètre de Landau F_1^s (équation 1.8). Des mesures de susceptibilité magnétique nucléaire et en introduisant la valeur de la masse effective, on détermine la température de Fermi effective et on extrait le paramètre F_0^a (équation 1.9). Ainsi, je vais présenter les mesures de référence actuelles de la chaleur spécifique ainsi que les mesures de référence de la susceptibilité magnétique nucléaire de l' ^3He liquide.

1.3.1 Mesures de référence de la chaleur spécifique de l' ^3He

Comme on est amené à utiliser les valeurs de la masse effective m^* pour déterminer le paramètre de Landau F_0^a , il est cohérent de s'intéresser aux mesures de la chaleur spécifique de l' ^3He liquide.

Les mesures de référence, à ce jour, sont celles de D.S. Greywall [20, 1]. Son article de 1983 [20] remet en cause les résultats de Wheatley (résumés dans les tables de [21]) avec des écarts de l'ordre de 10 %. Les mesures de chaleur spécifique de l' ^3He liquide sont réalisées à volume constant entre 7 mK et 2.5 K pour des pressions de 0 à 3.25 MPa par une technique conventionnelle de pulse de chauffage (graphique 1.3).

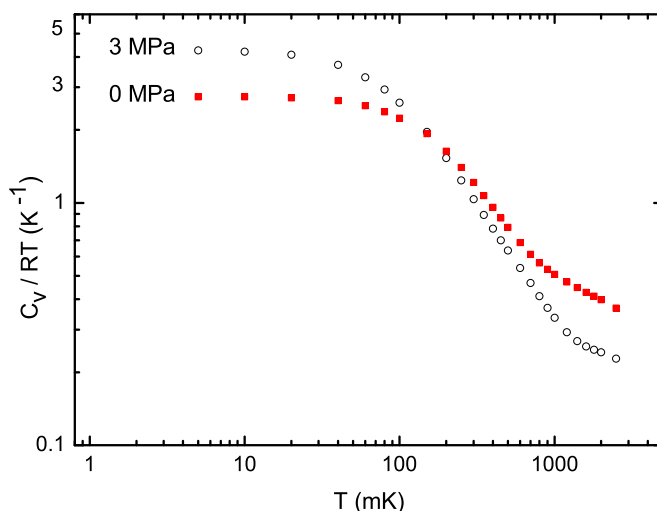


FIG. 1.3 – Mesures de référence de la chaleur spécifique de l' ^3He liquide réalisées par D.S. Greywall [20] entre 7 mK et 2.5 K pour des pressions de 0 à 3.25 MPa. On peut identifier la zone basse température où la chaleur spécifique est linéaire en T (constante en $1/T$) puis une zone où elle est indépendante de la température.

Un résultat primordial de ces mesures est qu'elles sont thermodynamiquement consistantes, à la différence des mesures antérieures. Greywall précise dans son article de 1986 [1] que les différentes mesures de chaleur spécifique sont cohérentes sous réserve de modifier l'échelle de température. Pour cela, ces mesures sont réalisées entre 0.6 et 5 mK et pour des pressions de 0 à 3.4 MPa, et obtenues au voisinage de la transition superfluide (dépendant de la pression). De ces données a résulté une modification de l'échelle de température de l'époque dans la gamme du millikelvin et une détermination de la masse effective.

Des mesures de chaleur spécifique, on détermine le renforcement de la masse et donc le paramètre de Landau F_1^s comme présenté sur le graphique 1.4 en fonction de la pression.

L'ajustement de W.P. Halperin [22] sur les mesures de D.S. Greywall [1] (calculateur de W.P. Halperin²) permet de calculer aisément la masse effective déterminée dans l'échelle de température, nommée "échelle Greywall", pour toutes les pressions.

²Page web du calculateur de W.P. Halperin : <http://spindry.phys.northwestern.edu/he3.htm>

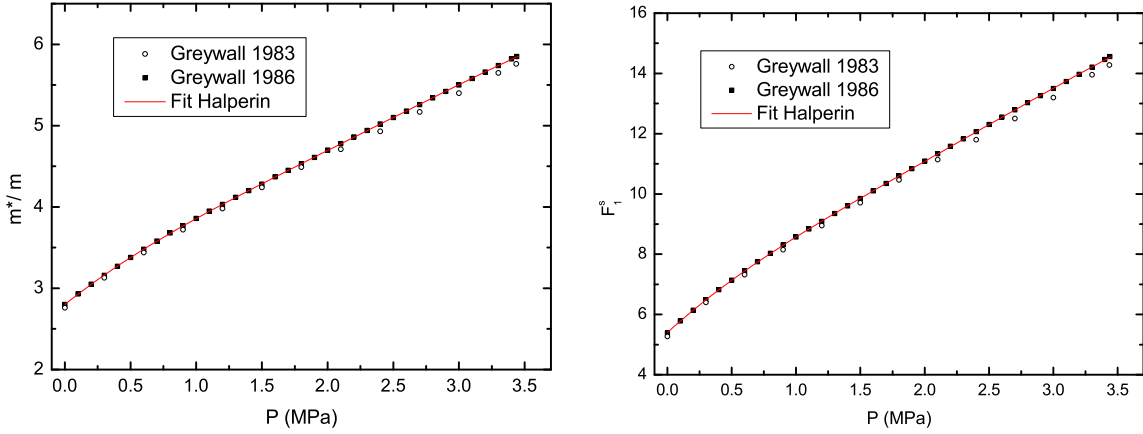


FIG. 1.4 – Détermination de la masse effective et du paramètre de Landau F_1^s en fonction de la pression.

1.3.2 Modification de l'échelle de température depuis 1986

Le renforcement de la masse est le paramètre le plus utilisé de la théorie de Landau (il intervient dans tous les paramètres de Landau donc dans F_0^s et F_0^a) et aussi le plus délicat à mesurer. La chaleur spécifique, dont la mesure dépend elle-même de la température, est proportionnelle à la température dans le régime liquide de Fermi dégénéré et c'est de ce coefficient de proportionnalité que l'on extrait la masse effective. Par conséquent m^* dépend de l'échelle de température utilisée. A une pression P d' ^3He , pour mesurer la chaleur spécifique, on applique un pulse de chauffage délivrant une quantité de chaleur δQ et on mesure l'élévation de température δT_G , l'indice G précisant l'échelle de température, ici l'échelle Greywall.

$$\frac{\delta Q}{\delta T_G} = \frac{\delta Q}{\delta P_{CF}} \frac{\delta P_{CF}}{\delta T_G} = C(T_G, P) \quad (1.17)$$

Pour déterminer l'élévation de température Greywall a utilisé comme thermomètre la courbe de fusion de l' ^3He (partie 2.2), c'est à dire la relation entre pression et température sur la courbe d'équilibre entre l' ^3He liquide et solide. La mesure directe de l'élévation de température passe par une mesure de pression P_{CF} (l'indice précisant "Courbe de Fusion"). La pente de la courbe de fusion intervient donc dans la mesure de chaleur spécifique (équation 1.17). De plus, c'est de la linéarité de la chaleur spécifique avec la température que l'on détermine m^* donc la température intervient une deuxième fois de manière plus explicite.

Or, depuis les mesures de Greywall l'échelle de température a changé. L'échelle Greywall et l'échelle PLTS-2000 (Provisional Low Temperature Scale, extension de l'échelle ITS-90, qui définit de manière provisoire l'échelle de température entre 1 K et 0.9 mK depuis 2000 [23]) sont présentées en annexe A et s'appuient toutes deux sur la courbe de fusion de l' ^3He , ce qui facilite par ailleurs les transferts de m^*/m d'une échelle de température à l'autre. Ce travail d'expression de m^*/m dans l'échelle PLTS-2000 peut s'avérer un peu prématuré sachant que cette échelle n'est que provisoire. Cependant, c'est celle que l'on utilise pour déterminer la température au cours de cette thèse, et par cohérence il est important de rendre

compte de la modification de l'échelle de température sur m^*/m .

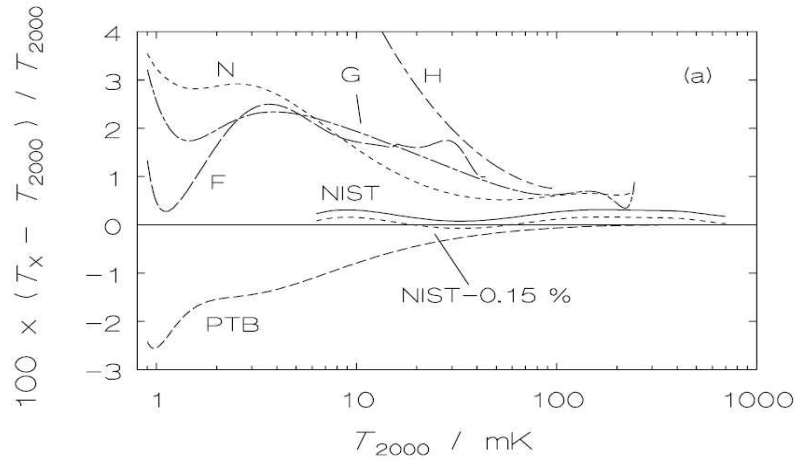


FIG. 1.5 – Différence relative entre l'échelle PLTS-2000 et les échelles de température antérieures des laboratoires. Pour reconnaître les échelles sur le graphique G : Greywall, H : Halperin, F : Fukuyama, N : UF-95 et les échelles du NIST-98 et PTB-96 [23].

A très basse température l'écart entre l'échelle Greywall et l'échelle PLTS-2000 est de l'ordre de 2 % en température (figure 1.5) et la pente de la courbe de fusion diffère aussi entre les deux échelles. Pour retraiter les données de Greywall [1], on recalcule la chaleur spécifique C avec l'échelle PLTS-2000 selon la formule :

$$C(T_{plts}, P) = \frac{C(T_G, P)}{\left(\frac{\delta P_{CF}}{\delta T_G}\right)_{@P_{CF}}} \left(\frac{\delta P_{CF}}{\delta T_{plts}}\right)_{@P_{CF}} \quad (1.18)$$

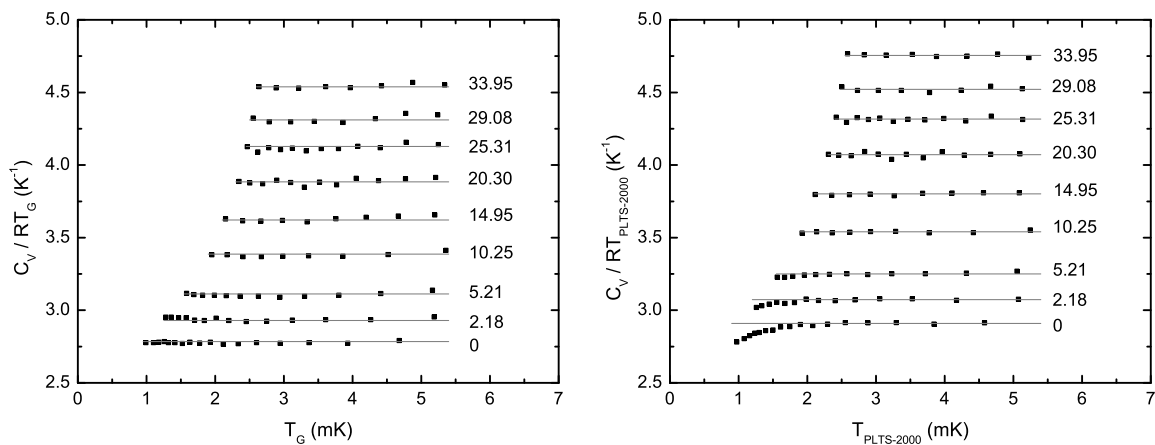


FIG. 1.6 – Chaleur spécifique de l' ^3He tracée comme C/T versus T avec les deux échelles de températures, échelle Greywall et échelle PLTS-2000. La comparaison des deux graphiques est discutée dans le texte.

Des courbes obtenues après modification (graphique 1.6) avec l'échelle de température PLTS-2000, on peut apporter plusieurs remarques :

- La remontée de C/T visible avec l'échelle Greywall vers 5 mK est atténuée dans l'échelle PLTS-2000.
- La déviation des courbes sous 2 mK avec l'échelle PLTS-2000 (basses pressions) est probablement due aux imprécisions sur la courbe de fusion et au fait que les addenda de chaleur spécifique ne sont pas parfaitement ajustés. Pour vérifier ceci, il serait souhaitable de réanalyser les données de Greywall entièrement.
- Le coefficient γ qui définit le coefficient de proportionnalité entre la chaleur spécifique et la température dépendant de la pression de l' ^3He mesuré, est augmenté de 4.5 % pour toutes les pressions (graphique 1.7). Ceci implique donc qu'entre les deux échelles de température le changement de la masse effective est aussi de 4.5 %, ce qui est conséquent.

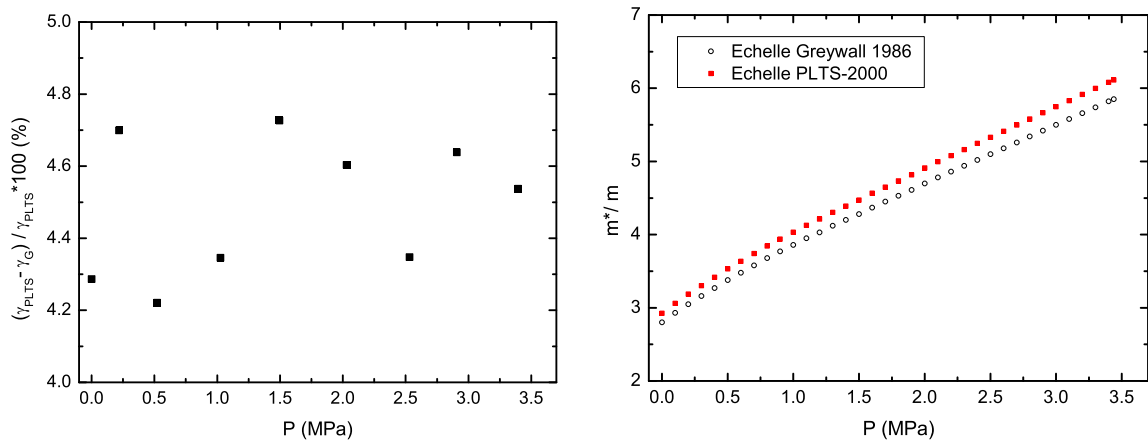


FIG. 1.7 – Ecart sur γ avec les deux échelles de température ainsi que l'effet sur la valeur de la masse effective.

Au final, l'expression de la masse effective avec l'échelle de température PLTS-2000, échelle de température provisoire entre 0.9 mK et 1 K, montre que les données de Greywall sont extrêmement dépendantes de la température et que finalement, pour déterminer un jeu de paramètres de Landau consistant, il importe de définir au préalable l'échelle de température sub-kelvin. Lorsqu'on déterminera dans le manuscrit le paramètre de Landau F_0^a , on précisera quelle échelle de température on utilise pour extraire la masse effective, échelle Greywall ou échelle PLTS-2000.

1.3.3 Mesures de référence de la susceptibilité magnétique

Les mesures de références de la susceptibilité magnétique nucléaire de l' ^3He liquide sont présentées dans deux articles successifs, J.R. Thompson [24] pour la gamme haute température (de 350 mK à 2.2 K) et H. Ramm [2] pour la partie basse température (de 35 mK à 1 K). Ces mesures, réalisées par résonance magnétique nucléaire pulsée pour différentes pressions d' ^3He liquide, sont normalisées au signal du solide ^3He de manière à avoir le produit de la

susceptibilité par la température égal à 1 à haute température.

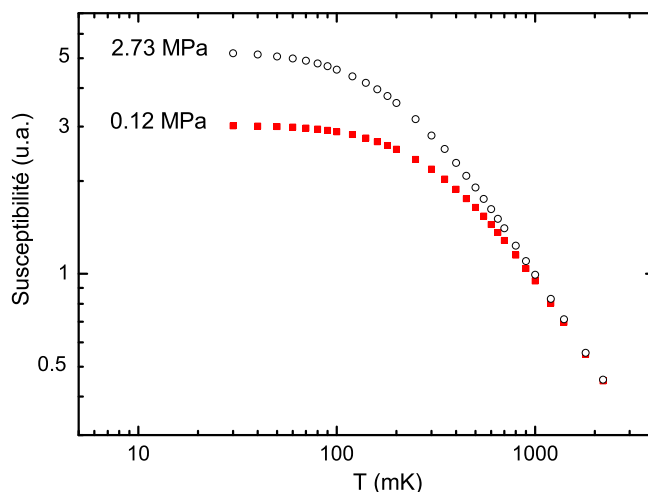


FIG. 1.8 – Mesures de référence lissées de la susceptibilité magnétique nucléaire de l' ^3He liquide réalisées par J.R. Thompson et H. Ramm [24, 2] entre 35 mK et 2.2 K pour des pressions de 0 à 2.8 MPa. A haute température la susceptibilité suit la loi de Curie (régime paramagnétique) puis elle devient indépendante de la température (régime liquide de Fermi dégénéré) à basse température.

De ces mesures Ramm et al. ont extrait la température de Fermi effective T_f^{**} (table IV [2]), puis avec la masse effective, le paramètre de Landau F_0^a . La valeur de la masse effective qu'ils ont utilisée est celle mesurée en 1966 par Abel et al. [25] (groupe de Wheatley). Comme D.S. Greywall a remis en cause les mesures de chaleur spécifique, le paramètre de Landau présenté sur le graphique 1.9 est recalculé à partir des mesures de Ramm et al. avec les valeurs de la masse effective déterminées par Greywall dans son échelle de température.

1.4 Pourquoi de nouvelles mesures de susceptibilité de l' ^3He liquide ?

Dans la partie précédente, j'ai présenté les mesures de référence de la susceptibilité magnétique nucléaire de l' ^3He liquide en fonction de la température et de la pression réalisées par Ramm et al., il semble donc naturel de préciser pourquoi on a été amenés à refaire ces mesures et dans quel but.

1.4.1 Dispersion des mesures de la susceptibilité

Les premières mesures de susceptibilité de l' ^3He liquide à basse température ont commencé avec les mesures de Fairbank et al. [26] en 1954 et se sont poursuivies dans les années 1960, citons par exemple les travaux de Anderson et al. [27], Thomson et al. [28] et Beal et

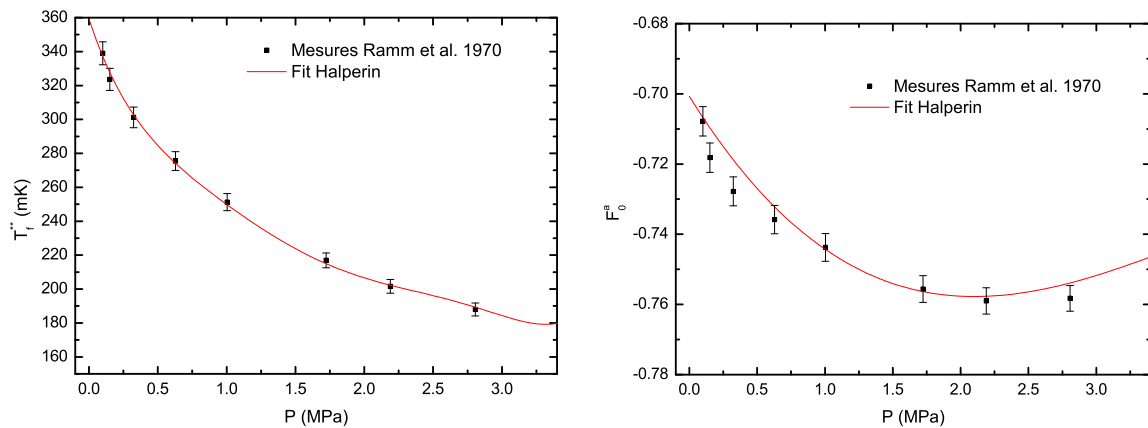


FIG. 1.9 – Détermination de la température de Fermi effective et du paramètre de Landau F_0^a en fonction de la pression. F_0^a a été recalculé pour le graphique de droite avec les valeurs des masses effective déterminées dans l'échelle de température Greywall, par D.S. Greywall [1].

al. [29]. Typiquement avant les mesures de Ramm (1970), la dispersion des mesures de susceptibilité extrapolées à température nulle, c'est à dire la température de Fermi effective, est de l'ordre de 15 %. Le travail précautionneux de Ramm et al. est reconnu par la communauté et leurs mesures, intermédiaires entre les résultats de Beal [29] et de Thomson [28], précises à ± 1 % deviennent la référence pour la température de Fermi effective de l' ^3He liquide en fonction des interactions.

Dans la littérature, plusieurs expériences desquelles on peut extraire la susceptibilité ont suivi les mesures de Ramm. Pour la plupart, ce ne sont pas des mesures spécifiques pour déterminer la susceptibilité de l' ^3He mais des expériences utilisant les mesures de référence de Ramm pour normaliser ou comparer leurs données.

Pour calibrer leurs mesures de susceptibilité au cours d'une expérience de Résonance Magnétique Nucléaire pulsée sur les mélanges $^3\text{He}/^4\text{He}$, P.J. Nacher et al. [30] ont mesuré la valeur de la susceptibilité dans l' ^3He pur à la pression de vapeur saturante. Malgré le manque de mesure à la pression de vapeur de la part de Ramm, on peut conclure que la température de Fermi effective mesurée par Nacher est environ 9 % plus basse que l'extrapolation des mesures de Ramm à la même pression.

Un an après, en 1992, H.H. Hensley [31] confirme les mesures de H. Ramm par des mesures de RMN pulsée. Les mesures sont réalisées à seulement 2 températures, à 3 mK pour déterminer la température de Fermi effective et à 0.6 K pour normaliser la susceptibilité à celle de Thomson [24].

Dans deux articles, le premier datant de 2000, le second de 2002, A.G. Mikhailchuk et al. [32, 33] mentionnent des écarts aux mesures de Ramm de 5.9 % sur la température de Fermi effective à la pression de vapeur saturante de l' ^3He , mesures réalisées avec deux méthodes différentes sur le même montage : un SQUID-dc permettant de déterminer l'aimantation

totale du liquide et un appareillage classique de RMN pulsée.

Au laboratoire (CRTBT), c'est tout d'abord au cours de mesures de susceptibilité de ^3He confiné dans l'aérogel à ultra-basses températures réalisées pendant la thèse de A.S. Chen [34] que des doutes sont apparus concernant les mesures de Ramm. Ceci a amené S. Triqueneaux [35] au cours de sa thèse à reprendre les mesures de susceptibilité dans ^3He liquide massif. Un écart supérieur à 6 % a été observé par rapport aux mesures de Ramm pour toutes les pressions de mesure. Cependant, ses mesures ne sont pas normalisées à celle du solide ^3He , et un doute est possible concernant la thermométrie, sachant qu'il avait constaté expérimentalement quelques découplages thermiques.

Le premier but de nos mesures est de réaliser des mesures précises de susceptibilité de ^3He liquide massif après amélioration de la thermométrie et d'étendre la gamme de détermination du paramètre de Landau F_0^a jusqu'à la pression de solidification.

1.4.2 Extension des mesures de Ramm

Ramm et al. ont réalisé leurs mesures dans ^3He liquide entre 35 mK et 2.2 K et pour des pressions allant de 0.1 MPa à 2.85 MPa. Ceci couvre déjà une très grande partie de la phase liquide ^3He (voir figure 1.1), et leur température minimale obtenue par désaimantation d'un sel paramagnétique est relativement basse.

L'utilisation d'un cryostat à dilution nous permet de réaliser des mesures de susceptibilité jusqu'à 5 mK. Ceci augmente la gamme de température où la susceptibilité est indépendante de la température et peut améliorer l'extrapolation à température nulle pour la détermination du paramètre de Landau F_0^a . Si l'on regarde de plus près le diagramme de phases de ^3He , une zone liquide, au dessus de 2.93 MPa à basse température ($T < 315$ mK), n'a pas encore été explorée en susceptibilité magnétique. Des mesures dans cette zone vont nous permettre d'étendre les mesures du paramètre de Landau à plus haute pression pour déterminer sa dépendance avec les interactions et ainsi vérifier s'il sature à haute pression comme le montrent les mesures de Ramm.

En ce qui concerne la comparaison des données avec les prédictions des théories microscopiques, tant la susceptibilité à température nulle que sa dépendance avec la température sont intéressantes. Aggrandir la gamme des données expérimentales ne peut que compléter cette approche.

Connaître le paramètre de Landau F_0^a en fonction des interactions n'est pas seulement un défi expérimental : ce paramètre intervient dans la propriété de transport qu'est le coefficient de diffusion de spin, dans la détermination du paramètre F_1^a (qui est d'ailleurs très sensible à une variation de F_0^a) et permet de déterminer des valeurs quantitatives utiles pour décrire ^3He sous sa phase superfluide. Par exemple, F_0^a intervient dans l'aimantation totale de la phase de ^3He -B superfluide [36].

Dans ce manuscrit, je présente des mesures de susceptibilité magnétique nucléaire de ^3He liquide entre 10 mK et 1.9 K pour des pressions de 0 MPa à 3.35 MPa, normalisées,

comme Ramm et al., à des mesures dans l'³He solide. Une grande partie de ce manuscrit s'attache à montrer que les mesures présentées ici ont été réalisées avec le plus grand soin et que les résultats, pour autant pas si différents de ceux de Ramm, remettent en cause la valeur des températures de Fermi effectives entre 5 % et 8 % et du paramètre de Landau entre 1.5 % et 2.5 % selon la pression.

Pour réaliser les mesures de susceptibilité magnétique sur l' ^3He liquide en fonction de la température et de la pression, la cellule de mesure contenant l' ^3He a été installée dans un cryostat à dilution dont les particularités sont précisées dans une première section. Une année de cette thèse a été consacrée à l'installation et au développement d'une thermométrie de qualité métrologique. Dans la seconde partie de ce chapitre, je décris des expériences préliminaires qui nous ont permis d'établir l'échelle de température ainsi que l'échelle utilisée pour l'expérience de résonance magnétique nucléaire. La méthode utilisée pour mesurer l'aimantation de l' ^3He est la Résonance Magnétique Nucléaire continue. Le dispositif mis en place est présenté à la fin de ce chapitre, ainsi que la cellule utilisée pour les mesures.

2.1 *Le cryostat à dilution $^3\text{He} - ^4\text{He}$*

Le principe de fonctionnement des cryostats à dilution a été décrit avec détail et rigueur dans quelques ouvrages de référence, par exemple les livres de F. Pobell [37] et O.V. Lounasmaa [38]. Le cryostat à dilution utilisé au cours de cette thèse est un modèle original de cryostat dont les performances sont remarquables, je m'attarderai plus sur ses particularités que sur les généralités de son fonctionnement.

2.1.1 *Spécificités du cryostat*

Le cryostat à dilution utilisé pour les expériences présentées dans cette thèse est un cryostat initialement destiné à des expériences neutroniques (ILL-CRTBT). Sa principale particularité est le stockage des fluides cryogéniques (azote et hélium) uniquement dans la partie haute du cryostat, la dilution étant protégée de l'extérieur par des écrans thermiques transparents aux neutrons. Ceci implique par exemple que la bobine de champ nécessaire à la mesure par Résonance Magnétique Nucléaire est dans le vide, thermalisée sur la plaque froide du cryostat. La consommation en hélium est relativement basse, seuls 2 remplissages de 30 litres d'hélium par semaine sont nécessaire en fonctionnement classique (avec la boîte à 1 K en fonctionnement, et 2 A de courant dans la bobine RMN) ce qui permet de faire des mesures dans des conditions stables sans être perturbé par les transferts. La boîte à ^4He pompé a une température de l'ordre de 1.6 K. Le circuit de dilution est un circuit fermé contenant un mélange d' ^3He et d' ^4He , le groupe de pompage permettant la circulation est mobile.

Ce cryostat permet d'atteindre une température de 5 mK sur la boîte à mélange, avec une

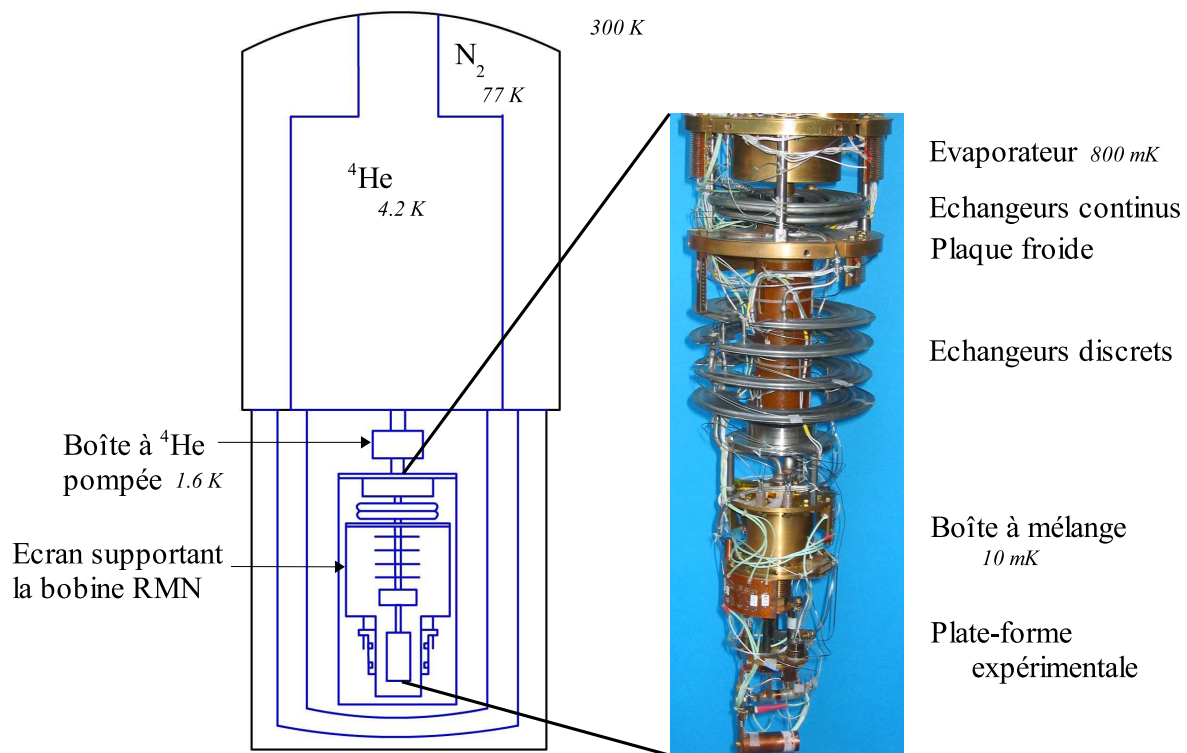


FIG. 2.1 – Vue schématique du cryostat et photo de l'étage à dilution.

puissance frigorifique à 100 mK de $150 \mu\text{W}$. Suite à quelques problèmes d'étanchéité sur la pompe roots (pompe secondaire de la dilution), on a été amené à travailler sans celle-ci, la température minimale est alors de 9 mK.

2.1.2 Double régulation de la température sous 1 K

La cellule RMN, ainsi que les différents thermomètres sont installés sur une plaque en cuivre (appelée plaque thermométrique ou plate-forme expérimentale) couplée à la boîte à mélange par un lien thermique en fil d'argent. Sur ce lien thermique, nous avons disposé un chauffage permettant de réguler cette plaque indépendamment de la boîte à mélange. Pour stabiliser la température, deux méthodes sont alors possibles :

- soit on régule la boîte à mélange à une température T et on laisse suivre la température de la plaque en cuivre,
- soit on régule la boîte à mélange à une température T et la plaque thermométrique à $T + \Delta T$, avec une puissance de seulement une centaine de nW sur la plaque en cuivre.

Dans le premier cas, la température de la plaque en cuivre est soumise aux instabilités de la dilution s'il y en a, alors que dans le second cas, on évite ces effets. De plus, lors de la double régulation les puissances nécessaires pour stabiliser la température sont très faibles, les gradients thermiques sont donc négligeables.

2.1.3 Au dessus de 1 K

Jusqu'à une température de 1 K, la régulation de la boîte à mélange de la dilution est possible, même si le fonctionnement du cryostat n'est pas classique sachant qu'au dessus de 860 mK la séparation de phases dans le mélange ^3He - ^4He n'a plus lieu. On peut considérer que l'on a l'équivalent d'un cryostat à ^3He pompé. Par contre, au dessus de 1 K, on est amené à fonctionner un peu différemment, la régulation de la boîte à mélange nécessiterait des puissances trop importantes si l'on maintient le pompage sur l'évaporateur. Plusieurs solutions sont possibles pour faire les mesures. On a choisi de laisser dériver la température de la boîte à mélange, le mélange toujours condensé, jusqu'à la température de la boîte à 1 K. La dérive de la température entre 1 K et 2 K est très lente, typiquement 3-4 mK par heure.

2.2 Plate-forme thermométrique

La plate-forme thermométrique (fig. 2.2) est une plaque en cuivre fendue (pour limiter les courants de Foucault lors des variations du champ magnétique), suspendue à la boîte à mélange du cryostat par 3 pieds en Vespel, et thermalisée par un fil d'argent. Sur ce lien thermique, on a disposé le chauffage permettant notre méthode de double régulation. Les différents thermomètres, la cellule expérimentale ainsi que la jauge de pression à froid sont vissés sur cette plaque de cuivre. Les fils de mesure des thermomètres résistifs et du thermomètre à blocage de Coulomb sont thermalisés sur la boîte à mélange, une plaque de cuivre sur laquelle on a collé des pistes de cuivre déposées sur Kapton. Ainsi, on est assuré d'éviter tout apport de chaleur déjà extrêmement réduits par l'utilisation de fils de mesure supraconducteurs en Nb-Ti à matrice de Cu-Ni. Concernant les mesures par les câbles coaxiaux, la thermalisation est plus délicate. On a donc préféré conserver le blindage, l'âme du coax n'est pas thermalisée, par contre le blindage, localement démunie de sa gaine plastique, est serré dans une pièce de cuivre au niveau de la boîte à mélange, électriquement isolé par une feuille de Kapton.

Plusieurs expériences successives nous ont permis de réaliser l'échelle de température utilisée lors de la mesure de susceptibilité (chapitre 3). Dans ce cadre, on a fabriqué, testé et installé le thermomètre à courbe de fusion (MCT) qui représente le standard de température et l'échelle actuelle PLTS-2000 (Provisional Low Temperature Scale) [23] entre 0.9 mK et 1 K. Ensuite, ce nouveau thermomètre a été comparé à son modèle plus ancien et un peu moins sensible, pour vérification et évaluation des gradients thermiques possibles sur la plaque thermométrique. Suite à ce premier travail et en collaboration avec des laboratoires métrologiques européens, le thermomètre prototype SRD1000 à points fixes supraconducteurs, avec les températures de transitions des échantillons comprises entre 15 mK et 1.2 K, a été évalué.

Le thermomètre à blocage de Coulomb (CBT) a la grande particularité d'être un thermomètre primaire, faisant de lui une référence de température. Pour la mesure de la susceptibilité magnétique nucléaire de l' ^3He entre 1 K et 2 K, le CBT nous a permis de compléter notre échelle de température. Après étalonnage, des thermomètres résistifs Speer 100 Ω nous ont été très utiles pour vérifier la reproductibilité des échelles de température sur différents

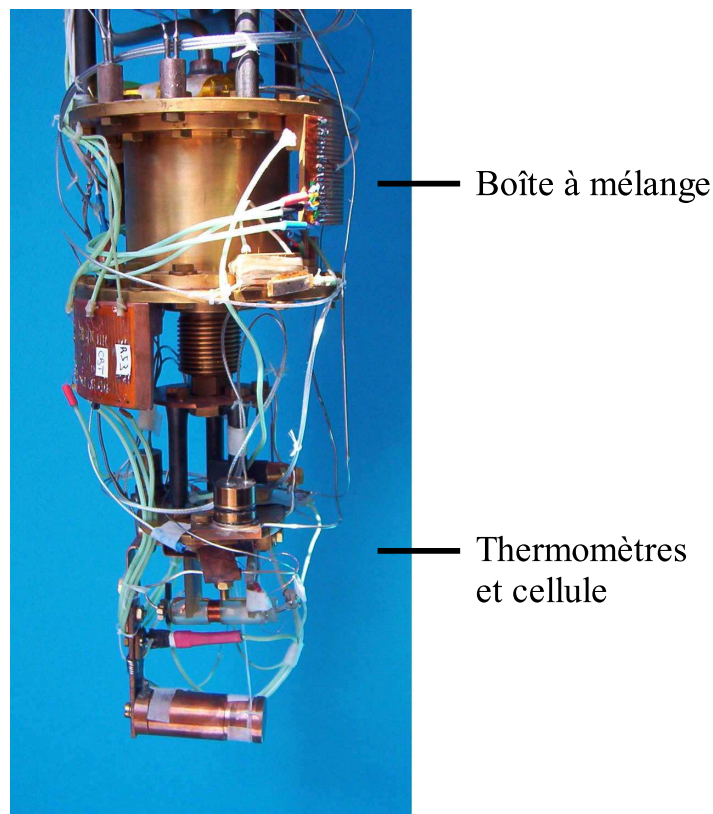


FIG. 2.2 – Photo de la partie basse du cryostat. En haut, la boîte à mélange sur laquelle est thermalisée la plaque en cuivre thermométrique supportant la cellule ainsi que les différents thermomètres.

refroidissements.

2.2.1 Thermomètre à courbe de fusion d' ^3He (MCT)

L'échelle PLTS-2000 (Provisional Low Temperature Scale) adoptée en 2000, définit de manière provisoire l'échelle internationale de température entre 0.9 mK et 1 K en s'appuyant sur la relation pression-température de la courbe de fusion de l' ^3He . Cette courbe d'équilibre solide-liquide présente une forte dépendance de la pression avec la température, sauf au voisinage du minimum. D'autres particularités, comme la grande précision des mesures de pression, la faible influence du champ magnétique sur la courbe de fusion, ainsi que la présence de 4 points fixes expliquent le choix du MCT comme standard actuel.

2.2.1.1 Description et principe de fonctionnement

Le thermomètre à courbe de fusion doit contenir un volume fermé d' ^3He en équilibre entre sa phase solide et liquide. Pour obtenir ce volume clos, on utilise la méthode du capillaire bloqué. Il se forme un bouchon d' ^3He solide dans le capillaire à 800 mK (évaporateur du cryostat) pour une pression de 3.6 MPa. Une fois le volume isolé, on se déplace sur la

courbe de fusion de l' ^3He , le solide en équilibre avec la phase liquide, ainsi une mesure de la pression avec une jauge capacitive permet de définir la température, selon l'équation 2.1 [23] :

$$P(\text{MPa}) = \sum_{i=-3}^9 a_i \cdot T^i \quad \text{avec } T \text{ en Kelvin} \quad (2.1)$$

où les a_i sont 13 coefficients définis en annexe A. Cette équation est un compromis adopté en 2000 résultant de nombreuses mesures et de calculs thermodynamiques réalisés par les laboratoires de métrologie. Cette échelle de température, provisoire, permet l'extension de l'échelle ITS-90 qui définit la température avec la pression de vapeur saturante de l' ^3He , jusqu'à 0.65 K. L'incertitude de l'échelle provisoire de température PLTS-2000 est de l'ordre de 0.1 % à 500 mK, 0.2 % à 100 mK, 0.3 % à 25 mK pour augmenter à 2 % à 0.9 mK. L'incertitude standard en pression absolue est estimée à 60 Pa.

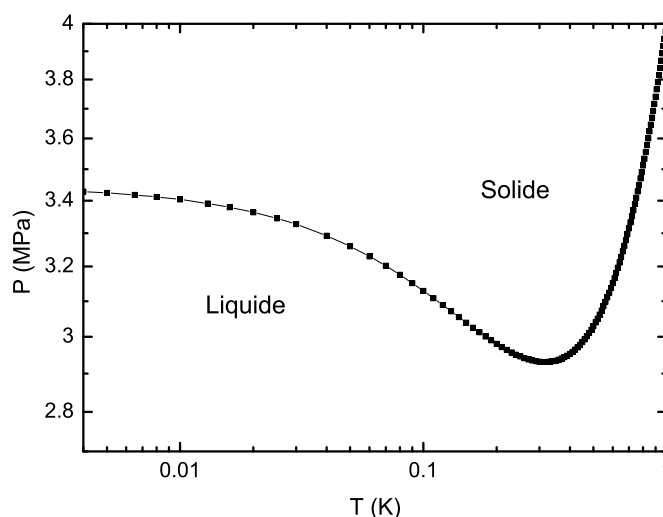


FIG. 2.3 – Courbe de fusion de l' ^3He représentée avec l'équation PLTS-2000.

Pour une même pression, de part et d'autre du minimum, on peut avoir deux températures. Les coordonnées du minimum, et celles des autres points fixes que l'on n'arrive malheureusement pas à atteindre avec notre cryostat à dilution, données par l'échelle provisoire de température, sont résumées dans le tableau 2.1.

Points Fixes	$P(\text{MPa})$	$T(\text{mK})$
Minimum	2.93113	315.24
Transition Superfluide A (dans liquide)	3.43407	2.444
Transition Superfluide AB (dans liquide)	3.43609	1.896
Transition Néel (dans solide)	3.43934	0.902

TAB. 2.1 – Les points fixes de la courbe de fusion de l' ^3He [23].

Le thermomètre à courbe de fusion que l'on a fabriqué est une jauge de type Straty-Adams [39]. Nous avons apporté quelques modifications au modèle développé par Greywall [40]. Outre les dimensions qui diffèrent, ainsi que la surface des plaques constituant la capacité, deux points essentiels ont été modifiés :

- le fil de mesure reliant la plaque de capacité mobile est mieux blindé, il ne voit plus directement la plaque fixe, éliminant ainsi une possible capacité parasite variable,
- la colle permettant d'isoler le volume d' ^3He est disposée plus loin de la membrane diminuant les contraintes sur la fine membrane (meilleure reproductibilité du capteur et montage plus précis lors de l'ajustement de l'écartement initial des électrodes).

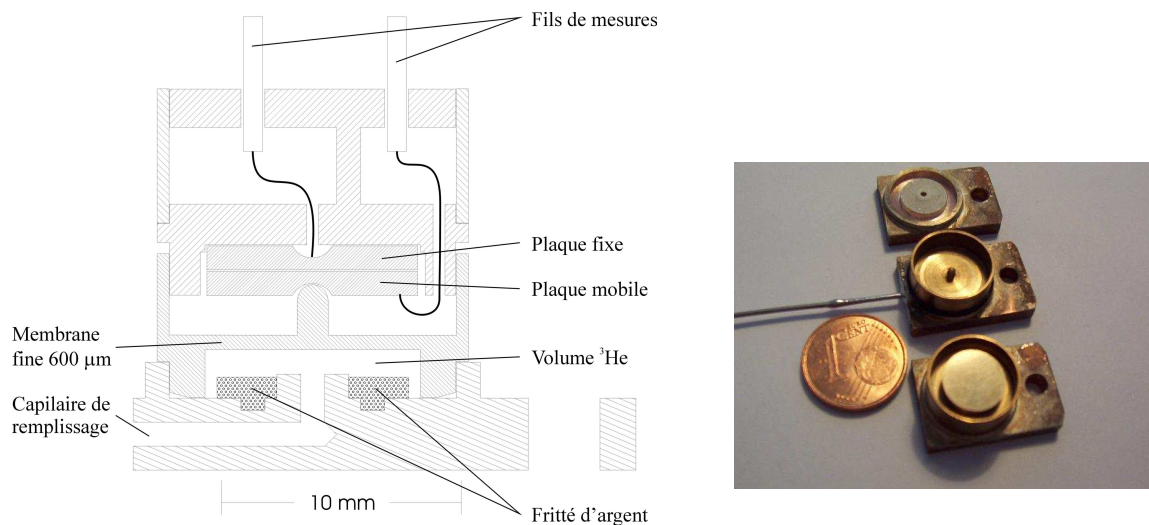


FIG. 2.4 – Schéma d'un thermomètre à courbe de fusion et photo de quelques étapes dans sa construction. Lorsque la pression varie, la membrane fine en CuBe se déforme, modifiant la distance entre les deux plaques de la capacité que l'on mesure.

La sensibilité de ce capteur capacitif de pression est de 15 pF/MPa, optimisée dans la gamme de pression utile, soit entre 2.9 MPa et 3.6 MPa.

2.2.1.2 Protocole d'utilisation du MCT

Le thermomètre à courbe de fusion nous permet d'avoir une température de référence en réalisant l'échelle PLTS-2000, cependant quelques étapes supplémentaires dans la mise en route du cryostat à dilution sont nécessaires. Pour une utilisation optimale de ce capteur, l'étalonnage entre la capacité et la pression doit être réalisé à chaque refroidissement lorsque tout l' ^3He est encore liquide et le remplissage en ^3He adapté à la gamme de température que l'on souhaite explorer. Par ailleurs, comme l'étalonnage entre la capacité et la pression est réalisé lorsque l' ^3He est liquide dans le thermomètre, mais aussi dans le capillaire de remplissage, celui-ci condense près du niveau du bain d' ^4He . Cette colonne de liquide crée une pression hydrostatique qui s'ajoute à la pression mesurée par la jauge de pression extérieure.

Il est nécessaire d'apporter une correction de pression hydrostatique. Par la suite, je vais détailler chaque étape de la mise à froid avec le MCT ainsi que les étapes essentielles pour une mesure précise de la température.

– *Entraînement de la membrane et étalonnage du capteur.*

Lors du refroidissement du cryostat, après la mise en route du pompage sur la boîte à 1 K, la première étape consiste à condenser le mélange $^3\text{He} - ^4\text{He}$ de la dilution sans le faire circuler. C'est à cette étape que l'on remplit le thermomètre à courbe de fusion de 3.7 MPa d' ^3He . Un entraînement mécanique de la membrane en CuBe, procédure qui consiste à faire varier la pression de 2.7 MPa à 3.7 MPa (typiquement 6 à 7 aller-retours), permet d'éliminer des effets d'hystérésis. Le CuBe, après traitement thermique, présente d'excellentes propriétés mécaniques.

Au premier ordre, l'équation de la capacité mesurée varie comme l'inverse de la déformation, soit :

$$C \propto \frac{1}{d_0 - \alpha P} \quad (2.2)$$

avec C la capacité mesurée, d_0 la distance entre les électrodes à pression nulle, α une constante dépendant des propriétés mécaniques de la membrane, et P la pression. Cependant, l'équation théorique précise reliant la capacité à la pression est plus complexe lorsqu'on s'intéresse aux ordres suivants et à la non-linéarité.

Pour améliorer la précision de la relation entre pression et capacité, on réalise un étalonnage à chaque refroidissement. Cette étape consiste à appliquer une pression et à mesurer la capacité équivalente, ceci à environ 1.5 K car à partir de cette température, les caractéristiques mécaniques du thermomètre n'évoluent pratiquement plus. Comme la précision de cet étalonnage limite directement la précision en température et donc notre réalisation de l'échelle de température PLTS-2000, on apporte un soin tout particulier à cette étape. Nous avons établi un protocole permettant une systématisation de la procédure.

Typiquement, on augmente la pression par pas de 0.05 MPa entre 2.7 MPa et 3.7 MPa, avec une stabilisation de 5 minutes par palier. On mesure la pression avec une jauge Digiquartz¹ et la capacité avec un pont de capacité haute précision Andeen Hagerling (2500A, 1 KHz). Il faut aussi vérifier la stabilité de la température de la salle, la jauge Digiquartz étant sensible à ce paramètre. Les points à l'équilibre constituent l'étalonnage (fig. 2.5). Celui-ci doit être suffisamment lent pour permettre l'équilibre de la pression entre la jauge (à l'extérieur du cryostat) et le MCT (à l'intérieur du cryostat), mais aussi relativement rapide. En effet, cet étalonnage permet de relier la capacité à la pression, ceci à une constante près : la pression hydrostatique due à la colonne de liquide d' ^3He entre l'endroit où l' ^3He condense et le capteur. Pour éviter que cette hauteur ne diminue trop au cours de l'étalonnage, on le réalise habituellement en deux heures. Le niveau du bain d' ^4He ne change avec ce cryostat que de 9 mm.h^{-1} (alors que la longueur de la colonne est de l'ordre du mètre).

¹Jauge de pression modèle Digiquartz Pressure Transducer Series 1000, Modèle 710.

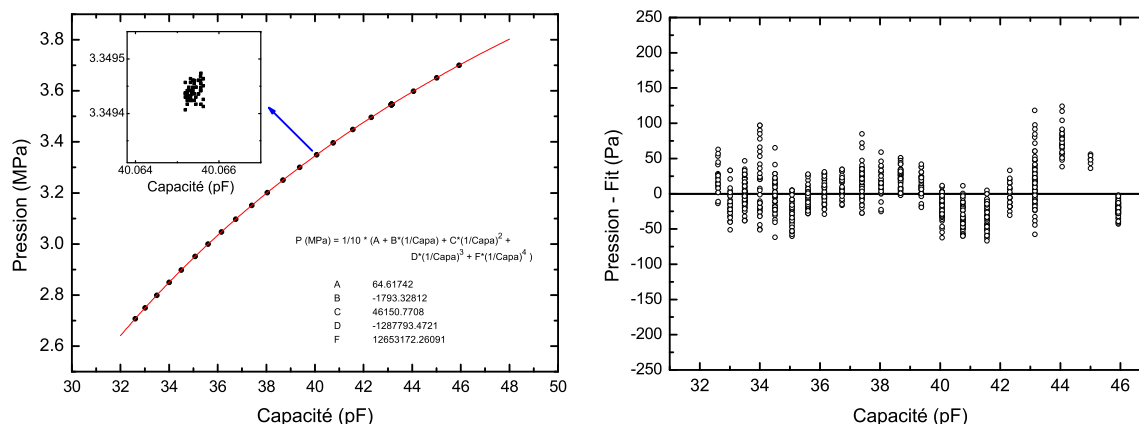


FIG. 2.5 – Etalonnage du thermomètre à courbe de fusion entre 2.7 MPa et 3.7 MPa, ainsi que l'écart entre l'ajustement et la mesure de pression. L'erreur observée est inférieure à 100 Pa.

Concernant les incertitudes, le pont de capacité haute précision garantit une stabilité qui correspond à une différence en pression de moins de 3 Pa. Ceci est négligeable comparé à l'erreur de la jauge de pression elle-même. On mesure la pression lors de l'étalonnage avec une jauge Digiquartz 0-6 MPa ayant une précision en absolu de 600 Pa. Comme on ajuste l'étalonnage avec le point fixe en pression du minimum de la courbe de fusion, on s'intéresse à des mesures de pression relative. La non-linéarité de cette jauge est de l'ordre de 30 Pa [41]. Une autre contribution à l'erreur sur la calibration du thermomètre à courbe de fusion est due à de faibles débits (équilibre imparfait) entre le MCT, à l'intérieur du cryostat, relié par un capillaire à la jauge Digiquartz, située à température ambiante. L'incertitude typique est proche de 50 Pa (fig. 2.5). D'autres sources d'erreurs [42] peuvent être prises en compte comme l'hystérésis de la membrane, éliminé si l'on réalise la stabilisation de la température en l'augmentant et en la diminuant. Les impuretés d' ^4He dans l' ^3He ont une influence sur la mesure de la température [43], cependant l' ^3He utilisé est extrêmement pur du fait de l'adsorption préférentielle de l' ^4He dans les frittés d'argent utilisés pour la thermalisation de l' ^3He sur l'évaporateur et sur la boîte à mélange.

A chaque refroidissement du thermomètre, il est nécessaire de réaliser un étalonnage car ses propriétés mécaniques sont modifiées lors d'un cycle 10 mK-300 K. Les décalages de l'étalonnage dus aux réchauffements du thermomètre sont reportés sur le graphique 2.6.

– *Le remplissage du thermomètre.*

Cette étape est importante, elle va déterminer la gamme de température dans laquelle le thermomètre sera utilisable. Pour choisir la pression de remplissage en ^3He du thermomètre, il est nécessaire de comprendre le graphique 2.7. Ce graphique représente la densité en fonction de la température dans la zone où l' ^3He est en équilibre entre sa phase liquide et solide. Par exemple, si l'on remplit le thermomètre de 3.6 MPa à 1 K, que l'on refroidit, vers 800 mK un bouchon se forme dans le capillaire. Ensuite la densité est fixe dans le thermomètre, les quantités de solide et de liquide varient avec la température, leur rapport obéissant à la règle

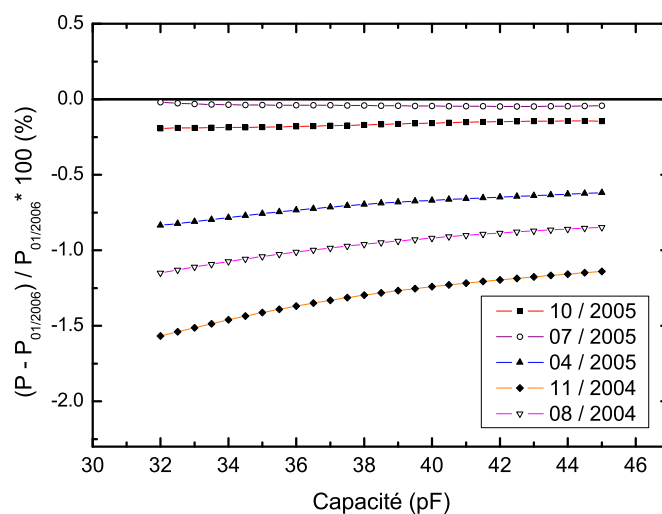


FIG. 2.6 – Ecart entre différents étalonnages réalisés depuis la fabrication du thermomètre à courbe de fusion par rapport à l'étalonnage de janvier 2006. L'erreur pourrait atteindre jusqu'à 2 % si l'on ne réalisait pas l'étalonnage à chaque refroidissement.

des segments.

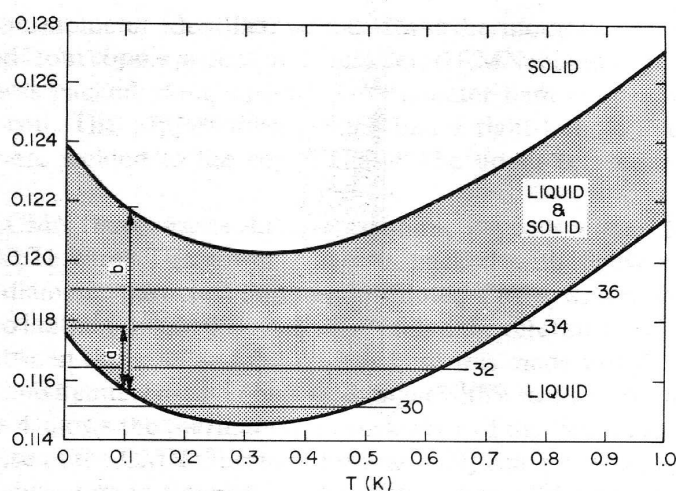


FIG. 2.7 – Diagramme densité (en $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$) en fonction de la température pour la courbe de fusion de ^3He . La proportion de solide x_s , à une température donnée, est déduite grâce à la règle des segments : $x_s = a/b$ [40].

Typiquement, on remplit le MCT avec 3.55 MPa d' ^3He , ce qui permet la mesure de la température des plus basses températures que l'on atteint jusqu'à 750 mK. Des précautions particulières sont prises pour des températures proches du minimum car la quantité de solide est importante (environ 80 %) et les temps d'équilibre deviennent longs. Pour les températures supérieures, il faut utiliser des pressions plus élevées, et pour une étude poussée du

minimum il est préférable d'avoir une pression comprise entre 3 et 3.2 MPa.

On observe des différences dans la valeur de la température, selon que la quantité est bien ajustée ou que l'on a, par exemple, trop de solide (comme sur le graphique 2.8). Le temps de thermalisation augmente et il est nécessaire d'attendre plus longtemps avant de faire des mesures.

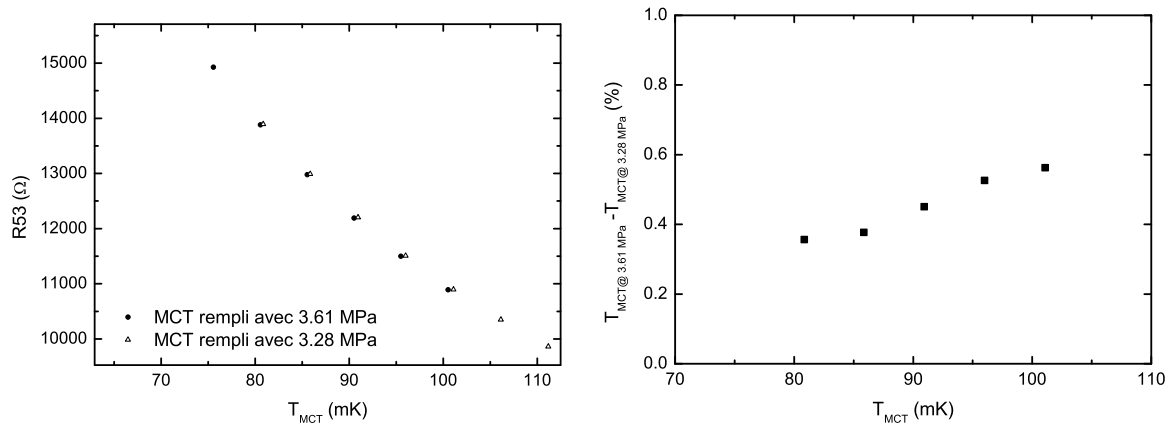


FIG. 2.8 – Décalage de la mesure de la température : ● la quantité de solide est trop importante, et Δ avec une quantité d' ^3He adaptée. Pour ces remplissages, à 100 mK, cet écart est de 0.6 %. Suite à cette étude, les deux remplissages type sont plutôt 3.5 MPa et 3.2 MPa, les gammes de températures où il faut surveiller le MCT pour un remplissage de 3.5 MPa sont 250 mK-400 mK.

L'écart dans la mesure de température est petit en limite de gamme mais non négligeable, d'autant plus qu'il est relativement difficile de définir si l'on sort de la plage de mesure optimale. L'indice principal indiquant que l'on fait des erreurs de mesure est le temps de thermalisation du MCT qui augmente et peut devenir supérieur à 1 heure. Une explication avancée par le PTB² et Greywall [40] est que le solide ne peut pas croître dans le fritté d'argent et donc il n'y a plus de place dans le volume libre. Le fritté pose donc un problème lorsque les quantités de solide sont comparables au volume libre. Il est donc nécessaire de travailler avec différents remplissages pour couvrir toute la gamme de température. Cependant l'avantage très important du fritté est le temps faible de thermalisation de l' ^3He à basse température.

– *Correction de pression hydrostatique.*

Le moyen le plus simple et le plus précis pour connaître la correction de pression hydrostatique est de parcourir le minimum de la courbe de fusion de l' ^3He (graphique 2.9) et d'utiliser la pression du minimum adoptée par l'échelle PLTS-2000 ($P_{min} = 2.93113$ MPa). On parcourt le minimum de la courbe de fusion plusieurs fois, en augmentant et diminuant la température, à différentes vitesses, avec une pression de remplissage adaptée (environ 3.2 MPa). Dans tous les cas, il est nécessaire de parcourir le minimum de la courbe de fusion

²PTB : Physikalisch-Technische Bundesanstalt.

plusieurs fois de suite jusqu'à obtenir une valeur à l'équilibre, car on observe une dérive sur la valeur de P_{min} due probablement au réarrangement du solide sous l'effet de la gravité. Une correction de pression hydrostatique type est de l'ordre de 1300 Pa, ce qui correspond à une colonne d' ^3He de 1 m, compatible avec les dimensions de notre cryostat.

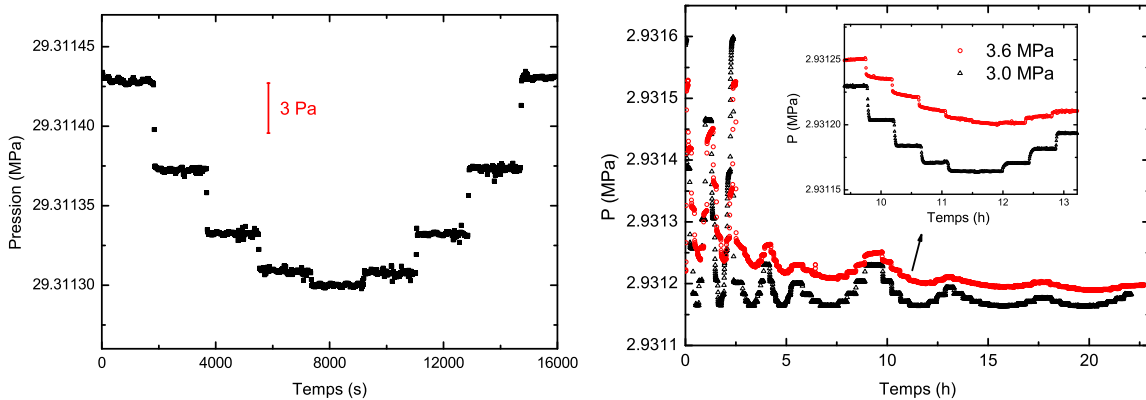


FIG. 2.9 – Parcours du minimum de la courbe de fusion de l' ^3He en stabilisant la température par paliers. Le graphique de droite montre qu'une quantité de solide trop importante (remplissage avec 3.6 MPa), lors de la mesure du minimum, fausse cette dernière et donc la correction de pression hydrostatique.

2.2.1.3 Comparaison de la température mesurée avec deux MCT

Après la fabrication de ce nouveau thermomètre à courbe de fusion, on a eu l'occasion de le comparer à son modèle plus ancien et un peu moins sensible [35] (membrane de 200 μm , plaque de capacité de diamètre 5 mm). La conception de ce dernier diffère principalement par les dimensions qui se rapprochent plus de la jauge type Greywall [40]. On a installé les deux thermomètres sur la plaque thermométrique en cuivre.

Ces mesures comparatives sont réalisées entre 7 mK et 500 mK en utilisant la méthode de double régulation. Le décalage de température entre les deux thermomètres à courbe de fusion est inférieur à 0.7 % sur toute la gamme de température explorée (fig. 2.10). Comme cet écart inclut les possibles gradients thermiques sur la plaque en cuivre, ce test est aussi une vérification du bon couplage thermique de la plaque thermométrique.

2.2.2 Evaluation du prototype SRD1000

Le thermomètre SRD1000 (Superconductive Reference Device) est un thermomètre secondaire comportant 10 matériaux ayant des températures de transition supraconductrice comprises entre 1.17 K pour l'aluminium et 15 mK pour le tungstène (fig. 2.11). Les échantillons sont placés dans deux écrans magnétiques, faits en Cryoperm et niobium, le champ magnétique influence donc peu la mesure. Malgré tout, le SRD1000 contient des bobines de compensation qui permettent d'estimer le champ magnétique résiduel et corriger la température de transition supraconductrice [44]. Après étalonnage, ce thermomètre fournit des

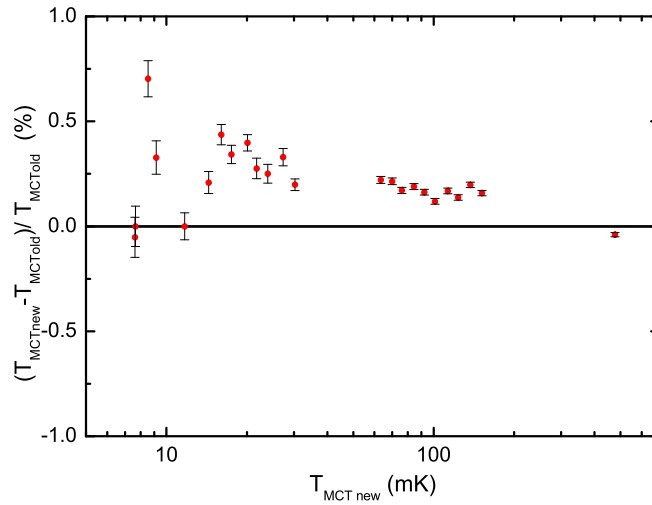


FIG. 2.10 – Comparaison de la mesure de la température avec deux thermomètres à courbe de fusion.

points fixes en température permettant une calibration d'autres thermomètres. Le travail d'évaluation de ce prototype s'inscrit dans le projet européen "Dissémination de l'échelle européenne des très basses températures" impliquant différents laboratoires de recherche (CRTBT, RHUL, HUT, KOL³) et des instituts de métrologie (NPL, NMi, BNM-INM, PTB⁴) [44]. Les thermomètres ont été construits et testés par HDL et KOL, après une première calibration au NMi, 4 prototypes du SRD1000 ont été distribués au NPL, BNM, PTB et CRTBT. L'objectif était de déterminer les températures ainsi que les largeurs des transitions, la reproductibilité du capteur, la sensibilité au champ magnétique et de vérifier qu'il n'y a pas de sur-refroidissement des échantillons.

Dans le cryostat à dilution, on a installé la sonde SRD1000 au plus proche du thermomètre à courbe de fusion, notre référence de température sous 1 K. En associant un thermomètre magnétique à sel de CMN et un thermomètre à points fixes supraconducteurs SRM767a, la mesure de la température est étendue jusqu'au point fixe de l'aluminium. Par ailleurs, on a disposé aussi sur la plate-forme expérimentale deux thermomètres résistifs étalonnés. Pour chaque point fixe du SRD1000, la transition est parcourue en augmentant et diminuant la température, dans un premier temps par une dérive lente de la température et ensuite par paliers espacés typiquement de 0.1 mK. Le passage de l'état normal à l'état supraconducteur des échantillons est mesuré par un pont d'inductance mutuelle (MIDS-10 pour Mutual Inductance Measurement System distribué avec le SRD1000).

Le tableau 2.2 résume les températures de transition, déterminées à mi-hauteur entre l'état

³Sigles des laboratoires : "CRTBT" Centre de Recherches sur les Très Basses Températures, "RHUL" Royal Holloway University of London, "HUT" Helsinki University of Technology, "KOL" Kamerlingh Onnes Laboratorium

⁴Sigles des instituts de métrologie : "NPL" National Physical Laboratory, "NMi" Nederlands Meetinstituut, "BNM-INM" Bureau National de Métrologie, "PTB" Physikalisch-Technische Bundesanstalt, et le développement par "HDL" Hightech Development Leiden.

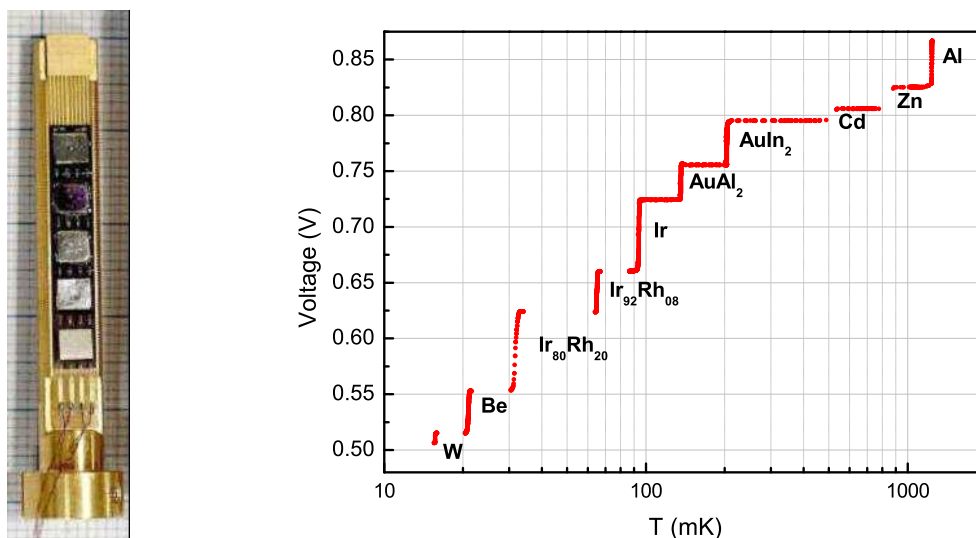


FIG. 2.11 – Photo de l'intérieur du thermomètre SRD1000, ainsi que la répartition des transitions supraconductrices entre 15 mK et 1.2 K.

normal et supraconducteur, et les largeurs de transition déterminées entre 10 % et 90 % des transitions, pour les différents matériaux. Les transitions sont reproductibles entre plusieurs refroidissements tant sur leur forme que sur leur température. Dans notre thermomètre prototype certains échantillons présentent des transitions très raides (exemple du W, fig. 2.12) d'autres des transitions un peu larges (exemple du Zn, fig. 2.12) ou avec 2 sauts. Suite à cette évaluation, un travail au HDL sur l'élaboration des échantillons dont les transitions ne sont pas suffisamment raides a permis de réduire la largeur de transition [45] et donc d'améliorer la précision en température de la transition.

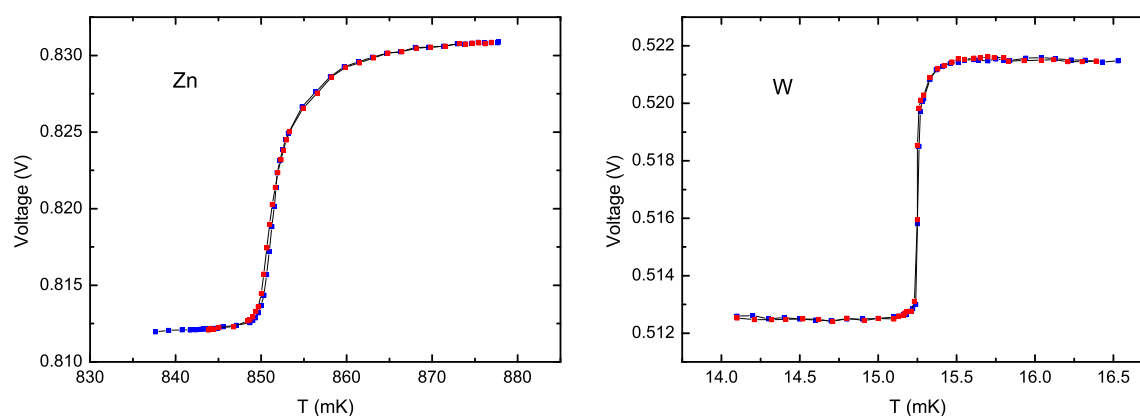


FIG. 2.12 – Transitions supraconductrices du zinc et du tungstène. On remarque que la transition du W est bien plus étroite et raide que celle du Zn.

Par ailleurs, ce travail nous a aussi permis de comparer notre échelle de température, réalisée avec le thermomètre à courbe de fusion, la pression étant recalée sur le minimum de

Matériaux	$T_C(mK)$	$\Delta T(mK)$	$W_C(mK)$
W	15.25	0.02	0.065
Be	20.56	0.02	0.33
Ir ₈₀ Rh ₂₀	31.45	0.02	1.17
Ir ₉₂ Rh ₀₈	65.05	0.03	0.65
Ir	94.13	0.03	1.07
AuAl ₂	137.23	0.04	0.56
AuIn ₂	207.72	0.08	1.0
Cd	520.18	0.09	12.5
Zn	851.71	0.05	9.08
Al	1185	2	3.4

TAB. 2.2 – Les températures T_C , l’erreur sur la température ΔT et les largeurs W_C des transitions supraconductrices des matériaux constituant le thermomètre SRD1000.

la courbe de fusion, aux échelles des différents participants à l’évaluation du SRD1000. En effet, avant distribution des 4 prototypes, des mesures préliminaires ont été réalisées par le NMi pour déterminer les températures de transition des échantillons, ceci pour chaque prototype. Par simples hypothèses (que l’on peut naturellement remettre en question), si l’on considère que les températures de transition sont stables dans le temps et reproductibles sur plusieurs refroidissements, ce que l’on a vérifié sur notre échantillon, que les découplages thermiques entre les thermomètres sont négligeables, alors le graphique 2.13 représente les écarts en température entre les échelles des différents laboratoires en fonction de la température, sachant que tous les laboratoires ont utilisé le thermomètre à courbe de fusion comme référence. On observe une allure sur l’écart entre les échelles et celle du NMi qui semble se retrouver sur plusieurs points représentant typiquement -2 % à 30 mK et 1 % à 1.2 K. Une seconde observation rassurante est que nos écarts avec le NMi sont proches de ceux du PTB qui fait des efforts considérables depuis de nombreuses années pour mettre en place la thermométrie s’appuyant sur la courbe de fusion de l’³He [42]. Il est probable que l’écart observé pour le point fixe du NPL vers 30 mK est dû, soit à un découplage thermique, soit à un changement de la température de transition de cet échantillon.

2.2.3 Thermomètre à blocage de Coulomb (CBT)

Le thermomètre à blocage de Coulomb est un thermomètre primaire nanofabriqué, constitué de matrices de jonctions tunnel (Métal/Isolant/Métal). Son principe de fonctionnement s’appuie sur l’effet de blocage de Coulomb partiel, qui met en compétition l’énergie thermique et l’énergie de charge. Les électrons passent d’île métallique en île métallique par effet tunnel sous l’effet de la tension appliquée et de l’agitation thermique alors que leur nombre par île est limité par l’énergie de charge.

Le capteur utilisé est produit par Nanoway, des études ont eu lieu en collaboration entre le CRTBT et l’Université de Helsinki (HUT), l’électronique utilisée a été conçue au CRTBT pour une précision métrologique. Pour mesurer la température, on applique une tension de

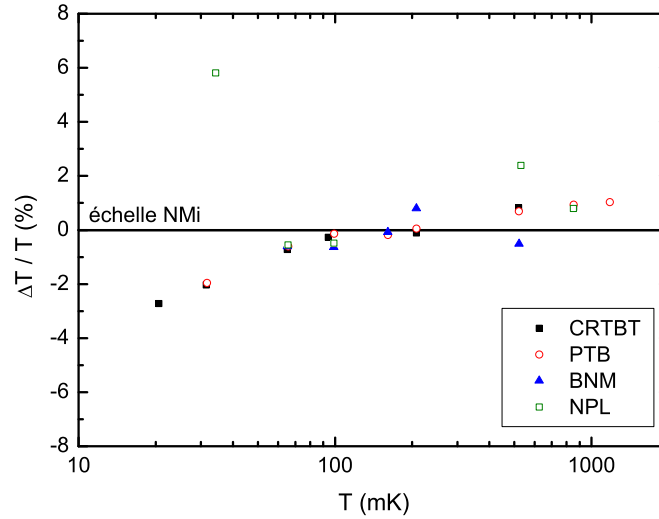


FIG. 2.13 – Comparaison des échelles de températures s'appuyant sur le thermomètre à courbe de fusion entre les différents laboratoires ayant testé les prototypes SRD1000.

polarisation V aux bornes du dispositif et on mesure la conductance différentielle dI/dV en fonction de V . La largeur à mi-hauteur $V_{1/2}$ de la courbe caractéristique permet de déterminer la température de manière absolue avec l'équation 2.3. Le facteur 5.439 au numérateur de cette équation est issu de calculs présentés dans l'article de J. Pekola [46]. N est le nombre de jonctions tunnel constituant le dispositif, dans notre thermomètre $N=40$, k_B la constante de Boltzman, e la charge de l'électron et T la température. Cette mesure est relativement longue, elle impose un balayage de la tension et un moyennage de plusieurs raies pour déterminer $V_{1/2}$ avec précision, la température doit donc être stable durant la mesure. Cette méthode a été utilisé pour calibrer nos thermomètres résistifs entre 1.5 K et 1.9 K.

$$V_{1/2} \approx \frac{5.439 N k_B T}{e} \quad (2.3)$$

Une utilisation alternative en thermomètre secondaire permet une mesure plus rapide. Après étalonnage à une température avec la méthode primaire pour déterminer l'énergie de charge E_C , la variation de la conductance normalisée $\Delta G/G_T$ (avec G_T la conductance à forte tension de polarisation), est inversement proportionnelle à la température selon l'équation 2.4 :

$$\frac{\Delta G}{G_T} \approx \frac{E_C}{6k_B T} \quad (2.4)$$

Le thermomètre à blocage de Coulomb a la grande particularité d'être insensible au champ magnétique jusqu'à 27 T [47], il est même nécessaire d'appliquer un champ magnétique pour faire des mesures en dessous de 1.4 K car, à cette température l'aluminium en couche mince composant les jonctions tunnel devient supraconducteur. C'est la raison pour

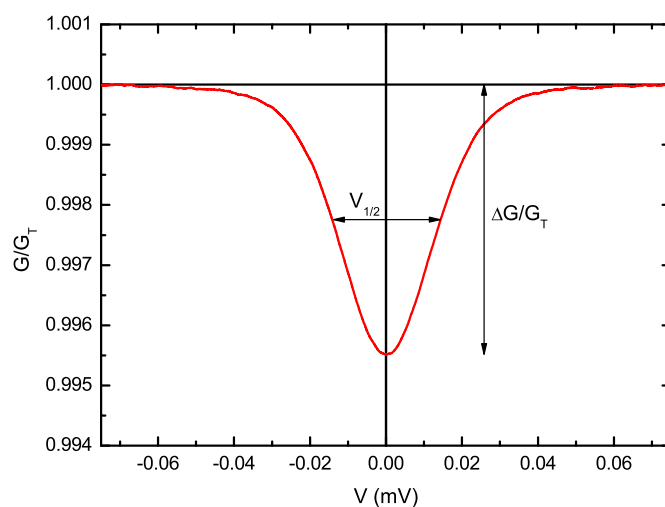


FIG. 2.14 – Courbe de conductance différentielle normalisée en fonction de la tension de polarisation à une température 1.5192 K.

laquelle nous n'avons pas réalisé des mesures à plus basse température, le champ magnétique créé par la bobine sur le CBT (pas centré) étant trop faible pour détruire la supraconductivité de l'aluminium. Nos mesures avec le CBT en mode primaire nous ont permis d'étalonner les thermomètres résistifs entre 1.5 K et 1.9 K avec une précision meilleure que le pourcent.

2.2.4 Thermomètres résistifs

Avec l'aide des différents thermomètres décrits précédemment, on a effectué des étalonnages de thermomètres secondaires résistifs, principalement des carbones Speer 100 Ω , des oxydes de ruthénium et des germanium (Annexe C). Les thermomètres résistifs ont des avantages pratiques, ils sont sensibles, la réponse à un changement de température est rapide et la résistance électrique facile à mesurer. Cependant après cyclage à l'azote, comme il n'existe pas de loi simple reliant la température à la résistance, il est nécessaire de les étalonner dans toute la gamme de température et de surveiller cet étalonnage au cours du temps. Il apparaît aussi un effet magnétorésistif ce qui peut poser un problème pour les expériences sous champ magnétique.

Après montage sur la plate-forme expérimentale, les résistances sont dans un premier temps étalonnées entre 5 mK et 1.17 K (point fixe de la transition supraconductrice de l'aluminium), avec la méthode de double régulation. La température est stabilisée par paliers. La mesure de résistance est effectuée en 4 fils, avec un courant faible pour ne pas surchauffer le capteur aux plus basses températures. On utilise comme appareil de mesure deux ponts de résistance TRMC2⁵ pilotés par ordinateur.

Les résistances de carbone Speer 100 Ω sont des résistances du commerce (dont la pro-

⁵TRMC2 : Multi sensor temperature controller, Cybernetix, développé au CRTBT, commercialisé par l'Air Liquide, <http://www.dta.airliquide.com>

duction est d'ailleurs arrêtée) constituées de fine poudre de carbone encollée, la résistance est déterminée par le contact entre les particules et par sa composition. La résistance du commerce est amincie et montée sur un support, puis fait l'objet d'un cyclage thermique entre l'ambiante et 77 K pour fixer ses propriétés. La courbe $R(T)$ est donc différente pour chaque résistance. Les résistances utilisées lors des expériences de résonance magnétique nucléaire sont deux Speer 100 Ω , nommées R50 et R53, étalonnées sans champ magnétique avec le thermomètre à courbe de fusion pour les basses températures, les thermomètres à point fixes supraconducteurs et, en plus des autres résistances, le thermomètre à blocage de Coulomb pour les températures comprises entre 1.5 K et 1.9 K.

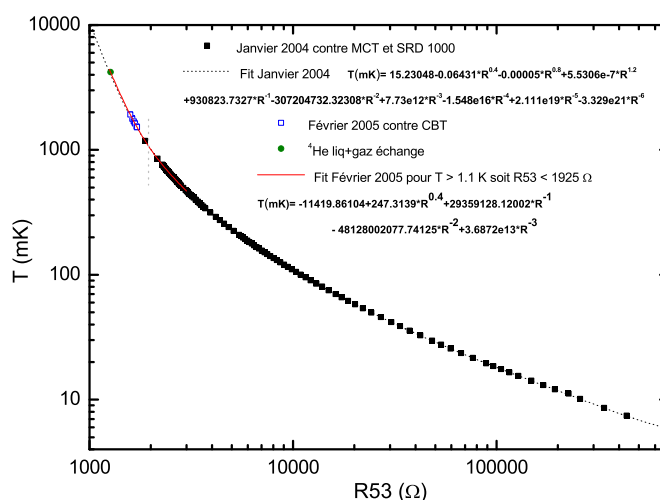


FIG. 2.15 – Etalonnage d'un thermomètre résistif R53 carbone Speer 100 Ω entre 6 mK et 2 K. L'ajustement est réalisé en deux parties, selon que l'on est au dessus de 1 K ou en dessous. L'étalonnage de R50 ainsi que l'équation utilisée pour les Speer 100 Ω sont présentés en Annexe C.

L'effet magnétorésistif qui apparaît sur les résistances de carbone est une magnétorésistance négative [37]. Le graphique 2.16 montre l'effet d'un champ magnétique de 23.1 mT sur R50 en fonction de la température. Cet effet est reproductible sur les différentes expériences de résonance magnétique nucléaire (4 mises à froid).

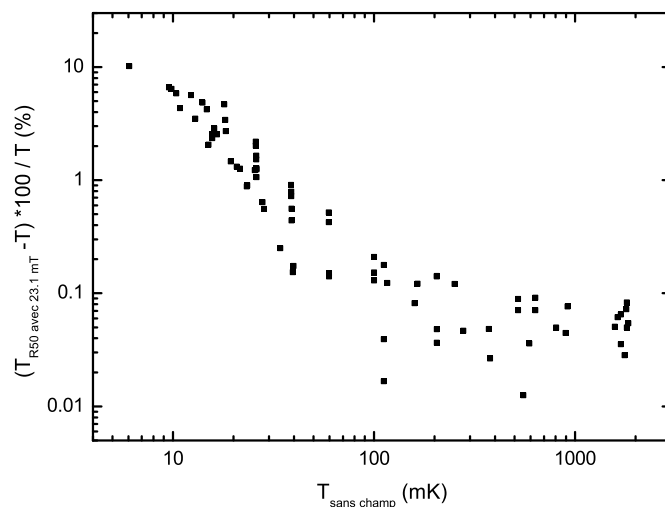


FIG. 2.16 – Effet d'un champ magnétique de 23.1 mT sur la température mesurée par R50. L'effet est important sous 100 mK, et pour les températures supérieures il est de l'ordre de 0.05 à 0.1 %.

2.2.5 Conclusion sur l'échelle de température réalisée pour les mesures de susceptibilité

Pour résumer, lors des mesures de susceptibilité on a utilisé :

1. le thermomètre à courbe de fusion, réalisant l'échelle de température PLTS-2000, avec différents remplissages. Pour les températures comprises entre 5 mK et 800 mK, l'erreur estimée est de l'ordre de 0.5 %. Il est intéressant de noter que la courbe de fusion fournit un point fixe à 315.24 mK.
2. les thermomètres résistifs R50 et R53 sur toute la gamme de température (5 mK-2 K), étalonnés au préalable avec le MCT, le CBT, le CMN et les thermomètres à points fixes supraconducteurs SRD1000 et NBS767a. Comme l'effet magnétorésistif est bien quantifié, lors des mesures sous champ magnétique, nous pouvons corriger la température déterminée par la résistance.
3. le thermomètre à blocage de Coulomb, thermomètre primaire, utilisé dans la gamme des hautes températures (de 1.5 K à 1.9 K), l'erreur estimée est inférieure au pourcent.

Un autre renseignement apporté par les résistances de carbone est la possibilité de comparer la température mesurée par celles-ci et par le thermomètre à courbe de fusion et ce pour différentes mises à froid. Le graphique 2.17 valide le fait que notre échelle de température est la même pour toutes les mises à froid. L'erreur sous 20 mK est plus importante, elle vient probablement de la grande valeur de la résistance, délicate à mesurer.

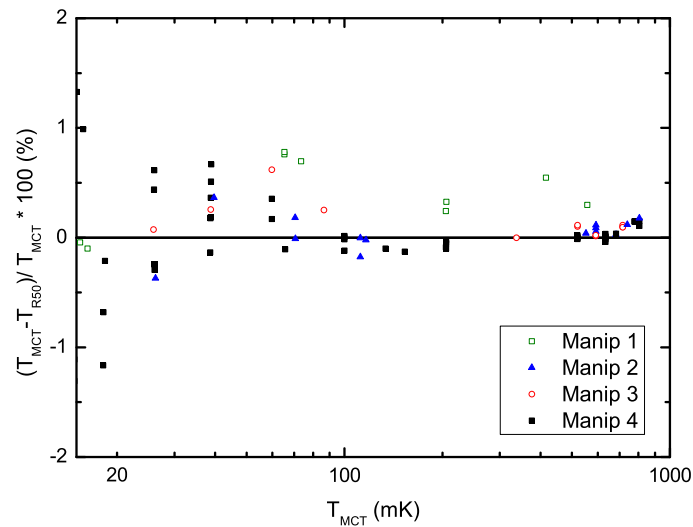


FIG. 2.17 – Ecart entre la température du MCT et de R50 pour différentes mises à froid.

2.3 Cellule Expérimentale

La cellule expérimentale utilisée, fabriquée pendant la thèse de S. Triqueneaux [35], est une cellule en Stycast 1266 pouvant contenir de ^3He sous pression et qui permet la thermalisation de celui-ci sur une grande plage de température. La bobine radio-fréquence est directement montée sur la partie extérieure de la cellule.

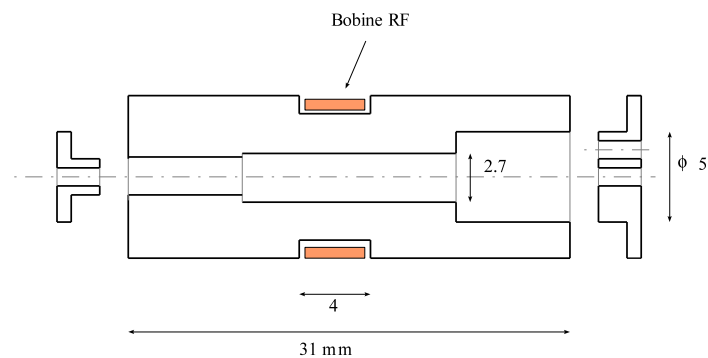


FIG. 2.18 – Dimensions (en mm) et aspect de la cellule ^3He .

2.3.1 Circuit ^3He et mesure de la pression à froid avec une jauge capacitive

La cellule est installée sous la plaque thermométrique en cuivre. Sur cette même plaque, on a inséré un T dans le circuit ^3He reliant la cellule expérimentale à une jauge capacitive permettant la mesure de la pression *in situ* (schéma 2.19) et surtout d'avoir une jauge de pression pour les mesures au dessus de 2.93113 MPa (le capillaire de remplissage est alors

bloqué par le solide ^3He). Bien que l' ^3He soit très pur, par mesure de précaution, le remplissage de la cellule est réalisé à froid ($T \approx 10 \text{ mK}$) pour les pressions inférieures à 2.9 MPa, doucement pour limiter la quantité d' ^4He dans la cellule. L' ^4He va préférentiellement s'adsorber dans les frittés d'argent utilisés pour la thermalisation sur l'évaporateur et la boîte à mélange.

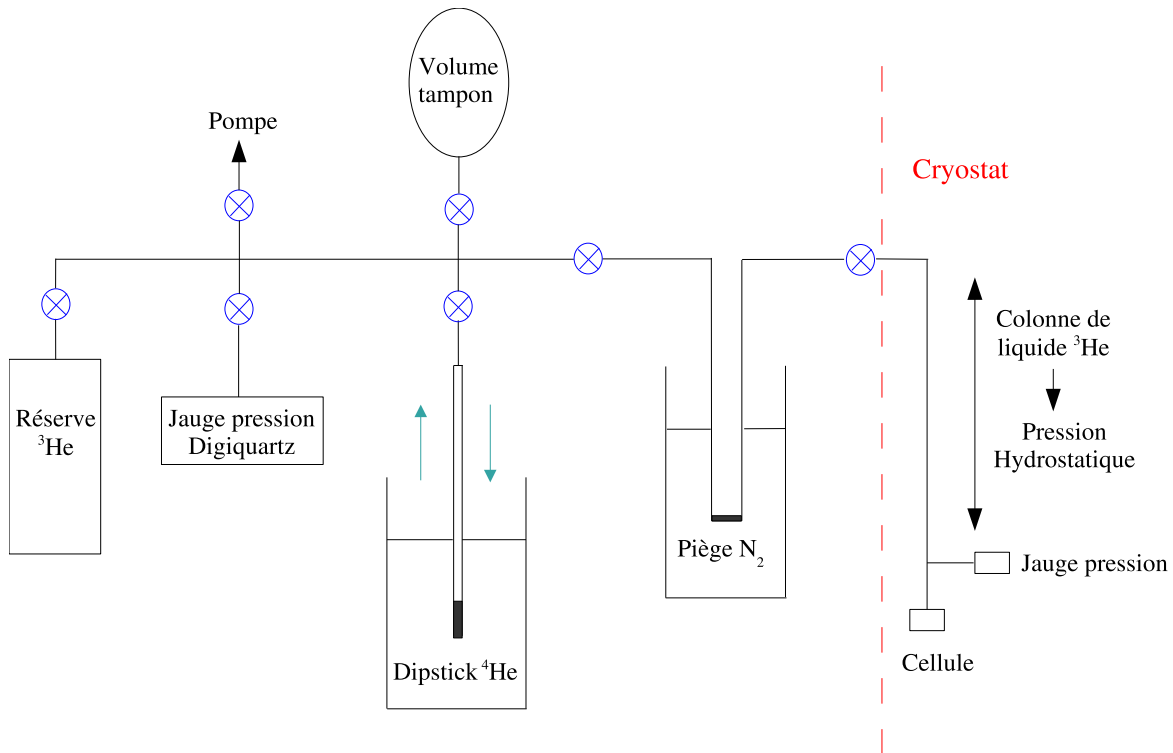


FIG. 2.19 – Schéma du circuit ^3He permettant le remplissage de la cellule. Les deux jauges de pression sont la jauge Digiquartz à température ambiante et la jauge capacitive sur la plaque expérimentale. La pressurisation de la cellule est réalisée avec un dipstick, c'est à dire un adsorbant à charbon actif plongé dans un vase d' ^4He . Le fait d'ouvrir la cellule sur un volume tampon (991.2 cm^3) permet de réduire les variations de pression dans le circuit ^3He .

Comme dans le cas du thermomètre à courbe de fusion, pour utiliser la jauge capacitive, il est nécessaire de l'étalonner à chaque mise à froid avec la jauge externe de pression. La gamme de pression est cependant plus grande que pour le MCT, elle varie de 0 à 4 MPa. Pour déterminer la correction de pression hydrostatique ($P_{Hydro} = \rho \times g \times h$), on a considéré la densité et la hauteur de condensation de l' ^3He avec la pression. L'ordre de grandeur de cette correction est inférieur à 1600 Pa, dépendant de la pression.

On ajuste la mesure de la pression avec un polynôme d'ordre 4 en l'inverse de la capacité. L'écart à l'ajustement est inférieur à 0.1 %. Une vérification supplémentaire pour notre échelle de pression est le minimum de la courbe de fusion. Lorsque la cellule contient 2.93113 MPa d' ^3He ou plus, l'équilibre entre le liquide et le solide impose une relation entre la pression et la température, l'équation de la courbe de fusion de l' ^3He . On détermine donc

la capacité correspondant au minimum de la courbe de fusion, et l'ajustement fournit une valeur du minimum à 0.03 % près.

2.3.2 Thermalisation de $l'^3\text{He}$

La cellule a été optimisée [35] pour favoriser la thermalisation de $l'^3\text{He}$ sur toute la gamme de température où l'on est amené à faire des mesures de résonance magnétique nucléaire, soit des plus basses températures à 2 K. La principale contrainte est de réduire les surfaces dans la zone de mesure pour limiter le signal dû aux couches d' $l'^3\text{He}$ solide adsorbées.

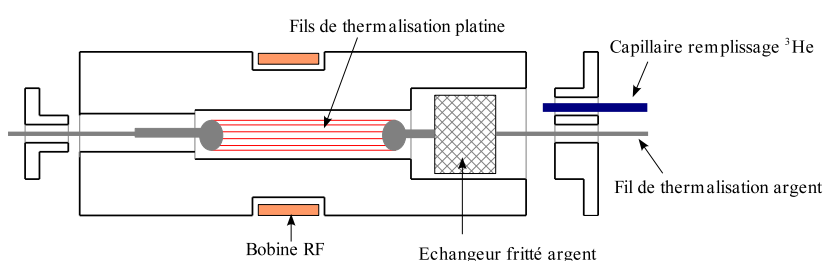


FIG. 2.20 – Schéma de la cellule ^3He utilisée pour les mesures de résonance magnétique nucléaire.

Aux plus basses températures la résistance thermique de Kapitza entre les différents matériaux solides et $l'^3\text{He}$ rend peu efficace la thermalisation sous 1 K. Cette résistance devient très grande à basse température. Pour cela, il est nécessaire d'avoir une surface de thermalisation importante, d'où l'intérêt du fritté d'argent (poudre d'argent compactée avec des surfaces de l'ordre de quelques $\text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$). Par contre, dans la cellule, le fritté est écarté de la zone de mesure pour limiter le signal dû au solide adsorbé et c'est par la diffusion des atomes d' $l'^3\text{He}$ liquide que la thermalisation aura lieu. Le coefficient de diffusion varie avec la température [48], il présente un minimum vers 600 mK. C'est la raison pour laquelle on a disposé 4500 fils de platine de diamètre $25 \mu\text{m}$ dans la cellule, permettant une thermalisation locale de $l'^3\text{He}$ [35]. Dans la partie 2.4.3, on montre que le signal provenant de $l'^3\text{He}$ solide des couches adsorbées est négligeable.

2.4 Résonance Magnétique Nucléaire

Pour mesurer la susceptibilité nucléaire de $l'^3\text{He}$ on a utilisé la méthode de Résonance Magnétique Nucléaire continue (cw-NMR). Je vais donc, dans un premier temps présenter brièvement deux méthodes de résonance pour mesurer la susceptibilité magnétique nucléaire et décrire plus en détail le principe de fonctionnement ainsi que les paramètres importants du spectromètre utilisé pour ces mesures.

2.4.1 Techniques de mesures

Pour mesurer la susceptibilité magnétique nucléaire d'un échantillon, plusieurs méthodes présentées en détail dans l'ouvrage de A. Abragam [49] s'offrent à nous. On s'intéresse ici aux méthodes résonantes qui sont peu sensibles à l'environnement magnétique de l'échantillon et évitent toute contribution électronique ou non-résonnante.

Parmi les méthodes de résonance classiques, il existe deux techniques équivalentes par transformée de Fourier, la résonance magnétique nucléaire pulsée et la continue. La RMN pulsée a été largement utilisée au cours des dernières années. Par des séquences de pulses, elle permet d'extraire des paramètres importants que sont la susceptibilité magnétique nucléaire, T_1 le temps de relaxation entre les spins nucléaires et le réseau et T_2 le temps de relaxation entre spins. Au laboratoire, la RMN pulsée est principalement utilisée pour la thermométrie sub-millikelvin. Avec cette cellule, contenant les fils de thermalisation de platine, l'utilisation de la RMN pulsée peut chauffer l' ^3He par l'intermédiaire des courants parasites dans le métal. Suite à l'amélioration considérable des amplificateurs bas-bruit, la mesure de la susceptibilité magnétique par RMN continue est aujourd'hui devenue une méthode aussi performante que la pulsée avec l'avantage d'enregistrer l'évolution de la raie de résonance en continu. Le principal désavantage de cette méthode est la difficulté pour extraire les paramètres T_1 et T_2 .

2.4.2 RMN continue

L' ^3He , placé dans la bobine d'un circuit RLC résonant, est excité à sa fréquence de résonance avec un champ alternatif B_y . Dans un champ magnétique constant B_z , les deux états de projection des spins nucléaires de l' ^3He $+1/2$ et $-1/2$ présentent un écart d'énergie (énergie Zeeman) :

$$hf = 2g_N\mu_n \frac{B_z}{2} \quad (2.5)$$

avec h la constante de Planck, f la fréquence, g_N le facteur de Landé de l' ^3He , μ_n le magnéton nucléaire, dans un champ magnétique B_z (voir Annexe B pour les valeurs des constantes). En balayant le champ magnétique B_z et en gardant la fréquence fixe la transition est excitée et on peut observer la résonance magnétique des noyaux d' ^3He en détectant l'absorption d'énergie directement sur la bobine RF. La figure 2.21 représente un schéma du spectromètre RMN continue.

La bobine de champ produisant B_z est une bobine Helmholtz supraconductrice, dans le vide, uniquement thermalisée à la plaque froide du cryostat à dilution, centrée sur la cellule. Elle est caractérisée par une grande homogénéité, de l'ordre de 200 ppm sur 1 cm^3 . Le balayage en champ magnétique est centré autour de 23.1 mT, la valeur de résonance des noyaux d' ^3He pour une fréquence d'excitation de 750.2 KHz, la fréquence de résonance électrique du circuit RLC. Ce balayage en champ s'effectue avec une source de courant pilotée par ordinateur via une carte d'acquisition DAQ.

La bobine RF d'excitation et de détection est bobinée directement sur la cellule. Elle est constituée de 158 spires de fil de cuivre de diamètre $70\ \mu\text{m}$ dans un épaulement de 1 mm

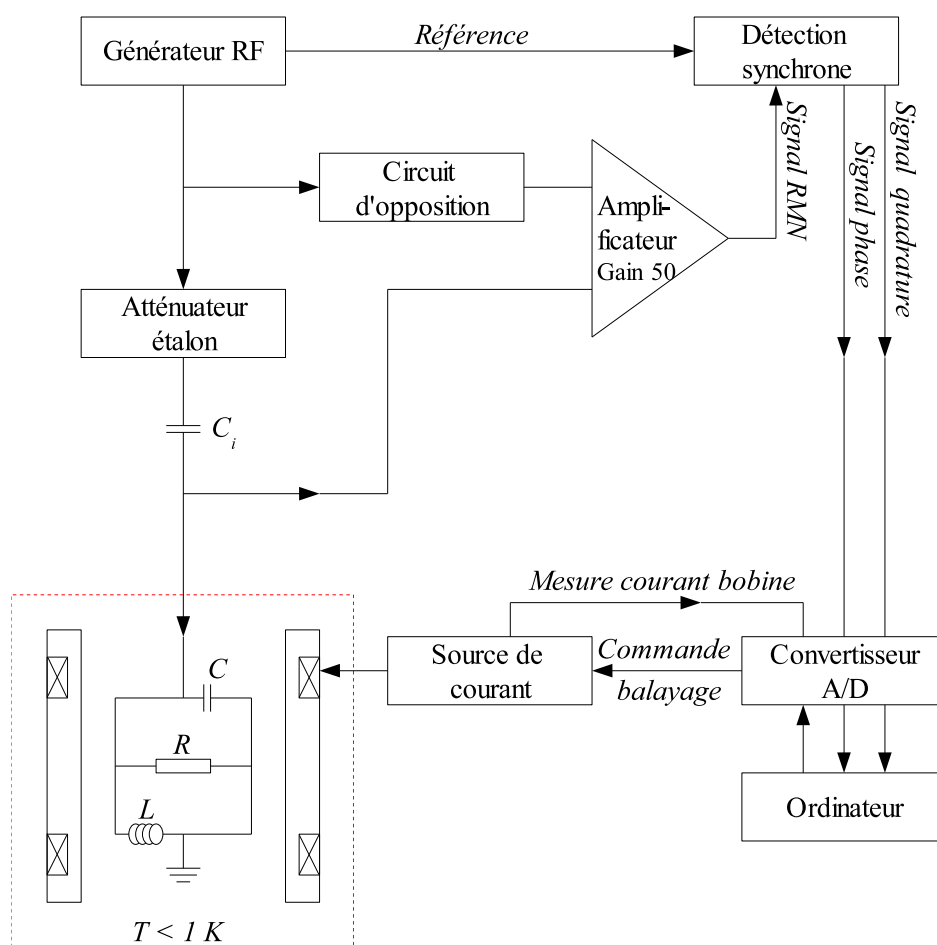


FIG. 2.21 – Schéma électronique du spectromètre RMN continue utilisé pour les mesures de susceptibilité magnétique de 1^3He .

de profondeur et 4 mm de long. Son inductance L est de $160 \mu\text{H}$. Le circuit résonnant est modélisé par une petite résistance r en série avec l'inductance de la bobine et une capacité en parallèle due aux câbles coaxiaux permettant la mesure. Le facteur de qualité de ce circuit RLC ($Q \approx 62.5$) étant relativement élevé, il est préférable d'employer une modélisation plus simple, la résistance r en série avec l'inductance L équivalant à une résistance R en parallèle avec L , avec $R = r \cdot Q^2$.

Pour détecter le signal d'absorption à la résonance, on utilise un circuit de type "pont de RF", muni d'une opposition permettant d'ajuster le déphasage grâce à des capacités réglables. Après amplification différentielle, le signal est mesuré avec une détection synchronisée⁶ à la fréquence du générateur⁷ ($f_0 = 750.2 \text{ KHz}$). Un exemple de raie de résonance (signal en phase et en quadrature) est présenté sur le graphique 2.22. Si on se place dans le régime de non-saturation, ce que l'on vérifie dans la partie 3.1.3, les équations de Bloch [49] sont valables et la susceptibilité magnétique nucléaire est directement proportionnelle à

⁶Détection synchrone SR844 RF Lock-in Amplifier.

⁷Générateur de fréquence Agilent 33120A.

l'aire sous la raie d'absorption (signal en phase).

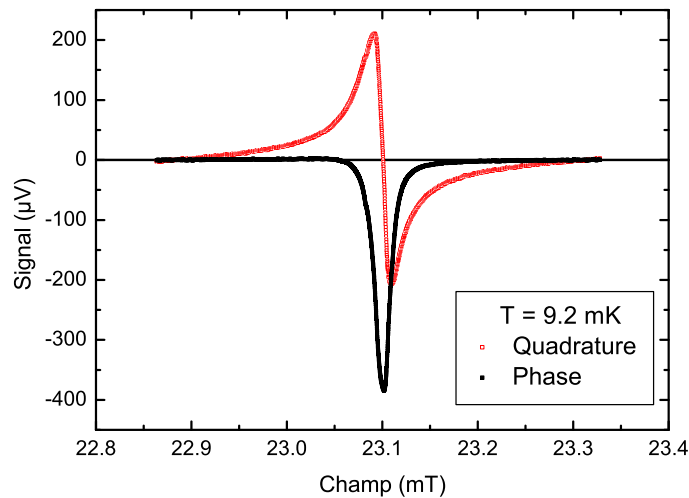


FIG. 2.22 – Signal en phase et en quadrature mesurés par résonance magnétique nucléaire continue à une température de 9.2 mK.

L'atténuateur étalon inséré sur la ligne d'injection atténue le signal de 0.4 %. Avant chaque mesure, on réalise une dizaine d'atténuations ce qui nous permet de renormaliser l'absorption RMN à l'injection du signal. Avec cette méthode, il est possible de corriger les dérives temporelles de l'électronique de mesure, mais aussi les changements de la tension d'injection.

La capacité d'injection notée C_i dans le schéma 2.21, de forte impédance ($C_i \approx 0.5$ pF), permet de transformer la source de tension qu'est le générateur en source de courant.

2.4.3 Paramètres importants du spectromètre et leur stabilité

Après avoir vu de manière relativement générale le spectromètre utilisé, ce paragraphe présente l'aspect quantitatif des paramètres le caractérisant, ainsi que les valeurs en condition de mesure. Pour préciser l'utilisation du spectromètre et ses caractéristiques, cette partie s'intéresse aussi à la stabilité du facteur de qualité, à l'amélioration des mesures par calibration, aux réglages ainsi qu'au bruit.

Paramètres du spectromètre utilisé

Fréquence de résonance du circuit RLC : $f_0 = 750.15$ KHz

Champ magnétique de résonance des spins de l' ^3He : $B_{res} = 23.1$ mT

Facteur de qualité du circuit RLC : $Q = \Delta f / f_0 = 62.5$

Résistance équivalente à la fréquence de résonance du RLC : $R_{eq} = QL\omega_0 = 47$ K Ω

Tension du générateur : $U_{gene} = 400$ mV RMS

Tension d'injection : $U_{inj} \approx 6.5$ mV RMS après le pont capacitif

Capacité d'injection : $C_i \approx 0.5$ pF

Impédance de la capacité d'injection pour $\omega = \omega_0$: $|Z| = 1/(\omega_0 C_i) = 424$ K Ω

Courant sur la bobine : $i \approx 15$ nA

Tension aux bornes de la bobine : $U_{bob} \approx 700$ μ V pour une valeur du champ magnétique éloigné de la résonance des spins de l' ^3He (atténuation de 55 dB à la fréquence de résonance du circuit RLC).

Gain de l'amplificateur : $G = 50$ sur 50 Ω

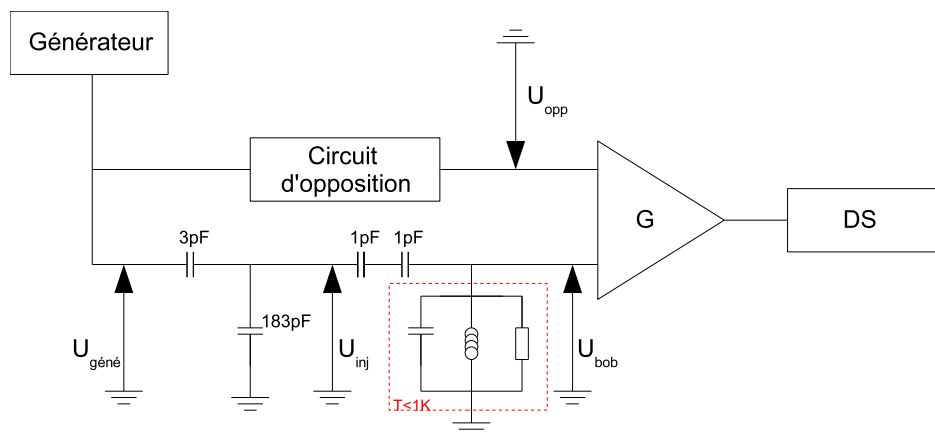


FIG. 2.23 – Schéma électronique du spectromètre permettant de définir les différentes tensions explicitées dans le texte.

Stabilité du facteur de qualité

Se placer à la fréquence de résonance du circuit RLC pour faire les mesures d'aimantation permet d'avoir une grande sensibilité, le facteur de qualité du circuit oscillant Q joue le rôle d'amplificateur à froid. Cependant cette amplification du signal à froid doit être stable pour les différentes températures de mesure. La capacité du circuit RLC étant constituée par le câble coaxial qui descend dans le cryostat, on vérifie donc aussi que la hauteur du bain ^4He ne fait pas varier Q . Sur les graphiques 2.24, on vérifie que l'on ne perçoit pas de variation systématique due à ces deux paramètres.

Coefficient de calibration

Le coefficient de calibration permet de corriger les variations de la tension du générateur et les variations temporelles de l'électronique. L'atténuateur étalon inséré sur la ligne d'injection du signal RF atténue de 0.4 % le signal d'injection, reproduisant ainsi une absorption d'énergie, comme le font les spins de l' ^3He à la résonance. Pour utiliser avec confiance le coefficient de calibration sur nos données, il faut s'assurer de sa stabilité, ne pas introduire des incertitudes supplémentaires et s'assurer que cette normalisation améliore les mesures. Le graphique 2.25 présente les mesures brutes et calibrées avec l'atténuateur étalon. Cet exemple est typique de nos mesures, la calibration améliore les mesures, on utilisera donc les données calibrées ; cependant les dérives visibles sur les mesures brutes sont acceptables, elles restent dans les barres d'erreur. Les mesures calibrées permettent d'améliorer les mesures au cours d'une même expérience, et plus particulièrement se sont avérées très utiles pour comparer des mesures effectuées sur différentes mises à froid.

Bruit de l'amplificateur

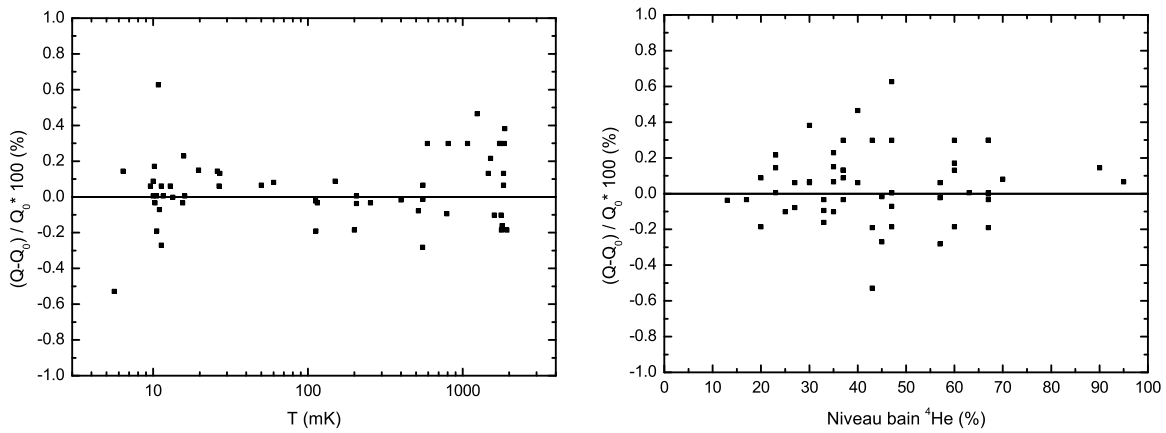


FIG. 2.24 – Stabilité du facteur de qualité en fonction de la température et du niveau du bain ^4He .

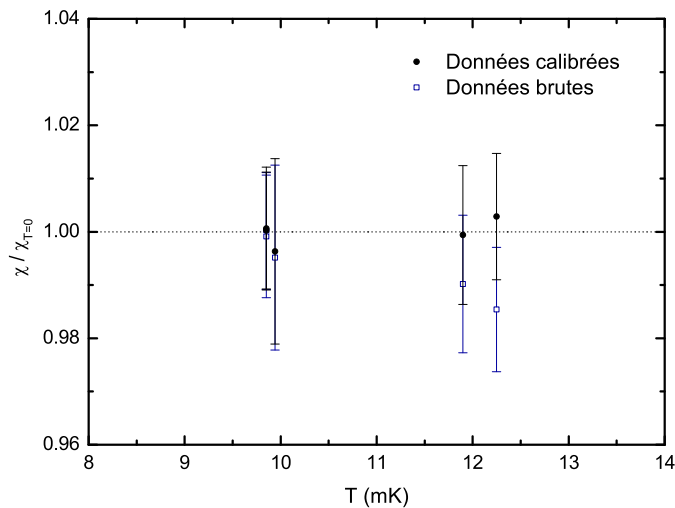


FIG. 2.25 – Amélioration de la mesure de susceptibilité par calibration. Les données calibrées sont plus stables, cependant les dérives restent dans les barres d'erreur.

Comme déterminé dans la thèse de S. Triqueneaux [35], le bruit de l'amplificateur utilisé est de $9.5 \text{ nV}\cdot\text{Hz}^{-1/2}$ décomposé en $6.8 \text{ nV}\cdot\text{Hz}^{-1/2}$ pour le bruit en tension et $0.1 \text{ pA}\cdot\text{Hz}^{-1/2}$ pour le bruit en courant. Le bruit en tension peut paraître élevé mais c'est au profit d'un faible bruit en courant, bien adapté à notre circuit de forte impédance. Pour avoir un ordre de grandeur, sur la raie de résonance présentée sur le graphique 2.22 le bruit relevé sur la détection synchrone est de l'ordre de 200 nV sur la ligne de base pour un signal $2 \cdot 10^3$ fois plus important.

Stabilité de la ligne de base

Lors des balayages en champ magnétique autour du champ de résonance (soit 23.1 mT), lorsque la température n'est pas complètement stable, il arrive de voir des dérives de la

ligne de base sur le signal en phase et en quadrature, dérive plutôt linéaire donc aisément corrigé. Il nous est arrivé d'observer des sauts sur le signal en quadrature lorsque la température de la boîte à 1 K change brutalement (vanne à air comprimé qui régule l'entrée d' ^4He de la boîte à 1 K). Cependant, lors des mesures en conditions normales, les fluctuations de la ligne de base sont inférieures au bruit.

Phase de la raie de résonance de l' ^3He

Une erreur sur les mesures peut aussi venir de l'ajustement de la phase du circuit RLC et de la phase de la détection synchrone. Un premier effet concerne le circuit RLC car pour les mesures, on se place à la fréquence de résonance. Si pour une quelconque raison la fréquence de résonance se déplace, l'amplification par le facteur de qualité du circuit va changer et donc la mesure. Comme vu précédemment, on s'assure régulièrement de la stabilité du Q du circuit ainsi que la fréquence de résonance. Un autre réglage est la phase de mesure sur la détection synchrone. Cette phase permet de s'assurer que l'on mesure toute la composante du signal d'absorption. Elle varie avec la hauteur du bain ^4He , typiquement de 1.5° entre le niveau maximal et minimal. Pour chaque mesure, elle est donc réajustée. Une erreur de 5° sur le réglage de cette phase donnerait une erreur maximale de 0.5 % sur l'aire mesurée (erreur quadratique sur le signal en phase au premier ordre et linéaire sur le signal en quadrature).

Allure de la raie de résonance de l' ^3He , signal du solide adsorbé

Le signal d'adsorption de la résonance des noyaux d' ^3He a une forme un peu particulière contrôlée par les non-homogénéités du champ magnétique ; la raie est plus proche d'une gaussienne à haute température, et de forme plus lorentzienne à basse température. A froid, on doit commencer à voir l'influence lorentzienne des couches adsorbées, convoluée à la largeur inhomogène due à l'inhomogénéité de la bobine supraconductrice et à la distribution du champ RF. Par contre, même aux plus basses températures, on ne détecte pas de remontée de l'aimantation, la contribution des couches solides sur l'aimantation est négligeable. On a d'ailleurs aussi vérifié à 1.8 K que le signal est nul lorsqu'on pompe l' ^3He liquide de la cellule avec le dipstick, les couches solides étant encore présentes.

2.5 Conclusion sur le dispositif expérimental

Les principaux efforts expérimentaux de cette thèse portent sur :

- la mise en place d'une thermométrie de grande qualité, basée sur le thermomètre à courbe de fusion définissant l'échelle actuelle de température sous 1 K, le thermomètre primaire à blocage de Coulomb et le thermomètre à points fixes supraconducteurs SRD1000 qui nous a permis de comparer notre échelle avec différents instituts de métrologie européens,
- l'installation d'une jauge de pression à froid permettant de réaliser des mesures d'aimantation pour des températures inférieures à $T_{min} = 315.24$ mK et des pressions supérieures à $P_{min} = 2.91331$ MPa,
- l'installation d'une chaîne de mesure de résonance magnétique nucléaire continue bas-bruit avec un contrôle strict et régulier de la stabilité des différents paramètres pouvant influencer les mesures.

Dans ce contexte expérimental, je vais par la suite m'intéresser aux mesures d'aimantation, des méthodes de traitements des données à la détermination de la susceptibilité de l' ^3He liquide.

3

MESURES DE LA SUSCEPTIBILITÉ DE L' ^3He

Les mesures de susceptibilité magnétique nucléaire de l' ^3He par résonance magnétique nucléaire continue sont présentées dans ce chapitre en fonction de la température et de la pression. Après avoir décrit les particularités de ces mesures et le traitement des données, je m'attarderai sur la détermination de la constante de Curie C_m permettant de renormaliser les données à haute température pour toutes les pressions. Des mesures complémentaires dans le **solide** ^3He permettent une vérification de deux paramètres, la constante de Curie et de façon plus générale, l'échelle de température. Au final, ce travail nous permet d'extraire les températures de Fermi effectives T_f^{**} en fonction des interactions.

3.1 Présentation des mesures de la susceptibilité de l' ^3He

La mesure de la susceptibilité magnétique nucléaire de l' ^3He à une température et une pression données consiste à balayer le champ magnétique autour de la valeur du champ de résonance et à détecter l'absorption d'énergie par les spins. L'aire sous la courbe d'absorption (figure 3.1) est proportionnelle à la susceptibilité magnétique nucléaire.

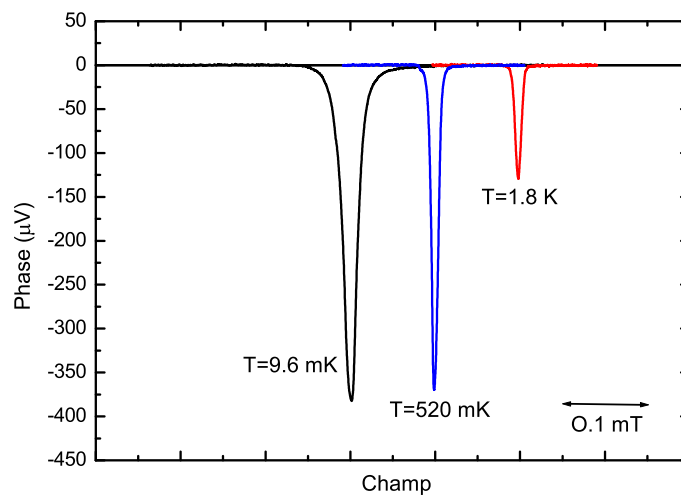


FIG. 3.1 – Evolution de la raie de résonance avec la température à une pression de 1.1 MPa. Le champ de résonance a été décalé pour la lisibilité du graphique, il est identique pour toutes les températures et vaut 23.1 mT.

Chaque point représenté sur le graphique 3.2 est la moyenne de l'aire d'environ 30 à 50

raies (environ une heure de mesure) à basse température et de 50 à 80 raies à haute température. Des précautions sont prises quand à la largeur de balayage du champ magnétique (partie 3.1.2) et à l'amplitude du champ radio-fréquence (partie 3.1.3) qui, selon leurs valeurs, peuvent fausser la mesure de susceptibilité.

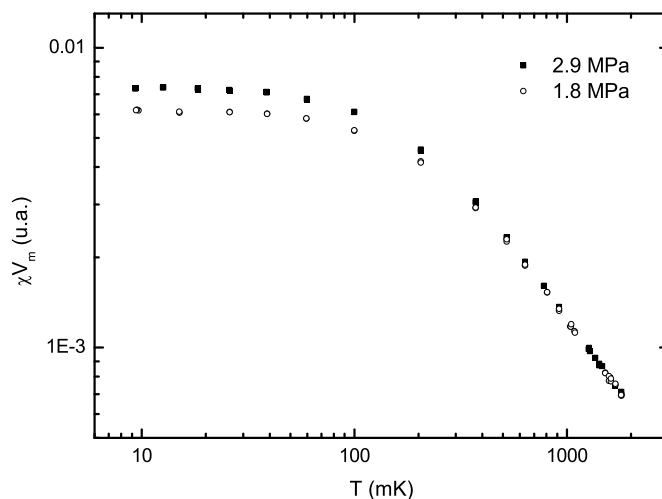


FIG. 3.2 – Exemple de mesure de susceptibilité pour deux pressions différentes entre 10 mK et 2 K. La partie haute température nous permet de déterminer la constante de Curie. Après normalisation par celle-ci, l'extrapolation de la susceptibilité à température nulle nous renseigne sur la température de Fermi effective.

Les mesures d'aimantation se sont déroulées sur 4 mises à froid¹. A chaque expérience au moins une pression de mesure est répétée, permettant de faire des comparaisons rigoureuses et de vérifier la reproductibilité des mesures.

La gamme de température explorée s'étend de 5 mK à 2 K :

A haute température le comportement du liquide est paramagnétique. Ce comportement s'établit pour des températures de l'ordre de 1 K à haute pression, et pour des températures plus hautes (proche de 1.5 K) à basse pression d'où la nécessité d'étendre les mesures jusqu'à 2 K. La constante de Curie, que l'on utilise pour normaliser nos données, est déterminée pour chaque mise à froid, les détails sont donnés dans la partie 3.2.

A basse température la susceptibilité sature vers une valeur fixe dépendant des interactions, sa valeur extrapolée à température nulle χ_0 permet de déterminer la température de Fermi effective T_f^{**} (cf partie 3.3).

La gamme de pression explorée s'étend de 0 MPa à 3.35 MPa dans le liquide et pour les mesures dans le solide la pression est proche de 3.2 MPa. Sur le graphique 3.2, on peut

¹La première expérience de RMN s'est déroulée de novembre 2004 à mars 2005, la seconde de juillet à octobre 2005, la troisième de octobre 2005 à janvier 2006 et la dernière de janvier à mai 2006.

remarquer que l'axe des ordonnées est la susceptibilité magnétique nucléaire de l'³He liquide corrigée du volume molaire, la partie 3.1.1 explicite cette correction.

3.1.1 Mesures à pression fixe

Les mesures de susceptibilité magnétique nucléaire sont réalisées à pression fixe et pas à nombre de spins fixe dans la zone de mesure sondée, ceci par facilité expérimentale. Comme le nombre de spins varie avec la température à pression fixe, on est amené à corriger cet effet. Le nombre de moles d'³He liquide dans le volume sondé est :

$$n(T) = \frac{V_{sonde}}{V_m(T)} \quad (3.1)$$

avec n dépendant de la température, V_m le volume molaire de l'³He et V_{sonde} le volume de la cellule effectivement sondé (où la radiofréquence de mesure est non nulle). Si l'on considère que le volume sondé ne varie pas avec la pression, c'est à dire que la cellule ne se déforme pas, seul le volume molaire dépend de la température à pression fixe.

Le volume molaire de l'³He en fonction de la température et de la pression a été mesuré sur la courbe de fusion par Grilly [50], et re-mesuré la même année pour d'autres pressions et jusqu'à 35 mK par Abraham et Osborne [51]. Dans un article relativement récent de Kollar et Vollhardt [52], les auteurs ont rendu thermodynamiquement consistantes les propriétés du liquide ³He normal et plus particulièrement, les données du volume molaire existantes ont été ajustées permettant de calculer $V(T, P)$ pour $0 < T < 2.5$ K et $0 < P < 2.9$ MPa (le calculateur² peut s'avérer très utile). Si l'on compare les valeurs de V_m déterminées avec le calculateur et les autres données de la littérature, on a :

- un écart inférieur à 0.3 % avec les mesures de Abraham et Osborne [51] sur toute la gamme,
- un écart inférieur à 0.15 % avec les mesures de Grilly [50] sur la courbe de fusion,
- un écart inférieur à 0.4 % avec les données compilées de l'article de Wheatley [21],
- un écart inférieur à 0.2 % avec les données de Greywall à 100 mK [20] et son extrapolation à température nulle dans [1],
- des ondulations dues aux ajustements avec le calculateur³ de W.P. Halperin (T tend vers zéro), inférieures à 0.2 % jusqu'à 3.0 MPa puis l'écart augmente pour atteindre 0.6 % à 3.45 MPa. Ce calculateur reprend les données compilées par Wheatley et les mesures de Grilly.

L'utilisation de l'ajustement de Kollar et Vollhardt [52] semble tout à fait raisonnable et même l'extrapolation à des pressions supérieures à 2.9 MPa nous donne une valeur en accord avec les données de Grilly [50] sur la courbe de fusion. L'erreur maximale sur le calcul de $V_m(T, P)$ est inférieure à 0.5 % sur toute la gamme où l'on fait des mesures de susceptibilité.

²Site web du calculateur de D. Vollhardt pour le volume molaire, écrit par M. Kollar [52] : <http://www.physik.uni-augsburg.de/theo3/helium3/>

³Site web du calculateur de W.P. Halperin, écrit par Tom Haard, pour T tend vers zéro : <http://spindry.phys.northwestern.edu/he3.htm>

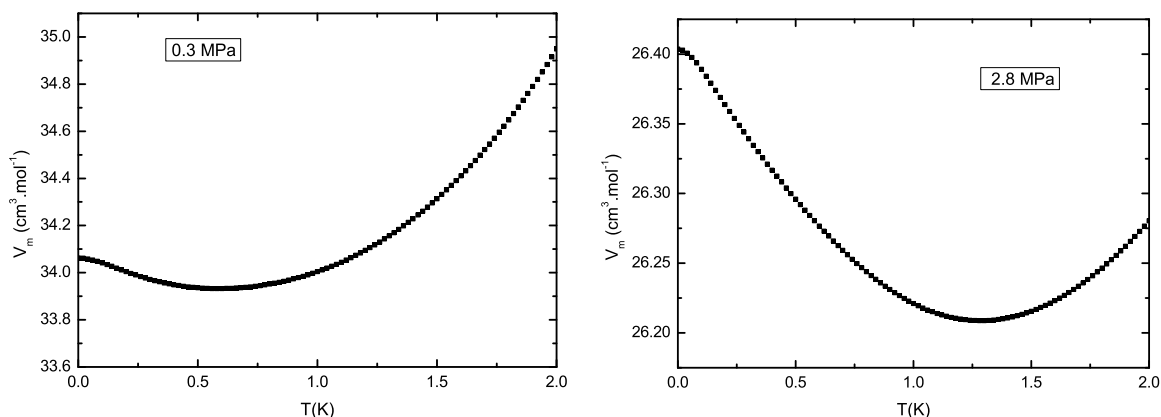


FIG. 3.3 – Allure très différente du volume molaire en fonction de la température, pour deux pressions différentes. Les variations du volume molaire à 2.8 MPa sont de l'ordre de 0.7 % sur la gamme 10 mK - 2 K et de 3 % à 0.3 MPa.

Pour chaque mesure de susceptibilité magnétique nucléaire, à une pression et une température, on mesure χ , on peut donc calculer la susceptibilité molaire :

$$\chi_m = \frac{\chi}{n} = \frac{\chi V_m}{V_{sonde}} \quad (3.2)$$

Il n'est cependant pas nécessaire de connaître V_{sonde} (on considère que V_{sonde} est toujours identique) car les données de susceptibilité sont amenées à être normalisées par la constante de Curie déterminée à haute température. Ainsi, par la suite et sur les différents graphiques, on confondra χ_m et χV_m .

La correction par le volume molaire peut cependant être discutée un peu plus en détail. Mesurer à pression fixe peut introduire un autre biais que le nombre de spins qui varie avec la température, c'est le fait que les interactions influencent directement la susceptibilité. Pour les mesures à haute température, $\chi = C_m/T$, on n'a pas d'erreur introduite car la susceptibilité molaire ne dépend pas du nombre de spins sondés. A basse température cependant le problème est plus délicat, les interactions dépendent du volume molaire, finalement c'est ce que l'on mesure. Deux points nous confortent cependant :

- le volume molaire varie peu à basse température avec la pression,
- la température de Fermi effective qui varie avec les interactions et donc avec le volume molaire, ne change pas énormément. Un écart de 0.5 % sur le volume molaire fait varier la température de Fermi effective de 1 %. Et, comme à basse température, le volume molaire change peu avec la pression, moins de 0.5 %, aucune correction ne sera alors apportée à nos mesures à pressions fixes concernant l'effet des interactions.

On corrige donc uniquement l'effet sur la susceptibilité du nombre de spins sondés.

3.1.2 Largeur de balayage

La susceptibilité magnétique nucléaire est proportionnelle à l'aire sous la courbe du signal en phase (partie 2.4). Lors du balayage en champ magnétique, on observe l'absorption d'énergie due aux spins sur une certaine largeur, principalement à cause de la non-homogénéité du champ magnétique de la bobine supraconductrice et de la géométrie du champ RF. Sur la gamme de température observée, la forme de la raie de résonance passe d'un profil presque gaussien (haute température) correspondant plus ou moins à la raie inhomogène, à un profil presque lorentzien à basse température, probablement un effet des couches d' ^3He solide adsorbées sur les fils de platine. Il est important de s'assurer que le balayage en champ magnétique est suffisamment large par rapport à la largeur de la raie de résonance. Par ailleurs un balayage trop important en champ magnétique diminue le nombre de points au niveau de la résonance, et donc augmente l'incertitude sur la détermination de l'aire (à temps de balayage fixe). D'après le graphique 3.4, pour un balayage supérieur à 20 fois la largeur de la raie de résonance on ne commet pas d'erreur systématique significative due au balayage en champ magnétique. Pour les expériences, on a systématiquement choisi un balayage de l'ordre de 25 fois la largeur de raie.

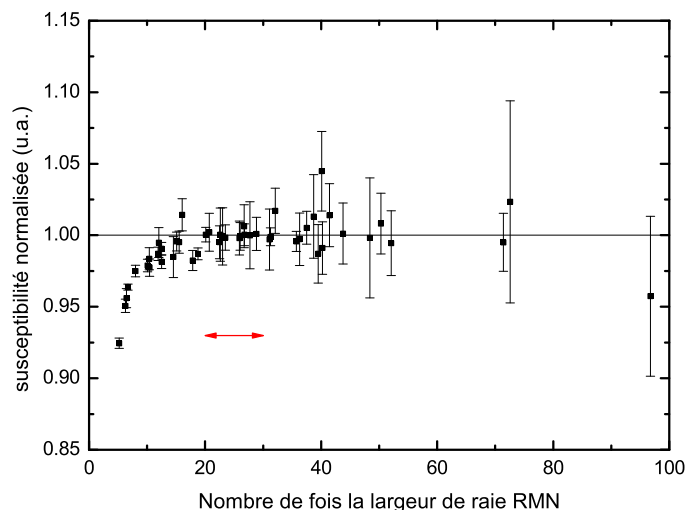


FIG. 3.4 – Effet du balayage en champ magnétique sur la mesure de la susceptibilité nucléaire de l' ^3He . Un balayage trop étroit introduit une erreur systématique, un balayage trop large augmente le bruit sur la mesure. Les mesures sont réalisées pour un balayage correspondant à 25 fois la largeur de la raie de résonance.

Par contre, on a observé un changement de la largeur de raie de résonance en fonction de la température et de la pression. Il est donc important de préciser que l'on a réajusté le balayage en champ magnétique à chaque température et pression. Pour préciser le comportement des courbes du graphique 3.5 en fonction de la température et de la pression, on peut identifier 3 zones en température où les comportements de la largeur sont différents. La largeur mesurée résulte de la convolution de la raie inhomogène et de la raie correspondant au couplage entre la largeur du liquide et du solide (adsorbé sur les fils de platine). A haute

température, c'est à dire au dessus de 600 mK, la largeur est indépendante de la température et de la pression. Cette valeur correspond à la largeur inhomogène du champ magnétique créée par la bobine Helmholtz (environ 0.0076 mT pour un champ d'amplitude 23.1 mT soit une homogénéité de 0.03 %). Lorsque la température diminue, on observe identiquement pour toutes les pressions une augmentation de la largeur à mi-hauteur de la raie de résonance que l'on peut exprimer comme une diminution du T_2^* temps de relaxation effectif (raie inhomogène convoluée à la raie liquide couplée au solide) entre spins. Cette augmentation de la largeur (ou diminution du temps de relaxation effectif des spins) est probablement due au couplage des spins des couches adsorbées sur les fils de platine et les spins de l' ^3He liquide massif (par le processus appelé échange rapide). Sous 30 mK, la largeur de raie atteint un maximum dépendant fortement de la pression pour rediminuer ensuite. Ce phénomène de diminution de la largeur de raie semble complexe à expliquer et pour conclure il serait nécessaire de faire la même expérience avec une cellule différente. Cet effet dépend de la pression et il a été observé dans la thèse de S. Triqueneaux [35] alors que l'environnement de la cellule a depuis lors changé. Mikhalchuk et al. [33] font état dans leur article d'un changement de la forme de la raie de résonance avec la température sans préciser pour autant la forme de raie observée, et ils ne fournissent pas d'explication.

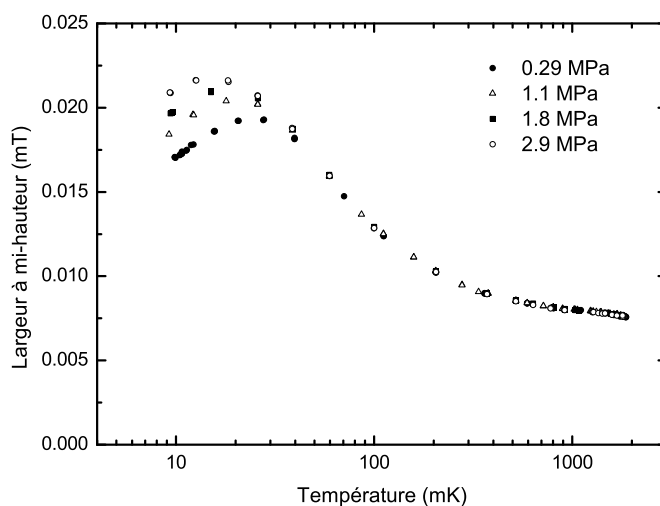


FIG. 3.5 – Largeur à mi-hauteur de la raie de résonance en fonction de la température pour quatre pressions différentes.

3.1.3 Effet de saturation radiofréquence

Les résultats obtenus pour des champs de radiofréquence (RF) très petits sont considérablement plus simples que si l'on doit considérer l'effet de saturation par un champ trop fort. D'où l'intérêt de réaliser des études en fonction de l'amplitude pour vérifier que l'on ne sature pas, par injection RF trop puissante, les spins nucléaires de l' ^3He . A l'autre extrême, un champ excitateur trop faible diminue le rapport signal sur bruit et donc la précision sur les mesures. Le champ magnétique RF optimum est obtenu en vérifiant la non-saturation à

différentes températures et pressions (exemple graphique 3.6). Toutes les mesures ont pu être réalisées avec la même amplitude du générateur (400 mV RMS) sans saturation.

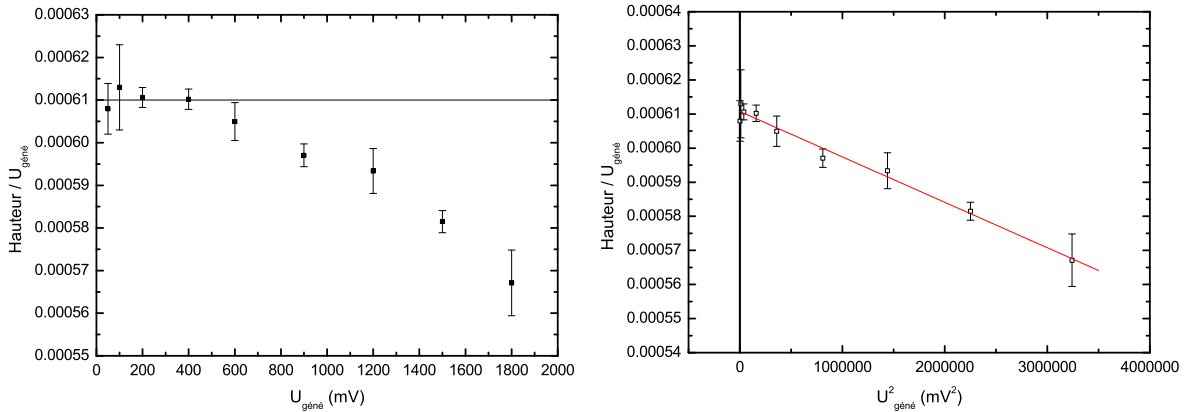


FIG. 3.6 – Saturation de l'aimantation pour $T=28$ mK, $P=0.29$ MPa. Les deux représentations, hauteur de la raie de résonance normalisée à l'amplitude RF en fonction de l'amplitude RF (ou de l'amplitude RF au carré) permettent de déterminer la tension optimale.

D'après les équations présentées dans le livre d'Abragam [49], de ces mesures il est possible de déterminer un paramètre A proportionnel au produit $T_1 T_2$ selon :

$$\frac{U_{\text{gene}}}{H} H_0 = 1 + A U_{\text{gene}}^2 \quad (3.3)$$

avec H la hauteur de la raie RMN et H_0 le signal à injection RF nulle. Le paramètre A proportionnel au produit des deux temps caractéristiques est représenté sur le graphique 3.7. Pour déterminer le produit $T_1 T_2$, il suffit de connaître la correspondance entre l'amplitude RF du générateur et la valeur du champ RF réellement créé sur l' ^3He . Comme on ne connaît pas T_2 , seulement T_2^* (inverse de la largeur de la raie à mi-hauteur) il n'est pas possible de déterminer facilement T_1 . On s'intéresse donc seulement à l'allure du paramètre A avec la pression et la température. En effet, A augmente avec la température, ce qui va dans le sens de ce que l'on a déterminé avec la largeur de raie.

Juste pour avoir un ordre de grandeur, dans le liquide massif T_1 est de l'ordre de 300 secondes à 1 K et 3000 secondes à 50 mK. Les mesures sont donc quasiment impossibles, le fait de rajouter les fils de platine dans la cellule et donc des couches d' ^3He solides adsorbées en surface permet de diminuer T_1 (par le processus d'échange rapide) qui devient alors de l'ordre de quelques secondes. Par contre, il est alors nécessaire de vérifier que la contribution de l'aimantation du solide est négligeable comparée à l'aimantation du liquide.

3.1.4 Traitement statistique des données

Le traitement des données, qui consiste principalement à déterminer l'aire sous la courbe de résonance, a été réalisé de deux manières différentes, avec le programme de mesure⁴ et

⁴Programme de mesure : Cw-NMR sous Visual Basic.

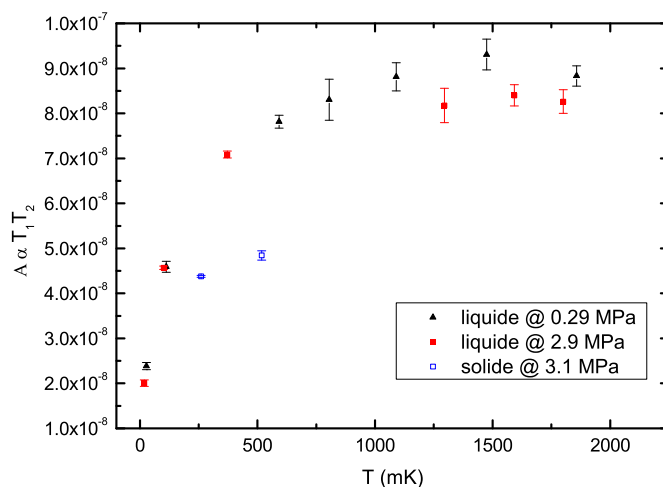


FIG. 3.7 – Evolution du produit $T_1 T_2$ avec la température et la pression.

un programme écrit sous Scilab⁵, à la fois pour les données calibrées et brutes. Le principe de base est de considérer à une température et une pression chaque ensemble de données, chacun comprenant typiquement entre 30 et 80 raies de résonance à moyenner ensemble.

Réaliser de nombreuses raies de résonance permet d'améliorer la statistique, surtout lorsque le signal est faible. Après avoir éliminé les raies de résonance qui sont clairement hors de l'écart type (saut électrique, bruit...), sachant que l'on conserve au minimum 80 % des raies, on peut déterminer la valeur moyenne de l'aire. L'erreur sur cette mesure est constituée d'une erreur statistique qui diminue avec la racine du nombre de balayages (\sqrt{N}) et d'une erreur systématique, qui elle n'est pas contrôlée expérimentalement (spectromètre, température, câbles coaxiaux...). L'erreur systématique est estimée à 0.5 % du signal s'ajoutant à l'erreur statistique.

Un premier résultat rassurant est que quelque soit le programme et la méthode de traitement, les résultats sont en très bon accord. De plus, la calibration améliore les mesures, pas tant lors d'une mise à froid mais surtout lorsqu'on compare les différentes expériences réalisées au cours de cette thèse.

Ensuite, après avoir déterminé l'aire sous la courbe du signal d'absorption, l'extraction de la température de Fermi effective nécessite une étape de normalisation, étape identique à celle que Ramm et al. [2] ont effectuée.

3.2 Normalisation des données

Pour comparer entre différentes expériences, il est intéressant de normaliser les courbes d'aimantation. Pour cela il est nécessaire de déterminer la constante de Curie molaire notée C_m , avec la meilleure précision possible.

⁵Programme d'analyse : heline29 sous Scilab.

3.2.1 Détermination de la constante de Curie

Dans le régime haute température, la susceptibilité magnétique de l' ^3He liquide suit la loi de Curie :

$$\chi_m = \frac{C_m^{liq}}{T} \quad (3.4)$$

Deux méthodes sont alors possibles pour déterminer la constante de Curie molaire, soit on ne considère que les points à suffisamment haute température qui sont constants dans la représentation $\chi_m T$ en fonction de T , soit on tient compte de la déviation en T^2 .

Dans le premier cas, la représentation adaptée pour déterminer C_m^{liq} ⁶ est de tracer le produit $\chi_m T$ en fonction de la température (graphique 3.8 à gauche). On garde un nombre de points différents selon la pression. Dans le second cas, c'est le graphique 3.8 à droite qui permet de conclure sur C_m^{liq} représentant $\chi_m T$ en fonction de $1/T^2$ en extrapolant à zéro.

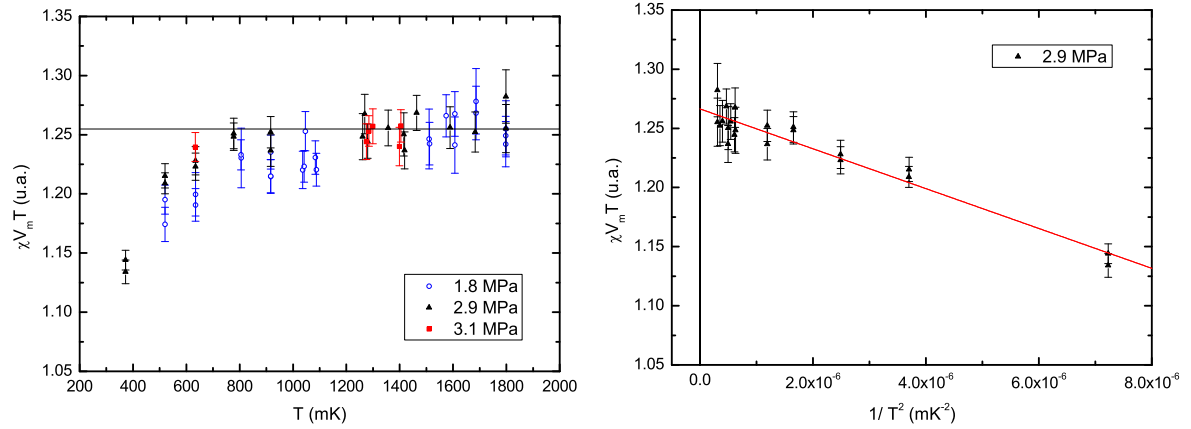


FIG. 3.8 – Détermination de la constante de Curie molaire avec les mesures de susceptibilité à haute température dans l' ^3He liquide par deux méthodes différentes. L'écart dans la détermination de C_m peut aller jusqu'à 1 %.

	Méthode linéaire	Méthode quadratique
C_m^{liq}	1.2542	1.2664
dC_m^{liq}	± 0.0133	± 0.0142

TAB. 3.1 – Comparaison des valeurs de C_m déterminées avec les mesures dans le liquide à haute température.

Les valeurs de C_m^{liq} déterminées par les deux méthodes sont résumées dans le tableau 3.1, on remarque une incertitude de l'ordre du pourcent. Ces valeurs de C_m^{liq} sont en accord si l'on considère leurs erreurs respectives.

⁶La notation de C_m avec l'exposant "liq" exprime que la constante est déterminée à partir des mesures dans l' ^3He liquide.

Pour améliorer la détermination de C_m , on a décidé de réaliser des mesures dans l'³He solide, reproduisant ainsi la méthode utilisée par Ramm et al. [2].

3.2.2 Mesures dans l' ³He solide, susceptibilité de Curie-Weiss

Le but des mesures dans l'³He solide est double. Premièrement, comme la susceptibilité du solide suit la loi de Curie-Weiss et que la température de Curie-Weiss Θ est tabulée en fonction du volume molaire, on peut extraire de ces mesures la constante de Curie molaire et ainsi améliorer la précision de C_m . Le signal mesuré est en effet beaucoup plus grand que dans l'³He liquide à haute température. Deuxièmement, cette mesure permet une vérification de l'échelle de température entre les hautes et les basses températures.

3.2.2.1 Amélioration de la détermination de C_m

Pour réaliser les mesures dans l'³He solide, on a rempli la cellule de 3.95 MPa d'³He à 1.2 K. Lors de la mise à froid, on a pu suivre l'évolution de la pression dans la cellule grâce à la jauge *in situ*. Les mesures sont réalisées à volume molaire fixe ($24.55 \text{ cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$ ce qui représente une pression de 3.2 MPa sur la courbe de fusion) en ³He solide entre 165 mK et 520 mK. Pour déterminer le volume molaire, constant, on utilise les données de Grilly [50] issues de ses mesures sur la courbe de fusion.

La susceptibilité du solide suit la loi de Curie-Weiss :

$$\chi_m^{sol} = \frac{C_m^{sol}}{T - \Theta} \quad (3.5)$$

avec χ_m la susceptibilité molaire (c'est à dire le produit χV_m), C_m^{sol} la susceptibilité molaire de l'³He⁷, T la température et Θ la température de Curie-Weiss, négative dans le cas de l'³He car celui-ci montre un comportement anti-ferromagnétique.

Les mesures issues de la littérature concernant Θ sont relativement dispersées, on utilise les mesures de résonance magnétique nucléaire de Kirk et al. [53] qui peuvent s'extrapoler pour un volume molaire de $24.55 \text{ cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$ à $\Theta \approx -2.5 \text{ mK}$. Le graphique 3.9 ne montre pas d'incohérence avec ce résultat⁸, on utilisera cette valeur pour la température de Curie-Weiss. On détermine ainsi $C_m^{sol} = 1.2507 \pm 0.003$.

En utilisant les différentes mesures du liquide à hautes températures et celle du solide, on détermine C_m à mieux que 0.5 % (graphique 3.10) à une valeur de $C_m = 1.2503 \pm 0.006$.

3.2.2.2 Vérification de l'échelle de température

Les mesures de susceptibilité de l'³He solide permettent d'ajouter une vérification supplémentaire à l'échelle de température, constituée principalement du thermomètre à courbe

⁷Ici la notation "sol" indique que cette valeur est déterminée à partir de mesures sur le solide.

⁸Pour améliorer la validation du Θ , il faut réaliser des mesures dans le solide à plus basse température ce qui implique des pressions plus élevées et augmente le risque d'explosion de la cellule.

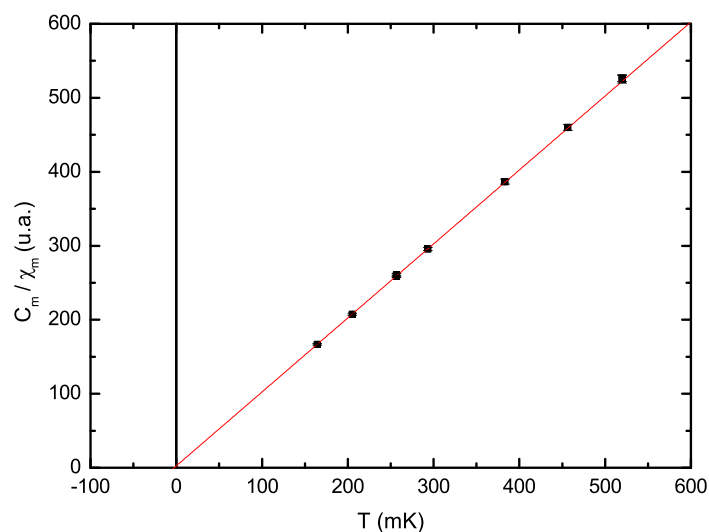


FIG. 3.9 – Inverse de la susceptibilité du solide ^3He en fonction de la température, ainsi que la droite $T - \Theta$ pour $\Theta = -2.5$ mK.

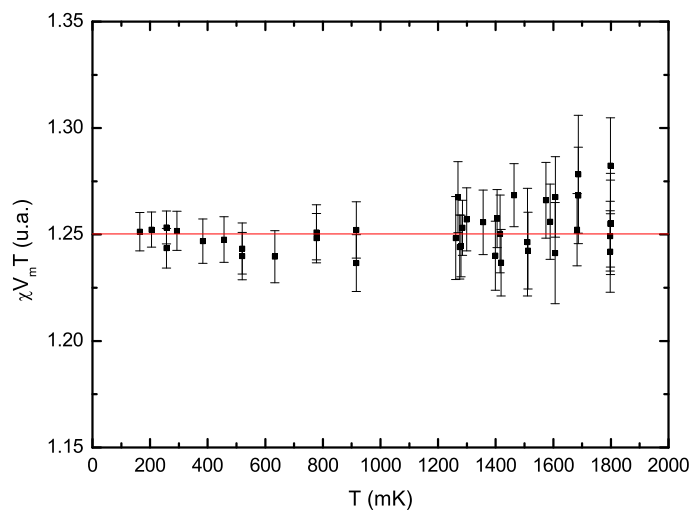


FIG. 3.10 – Détermination de la constante de Curie grâce aux mesures dans le liquide à haute température et celles dans le solide à des températures d'environ 0.5 K.

de fusion sous 1 K et du thermomètre à blocage de Coulomb au dessus de 1.4 K (voir partie 2.2.5 pour les précisions). Le fait que la constante de Curie soit identique dans le liquide (gamme de température : 1.4 K-1.9 K) et le solide (150 mK-600 mK), comme confirmé par le graphique 3.10, montre que l'échelle de température ne présente pas de distorsion.

3.3 Détermination de la température de Fermi effective T_f^{**}

Pour normaliser nos données, on utilise donc la constante de Curie déterminée avec les mesures dans l'³He solide et l'³He liquide à haute température. La température de Fermi effective T_f^{**} est l'inverse de la susceptibilité magnétique nucléaire normalisée, extrapolée à température nulle :

$$T_f^{**} = \frac{C_m}{\chi_{0,m}} \quad (3.6)$$

L'extrapolation à température nulle peut être délicate, il est important de voir l'influence de la méthode utilisée. Comme je l'ai précisé dans une partie précédente, le signal des couches solides adsorbées sur les parois est plus petit que le bruit de mesure. On n'observe pas de remontée de l'aimantation à nos plus basses températures.

3.3.1 Confrontation de deux méthodes de détermination de T_f^{**}

Extrapolation linéaire de la susceptibilité très basse température : Pour déterminer la susceptibilité à température nulle, comme la température minimale du cryostat est suffisamment basse, une première méthode consiste à ne garder que les points à très basses températures (typiquement $T < 16$ mK) et de moyennner les susceptibilités mesurées. Le graphique 3.11 présente les mesures à très basses températures pour seulement quelques pressions parmi celles mesurées.

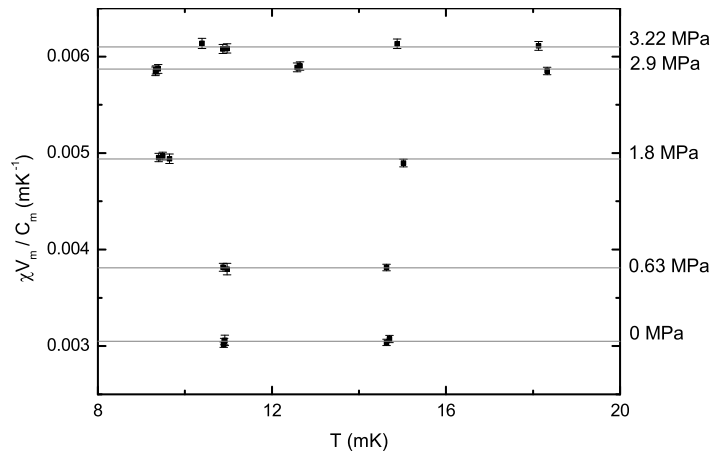


FIG. 3.11 – La susceptibilité à très basse température pour quelques pressions. Par exemple pour une pression de 2.9 MPa, $T_f^{**}=170.2$ mK.

Déviaton de la susceptibilité en T^2 : Pour conserver plus de points de mesure et vérifier qu'à une température de 10 mK l'³He liquide a bien atteint le régime de liquide de Fermi dégénéré, on peut considérer la déviation en T^2 de la susceptibilité. Pour cela, on trace l'aimantation normalisée en fonction de T^2 et l'extrapolation à zéro définit l'inverse de la température de Fermi (graphique 3.12).

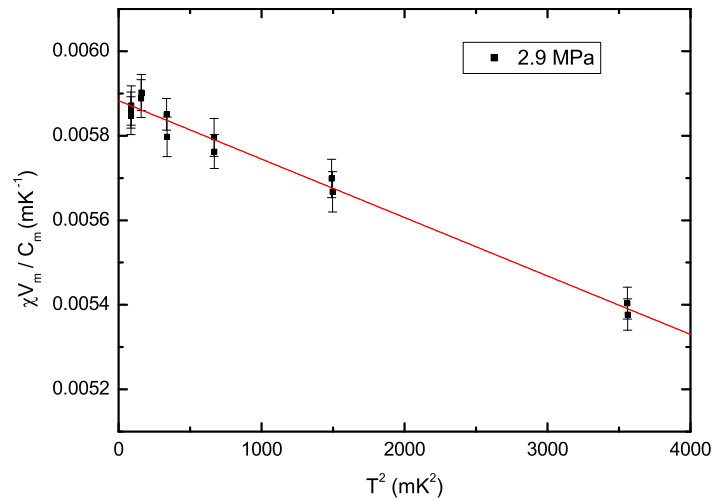


FIG. 3.12 – Extrapolation quadratique en T de la susceptibilité à basse température. Pour comparaison, avec cette méthode, on trouve $T_f^{**}=170.1$ mK.

L'influence de la méthode de détermination de T_f^{**} est très faible, pour toutes les pressions l'écart entre les deux méthodes est inférieur à 0.3 %. La méthode que l'on retient est la première, qui évite de faire une hypothèse sur la dépendance en température de la susceptibilité. De plus, cela permet d'exploiter de manière identique les mesures à température fixe pour différentes pressions et les mesures à pression fixe pour différentes températures.

3.3.2 L'incertitude sur T_f^{**}

La détermination des incertitudes est toujours un moment délicat, il importe de faire un bilan réaliste des erreurs de mesure contribuant significativement à nos résultats, de déterminer les erreurs systématiques, statistiques et au final évaluer l'erreur sur la détermination de T_f^{**} .

Incertitude sur la correction de volume molaire : La correction de volume molaire fait intervenir la température et la pression. Comme précisé dans la partie 2.2.5, l'erreur maximale sur la température déterminée avec le thermomètre à courbe de fusion est de l'ordre de 0.5 %. Concernant la pression, l'erreur est majoritairement composée des variations de pression au cours des mesures (inférieure à 0.4 %, dépendant des séries de mesures) et l'erreur sur la mesure elle-même est négligeable. Pour se rendre compte de l'erreur sur le volume molaire, le plus simple est de comparer le volume molaire calculé à une température T , une pression P et celui calculé avec $T + 0.5\%$, $P + 0.5\%$. C'est ce que l'on a vérifié, pour différentes pressions et à basse température, le calcul du volume molaire diffère de moins de 0.08 %.

Incertitude sur la constante de Curie molaire : Les mesures de susceptibilité sont normalisées avec la constante de Curie molaire (partie 3.2). La détermination de C_m dans le liquide, fait intervenir la température et la susceptibilité à haute température. Dans

cette expérience, on a complété les mesures de susceptibilité du liquide avec des mesures dans le solide ^3He . Ainsi, la constante de Curie est déterminée à mieux que 0.5 % grâce aux mesures réunies du liquide et du solide. L'erreur sur la température est de l'ordre de 0.5 % à basse température, un peu plus grande à plus haute température. Les erreurs sur T et sur χ étant indépendantes, on peut prétendre à une détermination de C_m précise à 1 %.

Incertitude sur la susceptibilité à basse température : Pour extraire la susceptibilité à température nulle, on réalise une moyenne sur les points mesurés pour T inférieure à 16 mK, l'erreur est de l'ordre de 0.3 %, différente pour chaque série de mesures.

Pour cette expérience, où la constante de Curie est bien déterminée grâce aux mesures dans le solide, l'incertitude sur la détermination de T_f^{**} est de l'ordre de 1.4 %.

3.4 Reproductibilité des mesures

Avant de conclure sur les incertitudes des températures de Fermi effectives de manière plus générale, il est important de vérifier la reproductibilité des mesures de susceptibilité sur les différentes mises à froid. Seule l'expérience présentée précédemment comporte des mesures dans l' ^3He solide, permettant de définir avec une meilleure précision la constante de Curie. Au cours de cette thèse, pour les expériences antérieures, la constante de Curie est déterminée grâce aux mesures dans l' ^3He liquide à haute température.

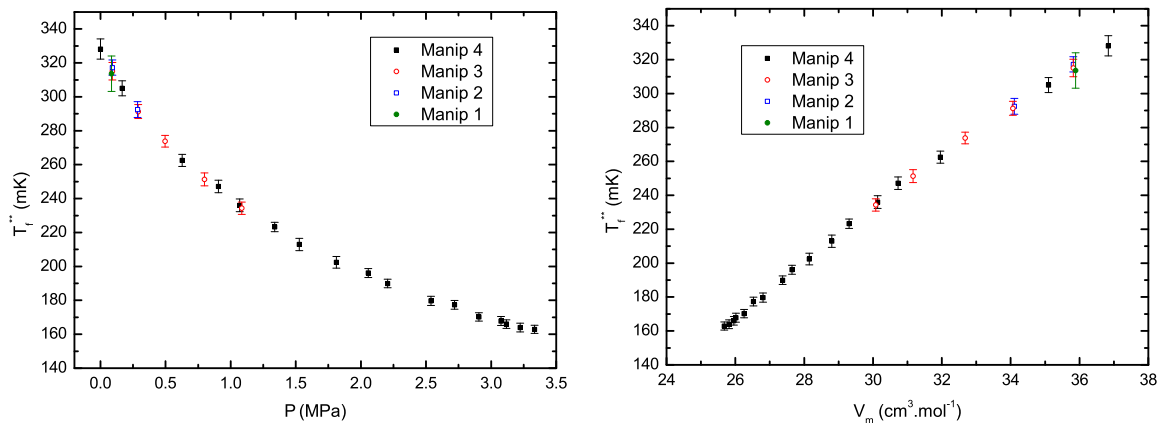


FIG. 3.13 – Reproductibilité des mesures sur 4 mises à froid, les séries de points se superposent très bien.

Dans les barres d'erreur, les graphiques 3.13 montrent que les mesures sont parfaitement reproductibles sur plusieurs mises à froid. Le point issu de la première expérience, expérience de mise au point et de réglage, a une incertitude plus grande provenant principalement de la constante de Curie qui est plus délicate à déterminer, le régime paramagnétique est atteint à plus haute température, on a donc peu de points exploitables.

3.5 Conclusion

De nombreuses précautions ont été prises pour réaliser ces mesures de susceptibilité magnétique nucléaire, y compris au niveau des réglages électroniques et de la thermométrie. On a surveillé que le balayage en champ magnétique reste suffisamment large autour du champ de résonance, et choisi une amplitude d'excitation RF ne saturant pas les spins nucléaires. La seule correction apportée aux données calibrées de susceptibilité est la correction de volume molaire. Les données sont normalisées par la constante de Curie, déterminée grâce aux mesures de susceptibilité nucléaire du liquide à haute température et du solide pour des températures intermédiaires. Par une estimation des incertitudes, les valeurs des températures de Fermi effectives en fonction de la pression sont déterminées à mieux que 2 % pour les différentes expériences voire à 1.4 % pour la dernière expérience. De plus, comme 4 mises à froid ont été réalisées, la reproductibilité de nos mesures est vérifiée. Le chapitre suivant résume les résultats des températures de Fermi effectives, ainsi que les valeurs du paramètre de Landau F_0^a en fonction des interactions.

RÉSULTATS EN FONCTION DES INTERACTIONS

Le but de ce chapitre est de présenter les principaux résultats des mesures de susceptibilité magnétique nucléaire dans l' ^3He liquide. La première section récapitule les températures de Fermi effectives mesurées, ainsi qu'un ajustement de celles-ci avec la pression. A partir des températures de Fermi effectives, on peut déterminer le renforcement magnétique, et dans un second temps, avec la masse effective, calculer le paramètre de Landau F_0^a avec différentes échelles de température.

4.1 Récapitulatif des mesures de susceptibilité

Cette section s'appuie principalement sur le chapitre précédent et résume les différents résultats issus des mesures de susceptibilité magnétique nucléaire de l' ^3He liquide.

4.1.1 Susceptibilité magnétique nucléaire de l' ^3He

Le graphique 4.1 présente les courbes normalisées de susceptibilité magnétique nucléaire de l' ^3He liquide pour différentes pressions, sur la gamme de température 10 mK-2 K.

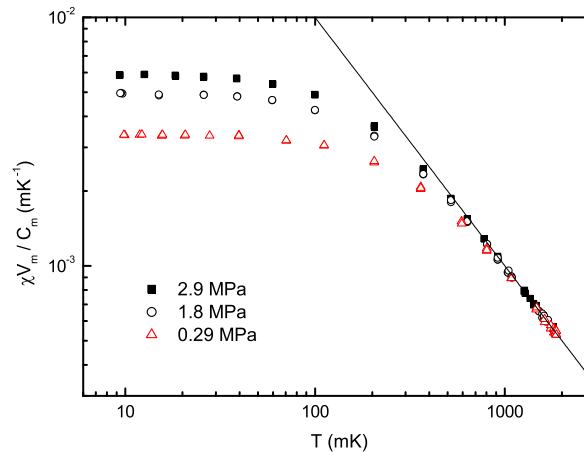


FIG. 4.1 – Susceptibilité magnétique nucléaire normalisée en fonction de la température pour 3 pressions différentes. Pour améliorer la lisibilité, toutes les mesures ne sont pas représentées, de même pour les barres d'erreur qui sont, avec cette échelle, inférieures à la taille des points.

La normalisation est réalisée de manière à avoir un comportement indépendant du volume molaire à haute température (partie 3.2). Ainsi de la mesure de la susceptibilité à très basse température, on déduit la température de Fermi effective (partie 3.3). La dépendance de la susceptibilité avec la température sera discutée dans le chapitre 5.

4.1.2 Les températures de Fermi effectives mesurées

Les deux graphiques 4.2 et 4.3 présentent les températures de Fermi effectives, inverse de la susceptibilité magnétique nucléaire normalisée à température nulle, en fonction de la pression et du volume molaire. Les valeurs de T_f^{**} sont résumées dans le tableau de l'annexe D. L'incertitude sur les températures de Fermi effectives est systématiquement inférieure à 2 %, proche de 1.5 % en moyenne. Cette incertitude tient aussi compte de l'incertitude sur la détermination de la constante de Curie utilisée pour normaliser les mesures de susceptibilité.

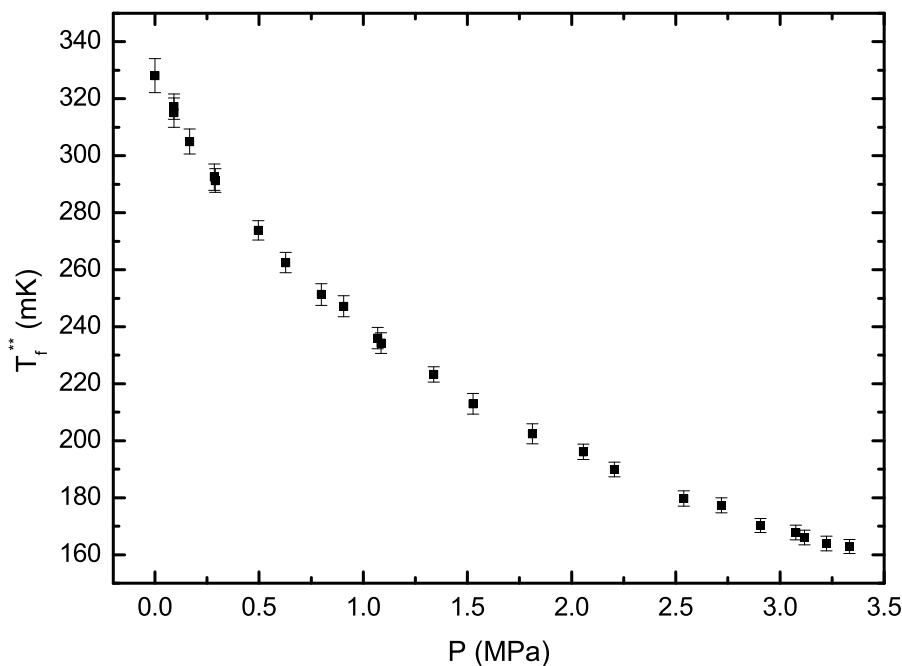


FIG. 4.2 – Température de Fermi effective en fonction de la pression.

4.1.3 Ajustement de T_f^{**} en fonction de la pression

Pour décrire nos données et les rendre plus accessibles, j'ai réalisé un ajustement de la température de Fermi effective en fonction de la pression avec un polynôme d'ordre 6. L'ordre du polynôme est inspiré de celui réalisé par W.P. Halperin¹ [22] sur les données de

¹Dans la référence [22] le terme d'ordre 6 est oublié, on peut cependant trouver les coefficients sur la page Web de son calculateur : <http://spindry.phys.northwestern.edu/he3.htm>

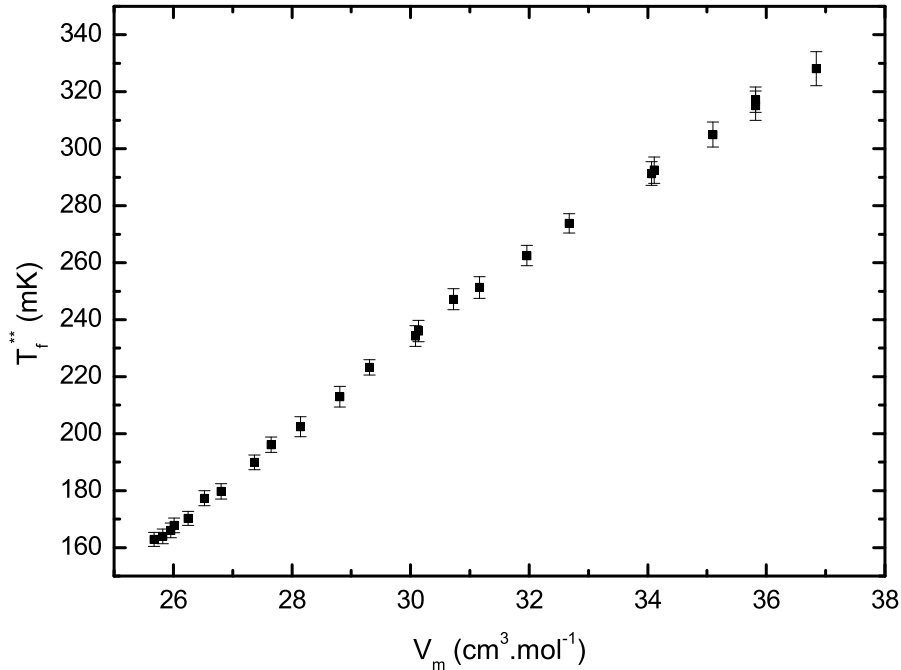


FIG. 4.3 – Température de Fermi effective en fonction du volume molaire.

H. Ramm et al. On ajuste les mesures (graphique 4.4) avec :

$$T_f^{**}(mK) = \sum_{i=0}^6 a_i P^i, P(\text{bar}) \quad (4.1)$$

Les coefficients ainsi déterminés sont :

$$a_0 = 328.89927$$

$$a_1 = -15.95458$$

$$a_2 = 1.35615$$

$$a_3 = -0.10114$$

$$a_4 = 0.00458$$

$$a_5 = -0.0001071$$

$$a_6 = 9.8948\text{E-}7$$

4.2 Renforcement magnétique dû aux interactions

Le renforcement magnétique, rapport de la température de Fermi pour un gaz parfait de fermions sur la température de Fermi effective, est l'effet des interactions sur la susceptibilité magnétique de l' ^3He liquide à très basse température. Typiquement le renforcement magnétique varie de 10 à 26 pour une pression allant de 0 MPa à 3.3 MPa (figure 4.5).

Calculer le paramètre de Landau F_0^a a pour premier intérêt de présenter l'effet magnétique des interactions dans le liquide ^3He . Dans la valeur du renforcement magnétique intervient aussi le renforcement de la masse, de manière explicite (équation 4.2) mais aussi de manière implicite dans F_0^a via la densité d'états.

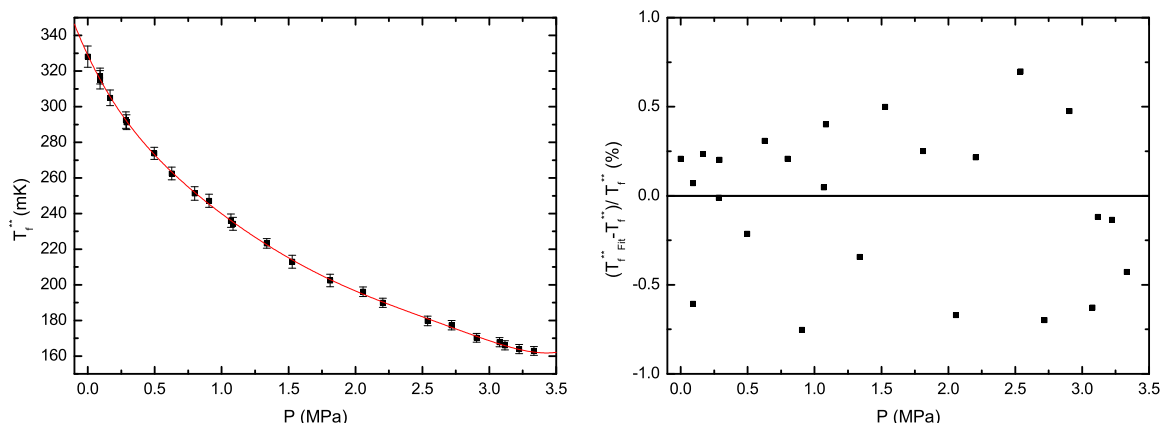


FIG. 4.4 – Ajustement des températures de Fermi par un polynôme d'ordre 6 en fonction de la pression. L'écart entre nos mesures et l'ajustement est inférieur à 0.8 %.

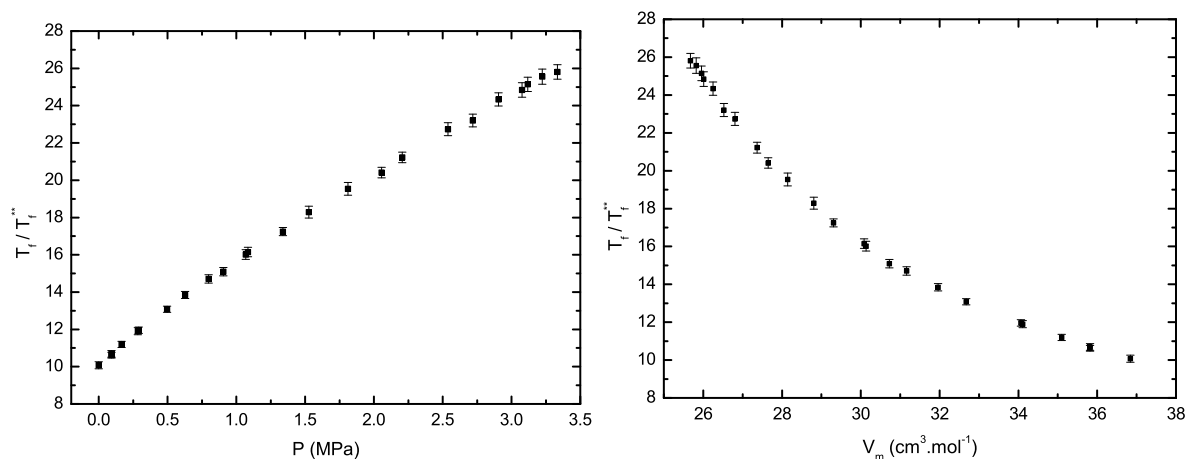


FIG. 4.5 – Renforcement magnétique dû aux interactions dans l' ^3He liquide.

4.3 Extraction du paramètre F_0^a

On extrait le paramètre de Landau F_0^a avec l'équation :

$$\frac{T_f}{T_f^{**}} = \frac{m^*}{m} \frac{1}{1 + F_0^a} \quad (4.2)$$

La première étape, cependant pas la plus simple, est de connaître la masse effective m^* . Pour cela, comme on a vu dans le premier chapitre (partie 1.3.1), il est important de connaître l'échelle de température dans laquelle on mesure la chaleur spécifique. On peut utiliser les valeurs de la masse effective déterminée par D.S. Greywall [1] de ses mesures de référence de chaleur spécifique de l' ^3He liquide dans sa propre échelle de température. L'utilisation du calculateur de la page Web de W.P. Halperin permet de déterminer facilement m^*/m pour nos pressions de mesure. Cependant comme l'échelle de température a changé depuis 1986, j'ai

ré-exprimé la masse effective dans l'échelle PLTS-2000, elle est 4.5 % plus grande que dans l'échelle Greywall. Dans cette partie, on présentera le calcul de F_0^a respectivement avec les masses effectives issues de l'échelle Greywall et de l'échelle PLTS-2000.

4.3.1 Echelle de température de Greywall

Le calcul de F_0^a , avec les masses effectives déterminées à partir de l'échelle de température de Greywall et de nos mesures de température de Fermi effective, est présenté sur le graphique 4.6 en fonction de la pression et du volume molaire.

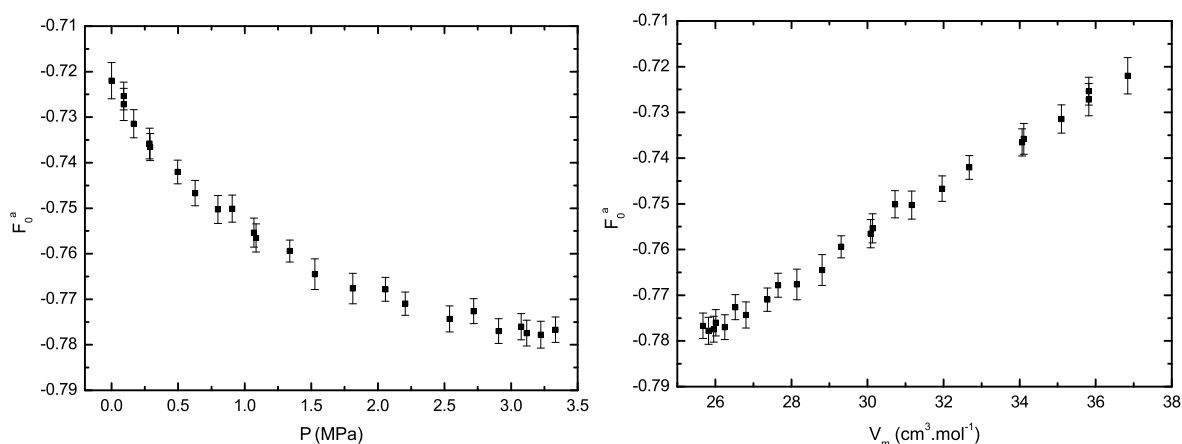


FIG. 4.6 – Paramètre de Landau F_0^a en fonction de la pression et du volume molaire à partir des masses effectives déterminées avec l'échelle de température Greywall.

Le paramètre de Landau F_0^a ainsi déterminé est négatif, ce qui montre un comportement ferromagnétique du liquide ^3He . Il varie faiblement avec les interactions, seulement de 7 % sur la gamme de mesure (de 0 MPa à 3.3 MPa). Un tableau en annexe D précise les valeurs numériques du paramètre de Landau F_0^a calculées pour quelques pressions. Comme le paramètre de Landau varie faiblement avec les interactions, donc avec la densité, au premier ordre son comportement avec le volume molaire (ou la densité) est linéaire, ce qui se vérifie très bien sur le graphique 4.6. Les barres d'erreur présentées sur les graphiques 4.6 sont les barres d'erreur sur la détermination de la température de Fermi effective uniquement, elles ne considèrent pas l'erreur sur la masse effective.

4.3.2 Echelle de température PLTS-2000

Comme présenté dans le chapitre 1, les masses effectives, issues des mesures de chaleur spécifique de Greywall ré-analysées avec l'échelle de température PLTS-2000, augmentent de 4.5 %. Ceci change donc le paramètre de Landau F_0^a comme on peut le voir sur les graphiques 4.7. On observe un décalage de 1.5 % environ selon la masse effective utilisée, l'allure de F_0^a avec les interactions reste cependant qualitativement la même.

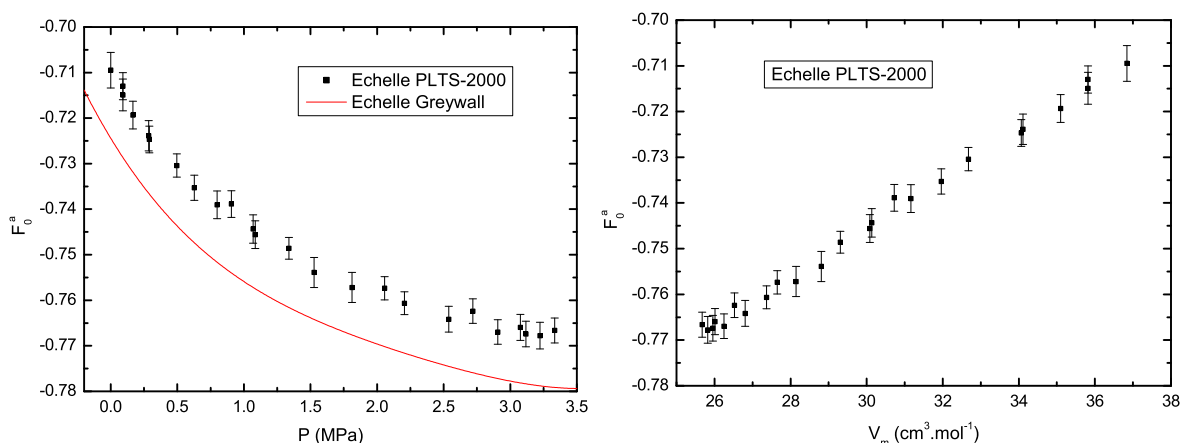


FIG. 4.7 – Paramètre de Landau F_0^a en fonction de la pression et du volume molaire à partir des masses effectives déterminées avec l'échelle de température PLTS-2000.

4.3.3 Remarques sur les valeurs de F_0^a

Nos mesures peuvent être comparées aux autres expériences réalisées sur 1^3He , c'est à dire dans un premier temps les mesures de H. Ramm et al. [2] et les mesures de D.S. Greywall [20, 1]. Le graphique 4.8 représente le renforcement magnétique T_f/T_f^{**} en fonction du renforcement de la masse, c'est à dire en première approximation m^*/m en fonction de m^*/m car le paramètre F_0^a ne varie que très peu (variation de 7 % sur toute la gamme de pression pour F_0^a comparée à un facteur 2 pour m^*/m). Ce graphique permet une comparaison entre des expériences indépendantes. La droite du graphique 4.8 passe par le point de coordonnées (1 ; 1) et est ajustée sur nos données. L'ajustement linéaire (graphique 4.8) reliant nos données de susceptibilité aux mesures de chaleur spécifique de Greywall, avec l'échelle de température Greywall, permet de déterminer le coefficient directeur de cette droite : $a_G=5.2$. Dans l'échelle de température PLTS-2000, le graphique est quasi-identique par contre la pente de la droite devient $a_{plts}=4.9$.

Sur nos mesures, on observe que l'ajustement linéaire ne passe pas parfaitement par tous les points, la courbure de nos données peut s'expliquer par le fait que F_0^a n'est pas totalement indépendant des interactions. Les mesures de H. Ramm courbent pour les plus fortes interactions et la relation entre les expériences est moins simple, pourtant on trace plus ou moins la même grandeur dominante sur les deux axes. On reviendra de manière plus complète sur la comparaison entre nos mesures et les données expérimentales de la littérature dans le chapitre 6.

4.4 Liens avec les théories microscopiques

Dans la partie 1.2.3, les équations présentées pour les deux théories microscopiques, les fermions "presque ferromagnétiques" et "presque localisés", permettent d'exprimer le paramètre de Landau F_0^a en fonction du renforcement de la masse. Le graphique 4.9 est une

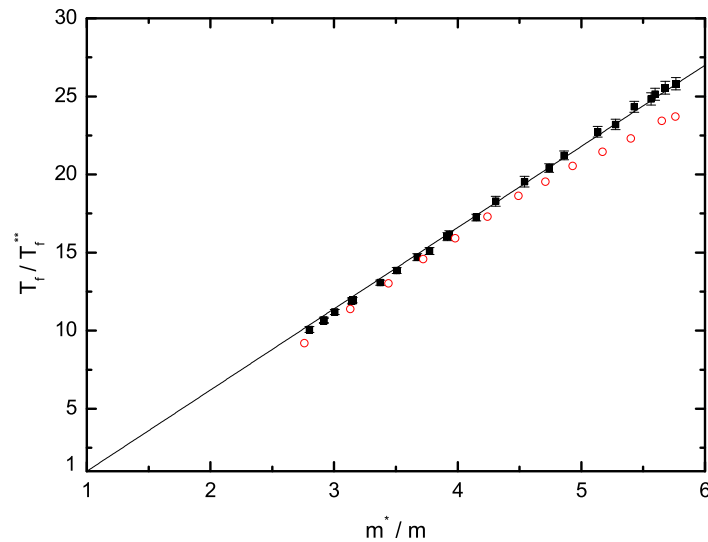


FIG. 4.8 – Renforcement magnétique en fonction du renforcement de la masse (échelle de température Greywall), c'est à dire la susceptibilité magnétique en fonction de la chaleur spécifique. Les ronds vides sont les mesures de Ramm et al., les carrés pleins sont nos mesures.

comparaison directe de nos mesures aux théories microscopiques. Cette représentation est utilisée pour montrer l'évolution des propriétés entre un gaz idéal de fermions ($1+F_0^a=1$, $m/m^*=1$) et le régime des fortes interactions. Chacun des points de mesure représente un volume molaire donné, paramètre implicite dans ce graphique.

Les courbes théoriques sont représentées pour des valeurs de $p \approx 1$ (partie 1.2.3), on rappelle que dans les deux théories ce paramètre n'a pas la même signification. Nos mesures peuvent se comparer avec les deux théories microscopiques cependant elles ne s'ajustent avec aucune des deux, ceci pour les deux échelles de température (échelle Greywall et échelle PLTS-2000). Une première impression est la simplicité avec laquelle on relie le paramètre $1+F_0^a$ à m/m^* quelle que soit l'échelle de température, sur la plage de mesure que l'on a étudiée. De plus, qualitativement on remarque que les mesures semblent être intermédiaires aux deux modèles approchés, l'interaction réelle serait-elle à la fois due aux paramagnons et la localisation des particules ^3He ? Cette conclusion a déjà été apportée pour des mesures de susceptibilité sur le liquide de la seconde couche de ^3He adsorbé sur du graphite [54].

Après avoir résumé les principaux résultats de ces mesures et les liens principaux avec les théories microscopiques, un travail plus complet de comparaison avec la littérature et les différentes expériences est réalisé dans le chapitre 6. Mais auparavant, le chapitre 5 discutera de la dépendance de la susceptibilité avec la température.

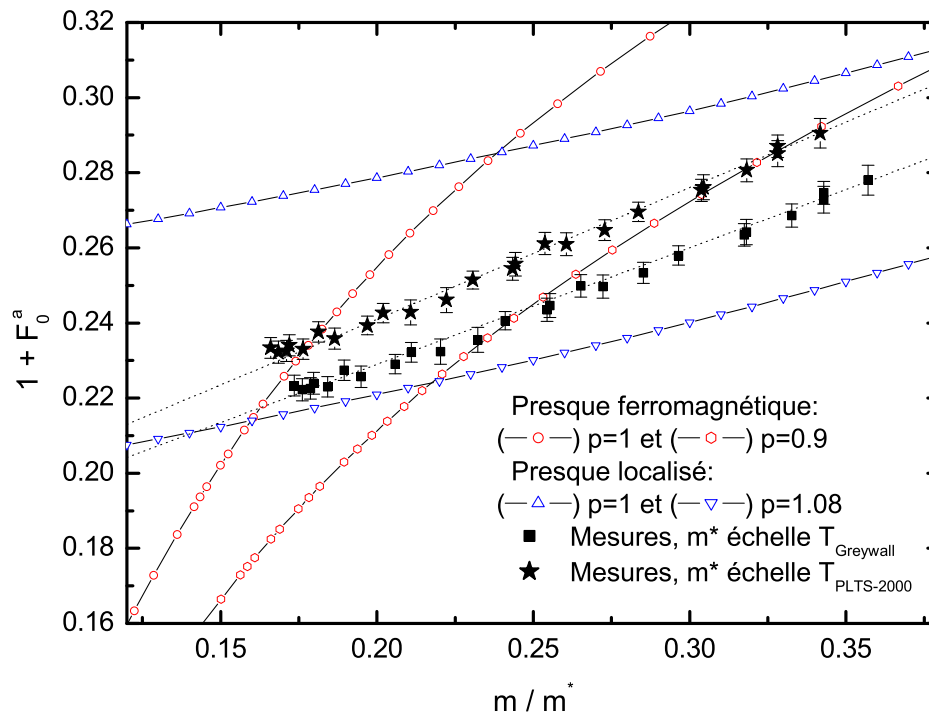


FIG. 4.9 – Paramètre de Landau en fonction de l'inverse du renforcement de la masse permettant de comparer les mesures, selon l'échelle de température utilisée, aux deux théories microscopiques. Les courbes en pointillée sur nos mesures sont seulement un guide pour les yeux.

DÉPENDANCE DE LA SUSCEPTIBILITÉ AVEC LA TEMPÉRATURE

L'étude de la dépendance de la susceptibilité avec la température et la pression prend tout son intérêt pour évaluer les théories microscopiques. Après s'être intéressé à la dépendance de la susceptibilité à température nulle avec les interactions, ce chapitre concerne la dépendance avec la température, le passage de la statistique de Boltzmann à la statistique du liquide de Fermi avec interactions. On s'intéresse dans un premier temps à l'universalité de la courbe $\chi/\chi_{T=0}$ en fonction de T/T_f^{**} puis à sa description. La dernière partie permet de comparer l'allure de la courbe avec les prédictions des deux théories microscopiques.

5.1 Susceptibilité en fonction de la température, une courbe universelle ?

Jusqu'à présent les courbes de susceptibilité présentées sont seulement normalisées par la constante de Curie molaire C_m de manière à avoir $1/T$ à haute température. La pression a un effet notable sur les courbes (exemple graphique 4.1). En divisant sur l'axe des ordonnées la susceptibilité par sa valeur à température nulle et sur l'axe des abscisses en divisant la température par la température de Fermi effective, on obtient la courbe 5.1.

Pour se convaincre de l'universalité de cette courbe, les deux graphiques 5.2 présentent des agrandissements des deux régions, basse et haute température.

Ainsi, seule la température de Fermi effective régit le comportement de la susceptibilité avec la température et pas la densité. Il est donc très intéressant de connaître la forme de cette courbe, et principalement les déviations aux deux comportements caractéristiques des hautes et basses températures.

5.2 Description des courbes de susceptibilité avec la température

5.2.1 Calcul numérique : comparaison à un gaz de Fermi idéal

Le calcul numérique de la susceptibilité magnétique nucléaire a été réalisé pour un gaz parfait de fermions en s'appuyant sur les équations de la mécanique statistique quantique. Le calcul est réalisé pour une densité. La dépendance en température peut donc être comparée à

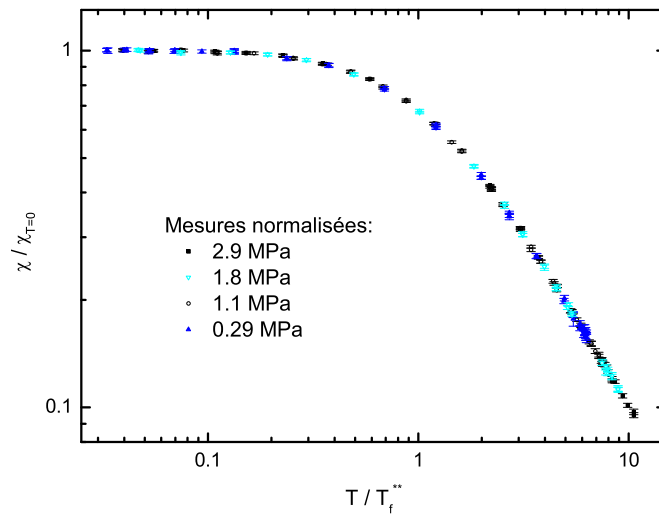


FIG. 5.1 – Représentation normalisée de la susceptibilité par sa valeur à $T = 0$ pour différentes pressions en fonction de T/T_f^{**} . Dans l’incertitude des mesures, la courbe est universelle.

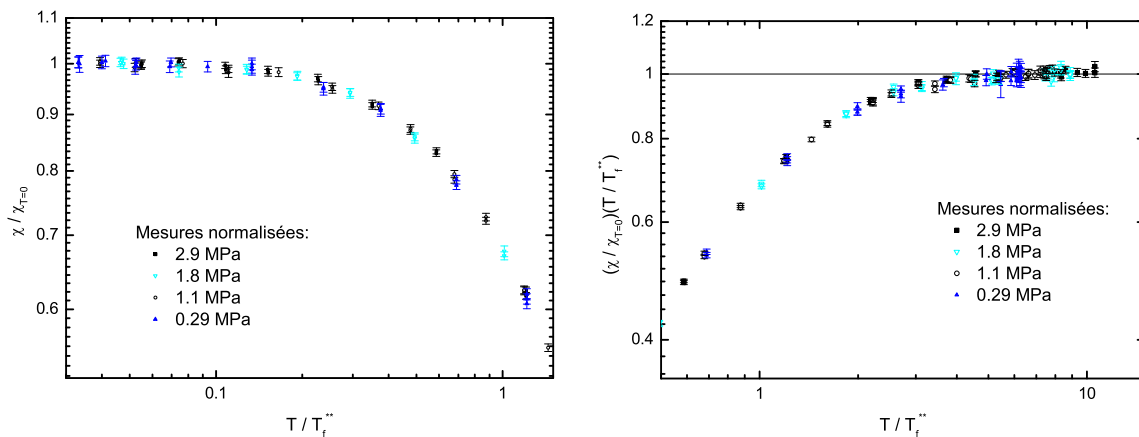


FIG. 5.2 – Courbe universelle agrandie, partie basse température à gauche et haute température à droite. Pour le graphique de droite, l’axe des ordonnées est multiplié par T/T_f^{**} pour améliorer la visibilité de la courbe.

ce calcul, c’est ce que montre le graphique 5.3 pour les basses et hautes températures.

A basse température, la courbure réelle est différente d’un gaz idéal, la susceptibilité diminue plus vite lorsque la température augmente. Concernant la partie haute température, on peut se demander pourquoi on atteint si rapidement le régime paramagnétique comparé au gaz de Fermi idéal. D’un point de vue expérimental, c’est un avantage car la gamme de température à explorer pour déterminer la constante de Curie et ainsi normaliser les données est plus petite. Une idée pour expliquer qualitativement ce comportement est de considérer les interactions ferromagnétiques fortes. Celles-ci tendent à augmenter la susceptibilité de Pauli,

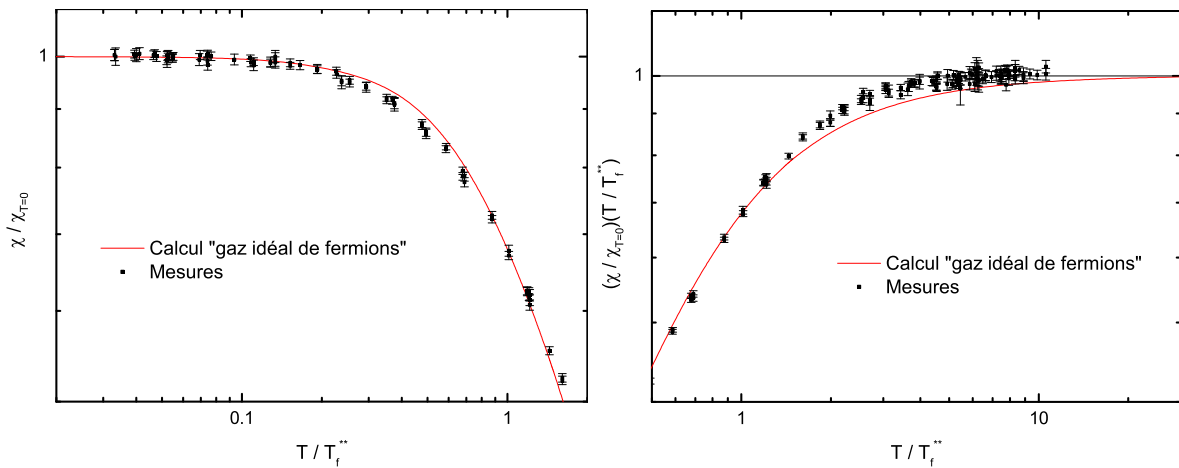


FIG. 5.3 – Comportement basse et haute température de la susceptibilité de l' ^3He comparée au calcul pour un gaz idéal de fermions.

cependant sans dépasser le régime paramagnétique, le premier terme décrivant la courbure est négatif. La courbe calculée croise la courbe mesurée pour $T/T_f^{**} \approx 1$.

Les données présentent des déviations aux calculs pour un gaz parfait de fermions, les interactions sont donc présentes dans l'allure de cette courbe. Connaître les déviations aux régimes hautes et basses températures apporte un renseignement important sur la description des dépendances de la susceptibilité avec la température.

5.2.2 Méthode analytique : approche de Dyugaev et loi pour l' ^3He 2D

La première expression analytique que l'on peut tester sur nos données est l'expression phénoménologique proposée par Dyugaev [55] en 1990 sur la base d'arguments de symétrie :

$$\chi_m = \frac{C_m}{\sqrt{T^2 + T_f^{**2}}} \quad (5.1)$$

Le graphique 5.4 montre que l'expression analytique ne s'ajuste pas parfaitement sur les données, l'expression de Dyugaev passe au dessus des points au niveau de la courbure.

A basse température l'expression de Dyugaev (équation 5.1) peut se mettre sous la forme :

$$\frac{\chi}{\chi_{T=0}} = 1 - \alpha \left(\frac{T}{T_f^{**}} \right)^2 \quad \text{avec } \alpha = 0.5 \quad (5.2)$$

et à haute température :

$$\frac{\chi}{\chi_{T=0}} = \frac{T_f^{**}}{T} \left(1 - \alpha' \left(\frac{T_f^{**}}{T} \right)^2 \right) \quad \text{avec } \alpha' = 0.5 \quad (5.3)$$

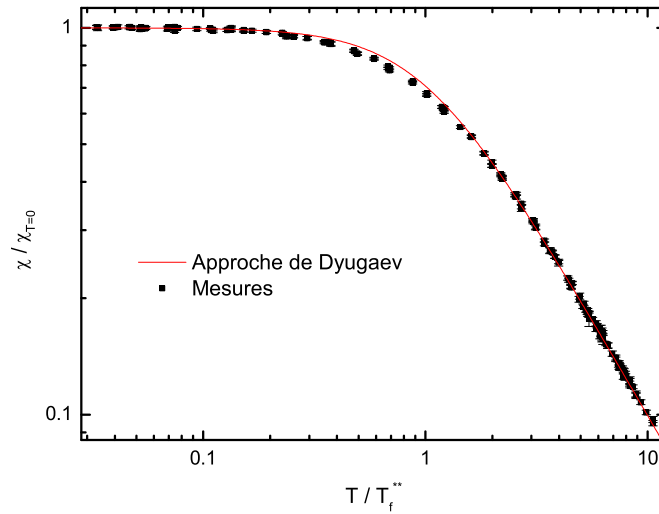


FIG. 5.4 – Représentation des mesures et de l'expression analytique proposé par Dyugaev. Le poids des deux déviations quadratiques est égal : $\alpha=\alpha'=0.5$.

cependant, le graphique 5.4 montre bien que ces deux déviations ne sont pas adaptées.

La seconde expression analytique empirique est :

$$\chi_m = \frac{C_m}{T_f^{**}} (1 - e^{-T_f^{**}/T}) \quad (5.4)$$

souvent utilisée pour l' ^3He à deux dimensions adsorbé sur substrat, s'ajuste très mal sur nos données.

5.2.3 Approximant de Padé

D'un point de vue expérimental, arriver à trouver une équation permettant de déterminer la susceptibilité pour toutes les densités peut s'avérer très utile. Pour réaliser l'ajustement de cette courbe universelle sur toute la gamme de température, on a choisi un approximant de Padé. Les approximants de Padé sont utilisés principalement pour gommer les divergences. Ici la courbe ne présente pas de divergence cependant la philosophie est la même, on veut que les déviations respectives de chaque coté de la courbure soient ajustées au mieux.

L'ajustement présenté décrit très bien nos données, l'équation à l'ordre le plus bas doit être du type :

$$\frac{\chi}{\chi_{T=0}} = \frac{1 + a(T/T_f^{**})^2 + A(T/T_f^{**})^4}{1 + b(T/T_f^{**})^2 + Ab_1(T/T_f^{**})^3 + A(T/T_f^{**})^5} \quad (5.5)$$

pour avoir les comportements à basse et à haute température que la courbe impose. On garde 4 paramètres libres pour éviter les dégénérescences, et les valeurs sont :

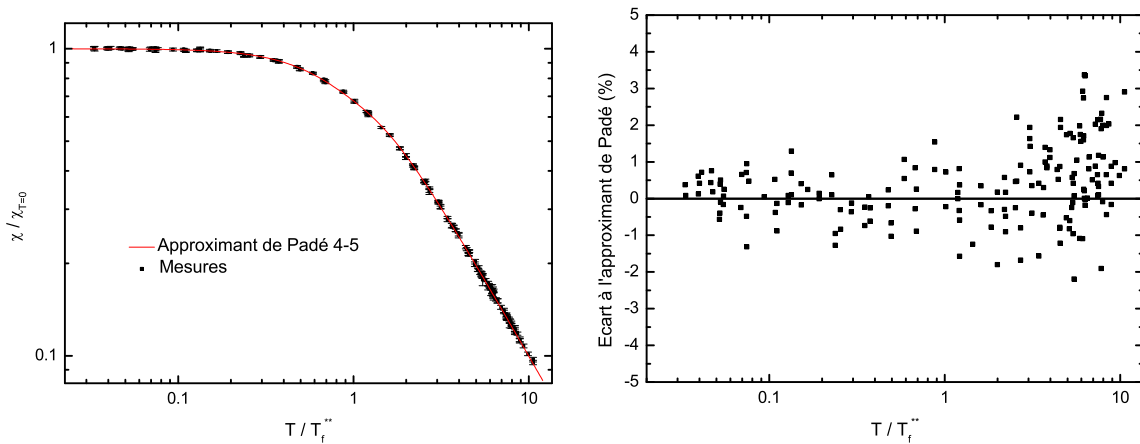


FIG. 5.5 – Ajustement avec un approximant de Padé et écart à cet ajustement.

$$a = -0.3767$$

$$b = 0.38387$$

$$b_1 = -0.21857$$

$$A = 0.66107$$

L'allure de la courbe est très bien représentée par cet ajustement, on peut s'en convaincre avec le graphique 5.5 de droite. L'écart est de l'ordre de 1 % jusqu'à $T = T_f^{**}$ et augmente avec la température. A haute température, la dispersion des points est en grande partie due aux mesures, gamme où le signal est le plus petit.

De cet ajustement, on peut extraire les coefficients quadratiques des deux courbures en réalisant les développements limités :

$$\text{Basse température : } \alpha = -(a - b) = 0.76$$

$$\text{Haute température : } \alpha' = -(a/A - b_1) = 0.351$$

Si l'on trace seulement les deux comportements quadratiques, on peut remarquer que les valeurs α et α' ne sont pas les mieux choisies principalement à haute température, cependant avec les ordres supplémentaires l'ajustement est particulièrement adapté comme on peut le voir sur l'écart à l'ajustement, graphique 5.5 de droite.

Si on détermine α et α' en ajustant les comportements hautes et basses températures séparément (sans contraindre le comportement général comme le fait l'ajustement de Padé), voir graphique 5.6, on obtient :

$$\text{Basse température : } \alpha = 0.72 \pm 0.08$$

$$\text{Haute température : } \alpha' = 0.42 \pm 0.04$$

5.3 Conclusion expérimentale

De cette interprétation purement expérimentale de l'allure des courbes de susceptibilité magnétique nucléaire de l' ^3He liquide avec la température, on arrive à déterminer plusieurs

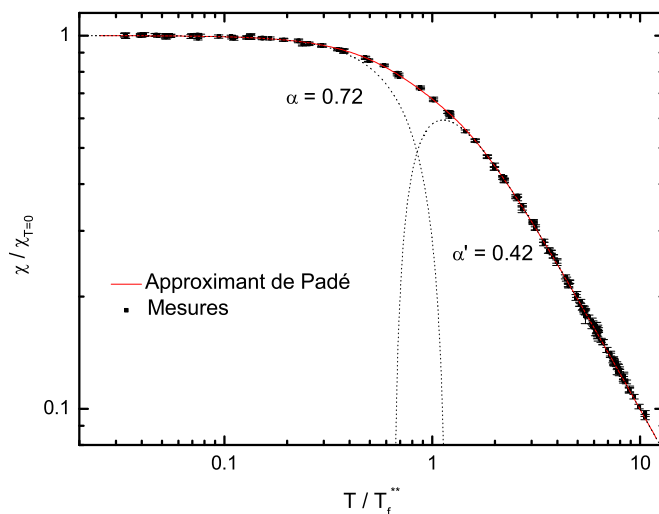


FIG. 5.6 – Détermination de α et α' par ajustement quadratique.

points :

1. Universalité de la courbe $\chi/\chi_{T=0}$ en fonction de T/T_f^{**} pour toutes les densités.
2. La forme de la courbe est différente de ce que l'on calcule pour un gaz idéal de fermions, les déviations aux deux régimes (indépendant de T à basse température, et variation en $1/T$ à haute température) renseignent sur les interactions.
3. Ajustement possible de cette courbe universelle avec un approximant de Padé.
4. Détermination des déviations quadratiques à basse température $\alpha \approx 0.72$, et à haute température $\alpha' \approx 0.42$.

5.4 Liens avec les théories microscopiques

5.4.1 Déviation à haute température

A haute température, le résultat théorique de l'évolution de la susceptibilité en diminuant la température, que l'on doit à Stoner, pour un gaz de fermions sans interaction donne :

$$\frac{\chi^{id}}{\chi_{T=0}^{id}} = \frac{T_f}{T} \left(1 - \frac{1}{3} \left(\frac{2}{\pi} \right)^{1/2} \left(\frac{3}{2} \right)^{3/2} \left(\frac{T_f}{T} \right)^{3/2} + \dots \right) \quad (5.6)$$

La déviation est en puissance $3/2$ alors qu'expérimentalement on trouve plutôt une déviation quadratique avec T_f^{**}/T avec un coefficient du même ordre de grandeur. Ceci confirme que nos mesures quittent le régime paramagnétique beaucoup plus tard que le calcul pour un gaz idéal de fermions, effet dû aux interactions.

5.4.2 Déviation à basse température

Comme précisé dans la partie 1.2, à basse température les deux théories microscopiques approchées ainsi que le calcul du gaz idéal de fermions prédisent la déviation quadratique de la susceptibilité magnétique lorsque la température augmente. On a directement comparé les déviations respectives à nos mesures.

Pour un gaz idéal de fermions le développement de la susceptibilité peut s'exprimer par :

$$\frac{\chi^{id}}{\chi_{T=0}^{id}} = 1 - \frac{\pi^2}{12} \frac{4}{9} \left(\frac{T}{T_f} \right)^2 + O(T^4) \quad (5.7)$$

$\alpha_{id} = 0.366$ ce qui est plus petit que ce qu'on détermine pour l' ^3He liquide, comme on peut le noter sur le graphique 5.3.

Le développement à température finie pour la théorie des paramagnons donne :

$$\frac{\chi_m}{\chi_{0,m}} = 1 - \frac{\pi^2}{6} \frac{4}{9} \left(\frac{T}{T_f^{**}} \right)^2 + \dots \quad (5.8)$$

Le paramètre $\alpha_{ferro} \approx 0.731$ caractérise la déviation quadratique et se rapproche beaucoup du α que l'on a déterminé expérimentalement.

Pour la théorie des fermions "presque localisés" :

$$\frac{\chi_m}{\chi_{0,m}} = 1 - \frac{\pi^2}{6} 7.9 \frac{4}{9} \left(\frac{T}{T_f^{**}} \right)^2 + \dots \quad (5.9)$$

Le facteur devant le terme quadratique, $\alpha_{local} \approx 5.7$, est 8 fois plus grand que dans le modèle des fermions "presque ferromagnétiques". Cette valeur est fortement en désaccord avec l'expérience, cependant des réserves ont été exprimé par Nozières concernant les approximations de ce développement à température finie réalisé par Seiler [13].

De la dépendance de la susceptibilité avec la température, on peut comparer la déviation quadratique avec les deux modèles microscopiques. Le développement du modèle des fermions "presque localisés" donne une valeur éloignée de l'expérience, à la différence du modèle "presque ferromagnétique" qui donne une valeur identique à ce que l'on détermine par les mesures. Pour autant, l'interprétation n'est pas immédiate, car ces deux théories sont valables à température nulle, ces développements sont donc seulement des approximations. Avoir une correspondance quasi-parfaite du paramètre α ne signifie pas que le modèle décrit parfaitement le liquide de Fermi ^3He , comme le montre d'ailleurs la section 4.4. Cependant dans ce modèle le développement à température finie de la susceptibilité est beaucoup plus représentatif de la réalité expérimentale que le développement du modèle "presque localisé".

Dans ce chapitre, je confronte nos mesures de susceptibilité de l' ^3He liquide massif réalisées par résonance magnétique nucléaire continue aux mesures de référence de Ramm, aux résultats de la thèse de S. Triqueneaux, et aux autres mesures de la littérature. Je vais tenter d'apporter des éléments pour expliquer ces écarts. Je conclus par une discussion succincte sur la nouvelle détermination des paramètres de Landau.

6.1 Comparaisons avec les expériences antérieures

Tout d'abord, il est important de préciser que les écarts entre les mesures de Ramm, ainsi qu'avec les différents expérimentateurs et celles réalisées au cours de cette thèse ne dépassent pas 10 % sur la susceptibilité sur toute la gamme de pression. Il est primordial de chercher à expliquer ces écarts, et pour cela, il est nécessaire de se concentrer sur l'aspect expérimental des différentes mesures.

6.1.1 Ecarts aux mesures de référence de Ramm

Le graphique (figure 6.1) permet de comparer directement la susceptibilité magnétique nucléaire mesurée par Ramm et nos mesures, pour deux pressions proches. La normalisation des données est réalisée de manière identique, au signal du solide ^3He . Jusqu'à environ 300 mK les courbes se superposent bien puis, lorsque la température diminue, le signal de Ramm devient systématiquement plus faible que le nôtre. Mesurer un signal plus grand à la même température est un point fort de nos mesures car expérimentalement il est plus facile de "perdre" de l'aimantation.

L'extrapolation à température nulle de la susceptibilité pour déterminer la température de Fermi effective est donc directement concernée par cet effet (graphique de gauche 6.2). Nos températures de Fermi effectives sont inférieures d'environ 5 % avec des écarts maximum de l'ordre de 8 % aux pressions les plus basses et les plus hautes. Que ce soit l'écart absolu ou l'écart relatif entre les deux séries de mesures, ils ne sont pas constants, ces écarts ne peuvent donc pas s'expliquer par une erreur systématique simple. Pour déterminer la température de Fermi effective, Ramm et al. ont fait l'hypothèse d'un développement en T^2 de la susceptibilité. La méthode de détermination retenue pour cette thèse est différente, cependant, dans la partie 3.3, on montre que le développement en T^2 de la susceptibilité nous donne des valeurs extrêmement proches pour T_f^{**} .

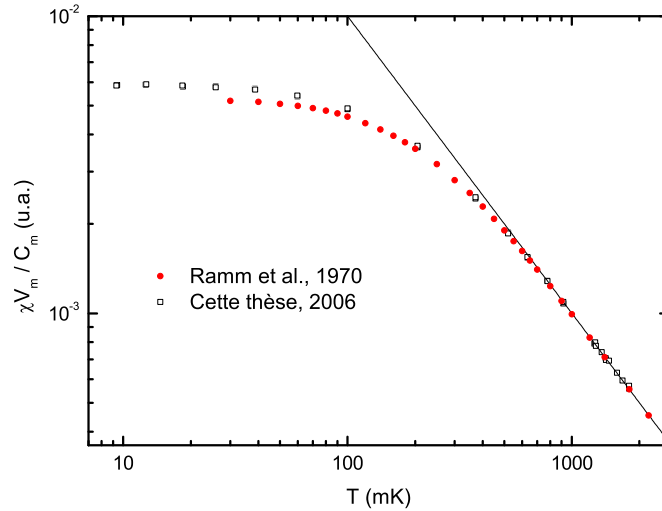


FIG. 6.1 – Comparaison de la susceptibilité entre les mesures de Ramm pour une pression de 2.74 MPa et les nôtres pour 2.9 MPa. Les points représentant les mesures de Ramm sont lissés, issus de l'article [2].

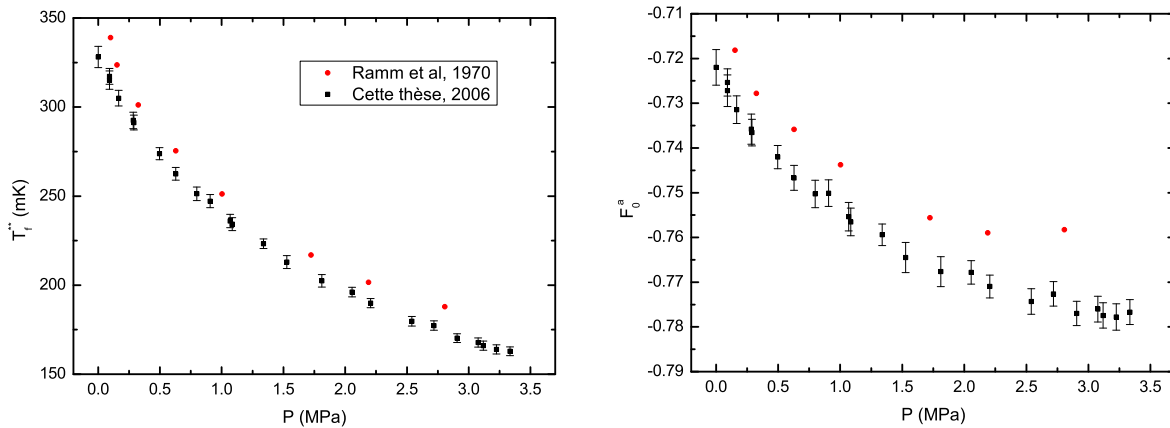


FIG. 6.2 – Comparaison des températures de Fermi effectives et du calcul pour le paramètre de Landau à ceux de Ramm, en utilisant les masses effectives déterminées par Greywall dans son échelle de température.

Concernant le paramètre de Landau F_0^a , l'écart est moins important, typiquement inférieur à 3 % et de l'ordre de 1.5 % en moyenne. Ce qui importe le plus c'est l'allure de ce paramètre. Sur les mesures de Ramm le paramètre de Landau F_0^a sature vers -0.76 dès 1.5 MPa, appuyant ainsi le modèle des fermions "presque localisés". Sur nos mesures, il ne sature pas, la représentation en fonction du volume molaire est d'ailleurs plus convaincante (graphique 6.3). On peut noter par ailleurs la simplicité reliant F_0^a au volume molaire (ou la densité) pour nos mesures, dans cette représentation.

Concernant la dépendance de la susceptibilité avec la température, Ramm montre aussi

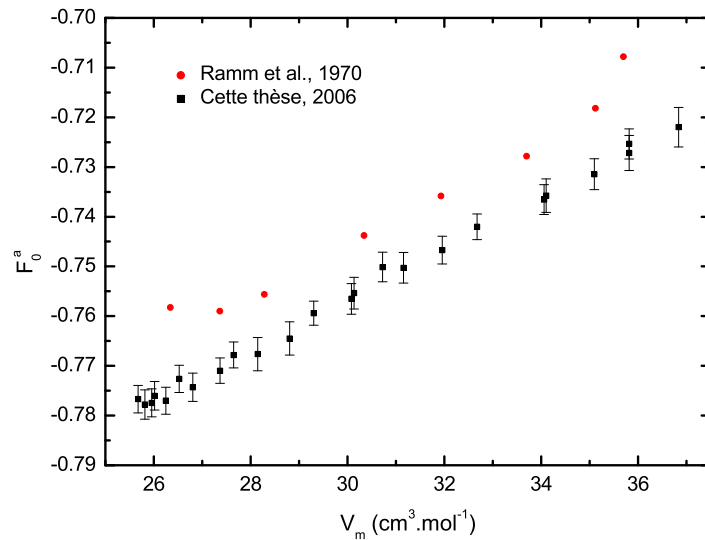


FIG. 6.3 – Comparaison du paramètre de Landau avec les mesures de Ramm en fonction du volume molaire, calculé avec la masse effective déterminée par Greywall. L'allure de nos mesures est bien différente de celle des mesures précédentes, F_0^a ne semble pas présenter de saturation.

que la courbe χ/χ_0 en fonction de T/T_f^{**} est une courbe universelle. Le coefficient quadratique de la déviation basse température avec la température est déterminé à 0.53. Si l'on trace l'équation de l'approximant de Padé représentant nos mesures avec les mesures de Ramm, on remarque sur le graphique 6.4 que les deux séries de mesures n'ont pas exactement la même allure avec la température. La courbure déterminée chapitre 5 sur nos mesures est 0.72, et ce graphique confirme que la courbure de Ramm est inférieure.

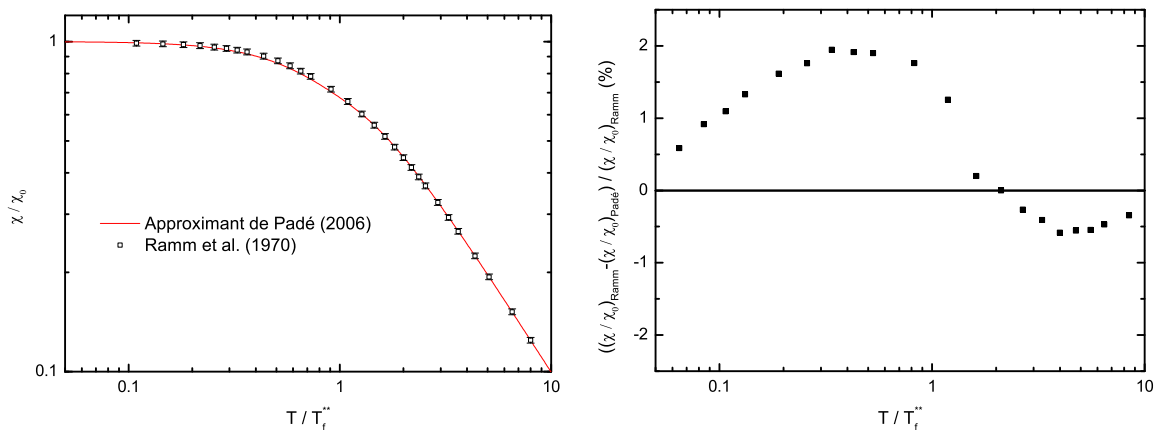


FIG. 6.4 – Dépendance de la susceptibilité mesurée à 0.62 MPa par Ramm comparée à nos mesures. La courbure diffère à basse température.

Le grand soin et la simplicité de la technique de mesure employée par Ramm et al. introduit peu de sources d'erreur. Tout d'abord, la normalisation de la susceptibilité mesurée

dans le liquide à celle du solide élimine la plupart des doutes concernant la thermométrie. L'hypothèse la plus probable expliquant ces écarts est sûrement un effet sur la mesure de la susceptibilité.

Comme en RMN continue, la RMN pulsée est sujette aux effets de chauffage ou de saturation radiofréquence. La thermalisation de ^3He joue donc un rôle primordial. ^3He liquide de leur cellule est thermalisé par des fils de cuivre¹. De même, la pureté de ^3He peut influencer la mesure si la quantité d' ^4He est non négligeable, car celui-ci va s'adsorber préférentiellement sur les surfaces. La thermalisation de ^3He liquide massif sera alors plus longue car l'échange rapide avec ^3He solide des couches adsorbées sera fortement diminué. Dans notre cas, pour limiter cet effet on a rempli la cellule à très basse température et sur la ligne de remplissage sont disposées plusieurs thermalisations à poudre d'argent frittée piégeant les atomes d' ^4He . Dans le cas des mesures de Ramm, la quantité d' ^4He dans ^3He est estimée à 15 ppm, ce qui est insuffisant pour influencer la mesure. Dans son papier, Ramm précise la valeur du temps de relaxation T_1 , temps d'équilibre entre les spins et le réseau, en fonction de la température pour 4 pressions différentes. Ce temps T_1 diminue avec la température de manière relativement linéaire à basse température, la thermalisation de ^3He liquide est bien assurée par l'échange rapide avec les couches d' ^3He solide adsorbées. On ne peut donc pas expliquer les écarts par une mauvaise thermalisation de ^3He .

En résonance magnétique nucléaire pulsée, la susceptibilité du liquide est déduite de l'amplitude à partir de la décroissance de la précession libre des spins de ^3He après un court pulse RF. Le pulse, très intense, sature les amplificateurs, la mesure de la relaxation ne commence qu'après un certain délai. La difficulté principale vient de la reconstruction du signal à temps nul. Il est donc délicat, voire impossible avec les techniques de 1970, de voir un changement dans la forme de la raie de résonance de ^3He avec la température. Si Ramm et al. ont réalisé leur mesures avec les mêmes conditions sur toute la gamme de température et pression il est possible, qu'à cause de la forme de raie qui évolue avec la température, une partie du signal ait été perdue aux plus basses températures. Cette hypothèse, qualitative, permettrait d'expliquer les écarts de susceptibilité à basse température.

6.1.2 Résultats de la thèse de Triqueneaux

A-S. Chen [34], au cours de sa thèse au CRTBT, a réalisé des mesures de résonance magnétique nucléaire continue sur de ^3He confiné dans l'aérogel. Relevant des inconsistances avec les mesures de Ramm, ceci a amené S. Triqueneaux [35] à mesurer la susceptibilité de ^3He liquide massif en fonction des interactions au cours de sa thèse. Par manque de temps principalement, S. Triqueneaux n'a pas réalisé de mesure de susceptibilité dans le solide ^3He , et son échelle de température n'avait pas été vérifiée. Donc des doutes étaient possibles sur sa thermométrie, sachant qu'il a constaté quelques découplages thermiques. Les mesures présentées dans ce manuscrit arrivent en continuité de son travail. Excepté la cellule de mesure contenant ^3He , le montage entier a été réinstallé dans un nouveau cryostat. La thermométrie a évolué principalement avec la fabrication d'un thermomètre à courbe de fusion de

¹l'article ne précise ni le nombre de fils de cuivre, ni leur dimension.

plus grande sensibilité et l'utilisation du thermomètre à blocage de Coulomb et des points fixes supraconducteurs. Des expériences de thermométrie sont venues valider notre échelle de température, et confirmer l'absence de gradient thermique sur la plate-forme expérimentale. De plus, la mise en place de la jauge de pression à froid a permis d'étendre jusqu'à la courbe de fusion la gamme de pression accessible.

Les écarts sur la température de Fermi effective de Triqueneaux avec les mesures de Ramm sont systématiquement supérieurs à 6 % et peuvent atteindre 10 % aux pressions extrêmes, les incertitudes sont évaluées sur T_f^{**} à 2 %. Il est intéressant de noter que si l'on augmente les températures de Fermi effectives de Triqueneaux par 2 % pour toutes ses pressions de mesure, les points tombent exactement sur les données présentées ici (graphique 6.5). La première explication est que la constante de Curie déterminée par ses expériences présente un désaccord de 2 %, ce qui est cohérent avec les incertitudes estimées sur la susceptibilité magnétique.

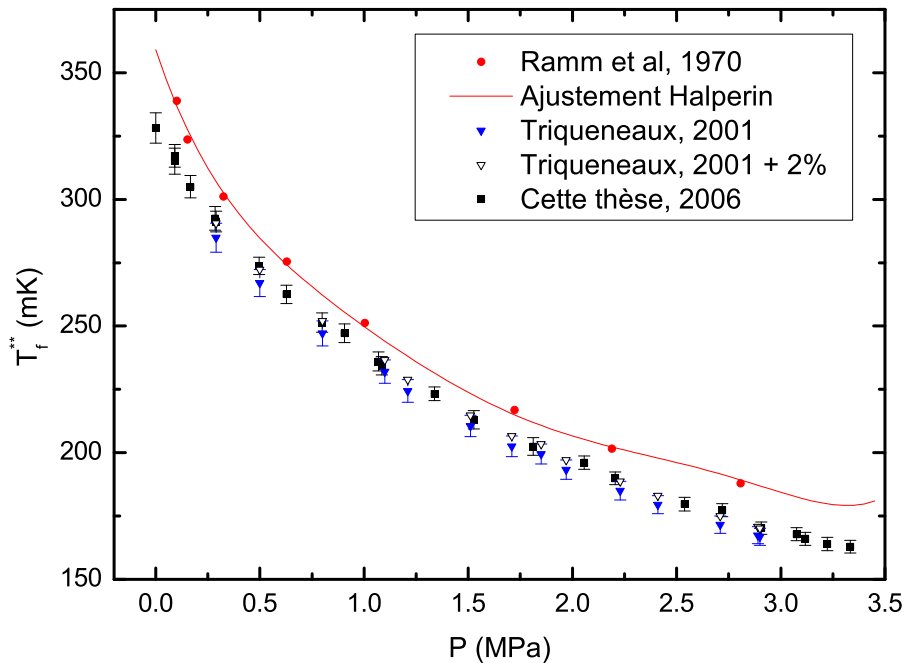


FIG. 6.5 – Comparaison des T_f^{**} mesurés par S. Triqueneaux à nos données. Les deux séries de mesures sont cohérentes avec leurs barres d'erreur respectives. On observe un décalage systématique de 2 %.

D'autre part, supposons une erreur systématique sur la thermométrie de Triqueneaux à "haute température", ce qui modifie la valeur de la constante de Curie. Ceci changerait de même toutes les températures de Fermi effectives T_f^{**} . Le problème, pour vérifier cette hypothèse est que la résistance, Speer 100 Ω appelée R20, utilisée pour le transfert de son échelle de température a été malheureusement endommagée, les fils de connexion électrique cassés près de la résistance. Pour la réparation, elle a dû être chauffée ce qui a probablement changé ses propriétés. Cependant l'allure de l'écart en température entre l'étalonnage avant répara-

tion et après n'est pas simplement un décalage en résistance comme on peut le constater en général quand les résistances sont surchauffées, ici les deux étalonnages se croisent. Pour une même valeur de résistance dans la gamme 1 K-2 K, la température mesurée par S. Triqueneaux est plus froide que celle que l'on mesure, l'écart en moyenne est de l'ordre de 2.5 %. Supposons que l'écart sur l'étalonnage n'est pas dû à la réparation de la résistance mais à un écart entre les deux échelles de températures "haute température", une correction de la température de S. Triqueneaux² augmenterait la valeur de la constante de Curie, diminuerait la susceptibilité extrapolée à température nulle et donc augmenterait les températures de Fermi effectives de 2.5 %. Cette correction, qui reste cependant basée sur une série hypothèses, irait dans le bon sens pour unifier les deux séries de mesure.

6.1.3 Autres données extraites de la littérature

De l'article de P.J. Nacher [30], sur les mélanges $^3\text{He}/^4\text{He}$, on peut extraire la température de Fermi effective dans la limite ^3He pur à la pression de vapeur de l' ^3He . Pour déterminer T_f^{**} de l'ajustement que Nacher a réalisé sur ses mesures, on ajuste au mieux l'approximant de Padé (équation dans la partie 5.2.3) reproduisant nos mesures, aux données de Nacher (graphique 6.6). La température de Fermi effective ainsi déterminée est de l'ordre de 330 mK (avec un ajustement de type Dyugaev, on détermine 334 mK), l'erreur due à la méthode de détermination de T_f^{**} est non négligeable, d'environ 3 %. Cette valeur est à comparer à celle de 329 mK obtenue dans cette thèse, et 359 mK obtenue par Ramm.

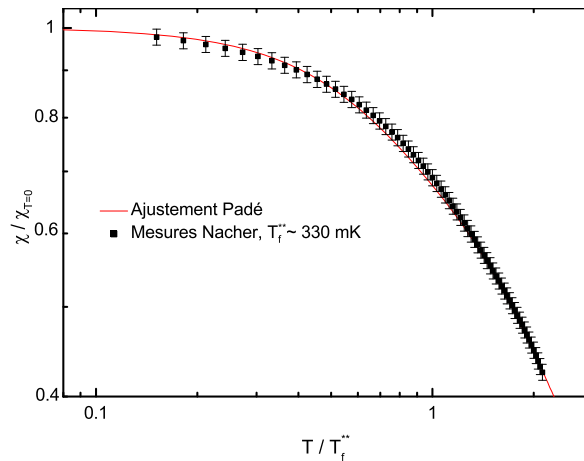


FIG. 6.6 – Détermination de T_f^{**} issue des mesures de P.J. Nacher [30] sur les mélanges $^3\text{He}/^4\text{He}$ à la pression de vapeur de l' ^3He , dans la limite ^3He pur.

Les mesures de Mikhalchuk et al. [33], réalisées par deux techniques différentes (SQUID-dc et RMN pulsée) révèlent un écart de 5.9 % aux mesures de Ramm à la pression de vapeur de l' ^3He . Cet écart, qui va dans le même sens que nous, est inférieur à ce que l'on trouve.

²C'est la thermométrie de S. Triqueneaux que l'on corrige car nos mesures de susceptibilité de l' ^3He liquide sont normalisée à la susceptibilité du solide ^3He ce qui valide a priori notre thermométrie (partie 3.2).

Dans les barres d'erreur, les mesures sont consistantes et, malgré tout, remettent aussi en cause les mesures de Ramm.

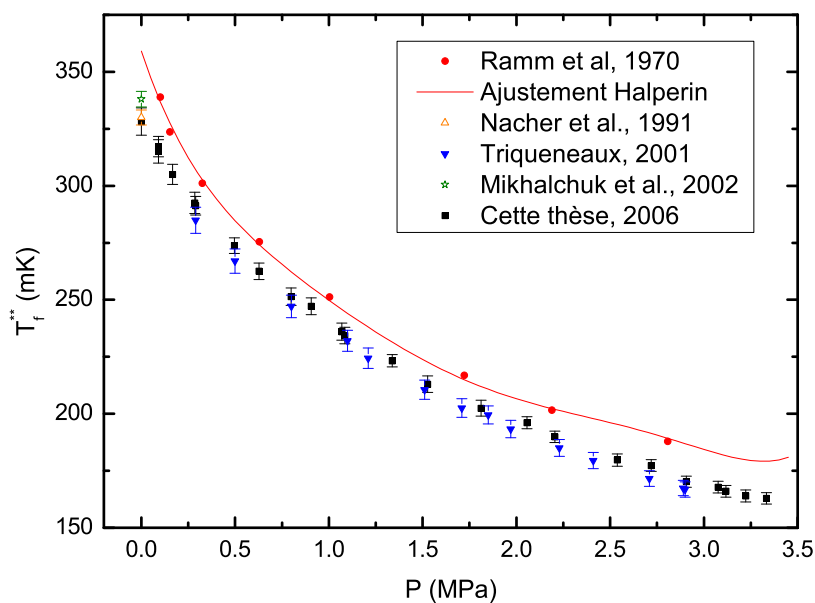


FIG. 6.7 – Confrontation des différentes températures de Fermi effectives mesurées appuyant la remise en cause des mesures de référence de Ramm.

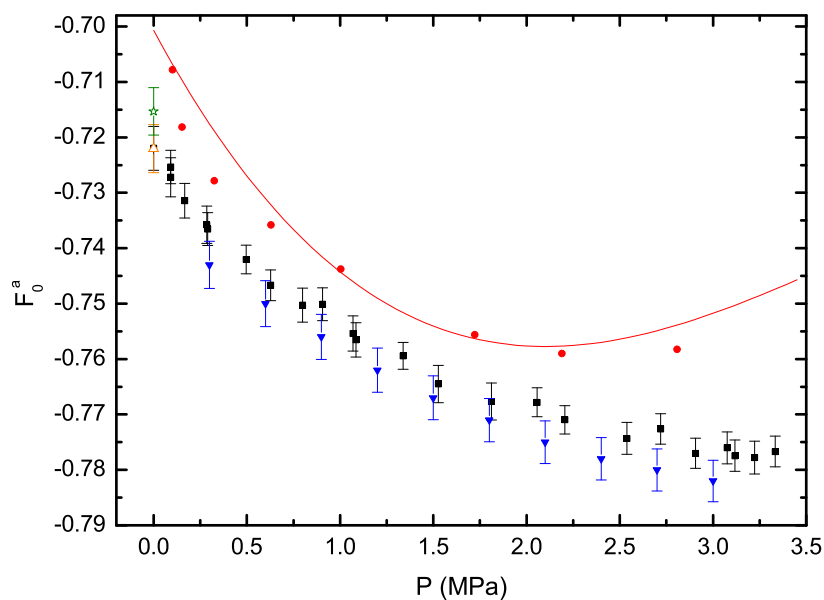


FIG. 6.8 – Calcul du paramètre F_0^a pour les différents auteurs, la masse effective est issue de l'échelle de température de Greywall, la légende est identique à celle du graphique 6.7.

Hormis les mesures de Hensley [31], qui sont relativement incomplètes et normalisées aux données de Thompson et Ramm, les mesures de la littérature depuis 1970 présentées

ci-dessus vont dans le sens d'un paramètre de Landau F_0^a plus petit que ce qu'avait mesuré Ramm. Bien entendu, l'écart sur F_0^a est relativement petit (moins de 3 %) sur toute la gamme de pression. Par contre, l'allure de ce paramètre avec les interactions diffère et ne montre pas de saturation évidente, à la différence des mesures de Ramm qui semblent saturer dès 1.5 MPa. En ce sens l'extension de la plage de mesure grâce à l'installation d'une jauge de pression à froid démontre tout son intérêt.

6.2 Implications qualitatives sur les paramètres de Landau

Pour clarifier la discussion, je présente les équations reliant les premiers paramètres de Landau aux coefficients expérimentaux :

$$F_1^s = 3 \left(\frac{m^*}{m} - 1 \right), F_0^a = \frac{m^*}{m} \frac{T_f^{**}}{T_f} - 1, F_0^s = \frac{3c^2 m^2}{p_0^2} \frac{m^*}{m} - 1 \quad (6.1)$$

avec c la vitesse du son mesurée dans l' ^3He liquide.

Suite au changement de l'échelle de température entre celle de Greywall lors de ses mesures de chaleur spécifique [1] et celle qui fait actuellement référence, bien que provisoire, entre 0.9 mK et 1 K depuis 2000, PLTS-2000 [23], les valeurs de la masse effective extraite des mesures de Greywall sont augmentées de 4.5 %. Le premier paramètre impliqué F_1^s est donc modifié par l'échelle de température.

Au cours de cette thèse, on a extrait, des mesures de la susceptibilité de l' ^3He liquide, les valeurs des températures de Fermi effectives en fonction des interactions. Les valeurs de T_f^{**} sont inférieures à celles déterminées par Ramm. Ceci, couplé au changement d'échelle de température, change donc le paramètre de Landau F_0^a .

Le paramètre F_0^s fait intervenir la mesure de la vitesse du son et la masse effective. Ainsi, l'échelle de température modifie aussi ce paramètre.

Par des implications plus ou moins complexes, au final, les autres paramètres de Landau seront aussi changés. Un travail d'envergure et soigneux est nécessaire pour reprendre les différentes expériences, sur l' ^3He liquide normal et superfluide, et dans l'hypothèse d'une échelle de température précise sous 20 mK, rendre consistante la détermination des principaux paramètres de Landau, utiles pour la description phénoménologique de ce fluide quantique modèle.

CONCLUSION

Cette thèse présente de nouvelles mesures de la susceptibilité magnétique nucléaire de l' ^3He liquide de 10 mK à 2 K pour des pressions comprises entre 0 MPa et 3.35 MPa, étendant ainsi la gamme des mesures disponibles.

D'importants efforts ont été réalisés pour installer dans le cryostat une thermométrie de précision sur toute la gamme de mesure. Avant de commencer les mesures de résonance magnétique nucléaire sur l' ^3He , on a fabriqué un thermomètre à courbe de fusion de grande sensibilité réalisant l'échelle actuelle provisoire de température PLTS-2000 des plus basses températures à 800 mK. Ce thermomètre nous a permis de confronter avec succès notre échelle de température à celle des instituts métrologiques européens au cours d'un projet d'évaluation du thermomètre prototype à points fixes supraconducteurs SRD1000. Pour les températures supérieures à 800 mK, l'utilisation du thermomètre primaire à blocage de Coulomb garantit la mesure primaire de la température à mieux que 1 % jusqu'à 2 K.

Couplé à ce travail thermométrique de précision, pour mesurer la susceptibilité magnétique nucléaire on a utilisé une méthode de résonance magnétique nucléaire continue. Une vérification soigneuse du spectromètre a montré que les paramètres pouvant influencer la mesure sont stables (facteur de qualité, utilisation de l'atténuateur étalon). De même, des mesures complémentaires ont été réalisées pour déterminer la tension d'excitation radiofréquence optimale et ainsi éviter toute saturation ; la largeur de balayage en champ magnétique autour de la raie de résonance est réajustée à toute température et pression. De plus, la réalisation de mesures de susceptibilité de l' ^3He solide reproduit le protocole expérimental utilisé par Ramm et al. [2] et valide de même notre thermométrie.

La gamme de mesure en pression est étendue par rapport aux mesures de Ramm par l'installation d'une jauge de pression à froid, jauge capacitive placée au plus près de la cellule de mesure. Ainsi des mesures ont été possibles au dessus de la pression du minimum de la courbe de fusion, soit 2.93113 MPa, pour des températures jusqu'à 10 mK.

Les résultats de ces mesures remettent en cause les mesures de référence de Ramm :

- A basse température, la susceptibilité que l'on mesure est systématiquement plus grande, d'environ 5 % (et plus aux pressions extrêmes) ce qui diminue le paramètre de Landau de 2 %,
- L'allure du paramètre de Landau F_0^a est qualitativement différente, ce paramètre ne sature pas avec l'augmentation des interactions,
- La dépendance de la susceptibilité avec la température est également différente, la déviation quadratique à basse température que l'on détermine est plus grande d'environ 30 %.

Grâce à ces mesures de susceptibilité magnétique nucléaire de l' ^3He , on a extrait le pa-

paramètre de Landau F_0^a en utilisant la masse effective m^* déterminée par Greywall [1]. Les mesures de chaleur spécifique, qui ont permis de déterminer m^* , sont sensibles au choix de l'échelle de température en dessous de 20 mK. L'échelle de température adoptée entre 0.9 mK et 1 K, PLTS-2000, est à l'heure actuelle seulement provisoire mais diffère de l'échelle utilisée par Greywall en 1986. Actualiser la valeur de la masse effective avec l'échelle de température PLTS-2000 augmente de 4.5 % sa valeur. On se rend donc bien compte de l'influence de la thermométrie sur la valeur du paramètre de Landau F_1^s et donc par conséquent sur le paramètre F_0^a . Pour connaître avec précision les différents paramètres de Landau, la première condition est de déterminer une échelle de température universelle à très basse température. Sur la base d'une échelle de température, comme première perspective, il est important de recalculer tous les paramètres de Landau en vérifiant la cohérence entre les différentes mesures existantes pour l' ^3He liquide et superfluide.

Le manque évident de théorie microscopique décrivant l' ^3He , pourtant système modèle de fermions en interaction, montre la complexité de ce système. Les mesures permettent cependant d'évaluer les différentes théories microscopiques approchées ainsi que leur développement à température finie. Un début simplifié de ce travail est présenté dans ce manuscrit et doit être complété. D'après les mesures, les deux théories des fermions "presque localisés" ou "presque ferromagnétiques" ressemblent finalement plus à deux descriptions limites entourant la réalité.

Ce travail est donc une base expérimentale pour déterminer l'effet des interactions sur la susceptibilité magnétique nucléaire, et de manière plus générale, met en avant le manque d'une théorie microscopique pour décrire l' ^3He liquide comme fluide quantique en interaction. D'un point de vue phénoménologique, le jeu de paramètres de Landau ne pourra être déterminé que sur la base d'une échelle de température à cause de la dépendance de la masse effective avec la température. Le renforcement magnétique déterminé dans cette thèse, indépendant de l'échelle de température, reste l'un des paramètres incontournables pour la vérification des futurs calculs microscopiques. En collaboration avec J. Navarro, un début prometteur concernant la détermination de la fonctionnelle de la densité est en cours.

ANNEXE A : ECHELLES DE TEMPÉRATURE

Echelle de température PLTS-2000

L'échelle de température PLTS-2000 s'appuie sur la courbe de fusion de l' ^3He , décrite par un polynôme à 13 coefficients. L'échelle de température ainsi que les valeurs des coefficients a_i sont présentés dans l'article de R.L. Rusby et al. [23]. Cette équation est valable entre 0.9 mK et 1K et permet de déterminer la température mesurée avec le thermomètre à courbe de fusion d' ^3He :

$$P(\text{MPa}) = \sum_{i=-3}^9 a_i \cdot T^i \quad \text{avec } T \text{ en Kelvin} \quad (7.1)$$

$$a_{-3} = -1.3855442 \cdot 10^{-12}$$

$$a_{-2} = 4.5557026 \cdot 10^{-9}$$

$$a_{-1} = -6.4430869 \cdot 10^{-6}$$

$$a_0 = 3.4467434 \cdot 10^0$$

$$a_1 = -4.4176438 \cdot 10^0$$

$$a_2 = 1.5417437 \cdot 10^1$$

$$a_3 = -3.5789853 \cdot 10^1$$

$$a_4 = 7.1499125 \cdot 10^1$$

$$a_5 = -1.0414379 \cdot 10^2$$

$$a_6 = 1.0518538 \cdot 10^2$$

$$a_7 = -6.9443767 \cdot 10^1$$

$$a_8 = 2.6833087 \cdot 10^1$$

$$a_9 = -4.5875709 \cdot 10^0$$

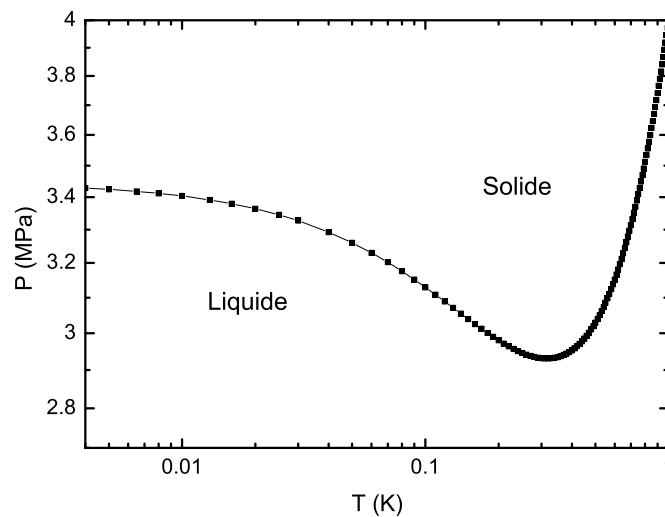


FIG. 7.1 – Courbe de fusion de l' ^3He représentée avec l'équation PLTS-2000.

Echelle de température de Greywall, 1986

Dans cette thèse, on est amené à comparer l'échelle Greywall [1] et l'échelle PLTS-2000, il est donc intéressant de présenter l'équation qu'il utilise pour décrire la courbe de fusion de l' ^3He entre 0.9 mK et 250 mK :

$$P - P_A(\text{bar}) = \sum_{i=-3}^5 a_i \cdot T^i \quad \text{avec } T \text{ en mK} \quad (7.2)$$

La pression est relative à P_A , pression du point fixe de la transition entre la phase liquide normale et superfluide-A.

Les coefficients a_i sont :

$$\begin{aligned} a_{-3} &= -0.19652970 \cdot 10^{-1} & a_2 &= 0.13752791 \cdot 10^{-3} \\ a_{-2} &= 0.61880268 \cdot 10^{-1} & a_3 &= -0.17180436 \cdot 10^{-6} \\ a_{-1} &= -0.78803055 \cdot 10^{-1} & a_4 &= -0.22093906 \cdot 10^{-9} \\ a_0 &= 0.13050600 & a_5 &= 0.85450245 \cdot 10^{-12} \\ a_1 &= -0.43519381 \cdot 10^{-1} & & \end{aligned}$$

Ecart entre PLTS-2000, Greywall et d'autres échelles de température

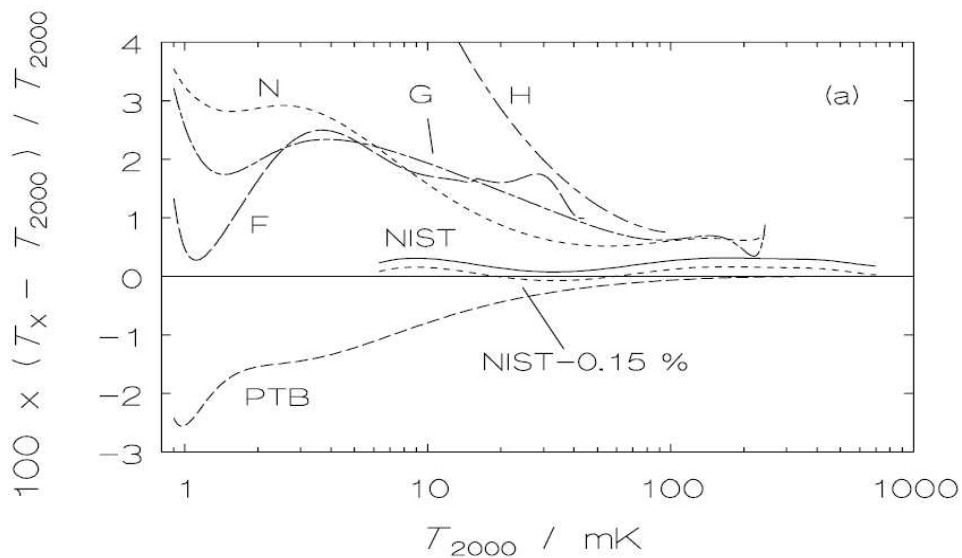


FIG. 7.2 – Différence relative entre l'échelle PLTS-2000 et les échelles de température antérieures des laboratoires. Pour reconnaître les échelles sur le graphique G : Greywall, H : Halperin, F : Fukuyama, N : UF-95 et les échelles du NIST-98 et PTB-96 [23].

ANNEXE B : CONSTANTES PHYSIQUES

Notation	Nom	Valeur
k_B	Constante de Boltzman	$1,38066.10^{-23} \text{ J.K}^{-1}$
e	Charge de l'électron	$1,602189.10^{-19} \text{ C}$
g	Accélération normale de la pesanteur	9.80665 m.s^2
h	Constante de Planck	$6,6260693.10^{-34} \text{ Kg.m}^2.\text{s}^{-1}$
\hbar	Constante de Dirac	$1,05457168.10^{-34} \text{ Kg.m}^2.\text{s}^{-1}$
μ_N	Magnéton nucléaire	$5,05078343.10^{-27} \text{ A.m}^2$
N_a	Constante d'Avogadro	$6.02214.10^{23} \text{ mol}^{-1}$
m_{3He}	Masse atomique de l' ^3He	$3.01603 \text{ g.mol}^{-1}$
$\gamma/2\pi$	Facteur gyromagnétique de l' ^3He $g_N\mu_N/h$	$32.433 \text{ MHz.T}^{-1}$

TAB. 8.1 – Quelques valeurs physiques utilisées dans cette thèse.

ANNEXE C : AJUSTEMENT DE THERMOMÈTRES RÉSISTIFS

Thermomètres résistifs de carbone

Les étalonnages de R50 et R53 sont très importants dans cette thèse, le graphique pour R53 est présenté partie 2.2.4 et ci-dessous l'ajustement utilisé pour R50. Ces ajustements n'ont pas de sens physique, mais ils relient avec fiabilité la résistance à la température.

L'équation choisie pour l'ajustement utilisé entre la résistance (en Ω) et la température (en mK) est un polynôme du type :

$$T = a + bR^{0.4} + cR^{0.8} + dR^{-1} + fR^{-2} + gR^{-3} + hR^{-4} + kR^{-5} \quad (9.1)$$

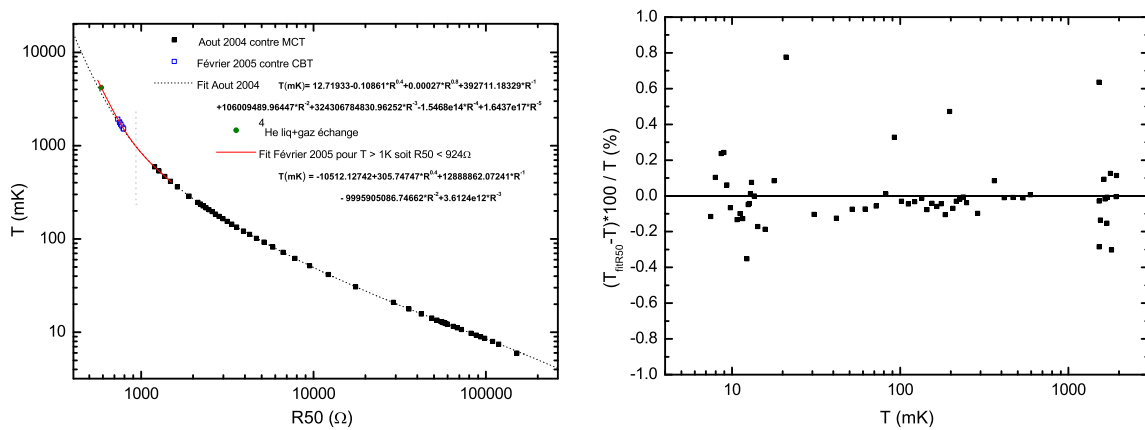


FIG. 9.1 – Etalonnage et ajustement de R50 carbone Speer 100 Ω entre 6 mK et 2 K, ainsi que l'écart à l'ajustement.

Thermomètre résistif de germanium

L'équation choisie pour l'ajustement utilisé entre la résistance (en Ω) et la température (en mK) est un polynôme du type :

$$T = a + bR^{0.5} + cR^1 + dR^2 + fR^{-0.25} + gR^{-0.5} + hR^{-0.75} + kR^{-1} + lR^{-1.25} + mR^{-1.5} \quad (9.2)$$

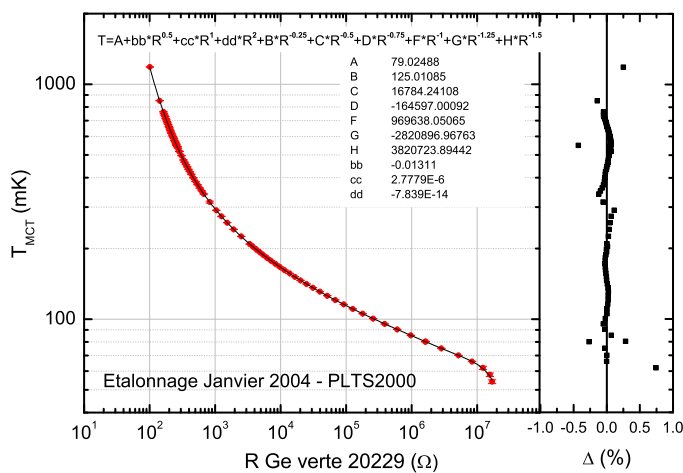


FIG. 9.2 – Etalonnage et ajustement d'un thermomètre résistif germanium, appelé Ge Verte 20229.

ANNEXE D : TABLEAUX DE RÉSULTATS

Températures de Fermi effectives mesurées

Un premier tableau de résultats donne toutes les températures de Fermi effectives T_f^{**} , avec son erreur dT_f^{**} , pour les différentes pressions mesurées au cours de cette thèse.

P (MPa)	V_m (cm ³ .mol ⁻¹)	T_f^{**} (mK)	dT_f^{**} (mK)
0.0003	36.84	328.17	5.97
0.0919	35.82	315.08	5.16
0.0920	35.82	317.21	4.48
0.1662	35.10	304.99	4.41
0.2842	34.11	292.50	4.66
0.2898	34.06	291.31	4.10
0.4962	32.68	273.82	3.42
0.6275	31.96	262.50	3.57
0.7990	31.16	251.32	3.81
0.9060	30.72	247.18	3.66
1.069	30.13	236.01	3.75
1.085	30.08	234.31	3.62
1.338	29.31	223.27	2.74
1.527	28.80	212.96	3.64
1.811	28.15	202.43	3.48
2.056	27.65	196.11	2.66
2.205	27.37	189.90	2.52
2.539	26.80	179.73	2.71
2.719	26.52	177.32	2.59
2.906	26.25	170.24	2.46
3.076	26.01	167.82	2.60
3.117	25.96	166.02	2.53
3.223	25.82	163.94	2.62
3.334	25.68	162.90	2.44

TAB. 10.1 – Températures de Fermi effectives mesurées au cours de cette thèse, le volume molaire est déterminé à la pression P pour $T=0$ K.

L'ajustement de la température de Fermi effective mesurée en fonction de la pression est

présenté chapitre 4, on rappelle ci-dessous le polynôme ainsi que les coefficients :

$$T_f^{**}(\text{mK}) = \sum_{i=0}^6 a_i P^i, P(\text{bar}) \quad (10.1)$$

Les coefficients ainsi déterminés sont :

$$a_0 = 328.89927$$

$$a_1 = -15.95458$$

$$a_2 = 1.35615$$

$$a_3 = -0.10114$$

$$a_4 = 0.00458$$

$$a_5 = -0.0001071$$

$$a_6 = 9.8948\text{E-}7$$

Nos résultats de F_0^a avec l'échelle de température de Greywall

Des températures de Fermi effectives de cette thèse, après ajustement en fonction de la pression (voir texte partie 4.1.3), on peut calculer le paramètre de Landau F_0^a en utilisant les masses effectives mesurées par Greywall [1] avec l'échelle de température de Greywall et ajustées par W.P. Halperin [22] (on trouvera aussi les coefficients sur son calculateur).

P (MPa)	V_m ($\text{cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$)	T_f (K)	T_f^{**} (mK)	m^*/m	F_0^a
0	36.85	3.30	328.9	2.8	-0.7214
0.25	34.38	3.46	296.1	3.1	-0.7348
0.5	32.66	3.58	272.9	3.38	-0.7425
0.75	31.38	3.68	255.0	3.63	-0.7484
1	30.37	3.76	239.9	3.86	-0.7537
1.25	29.56	3.83	226.7	4.07	-0.7589
1.5	28.87	3.89	215.2	4.28	-0.7632
1.75	28.28	3.94	205.2	4.49	-0.7664
2	27.76	3.99	196.6	4.69	-0.7690
2.25	27.29	4.04	189.0	4.9	-0.7706
2.5	26.87	4.08	182	5.10	-0.7725
2.75	26.48	4.12	175.2	5.3	-0.7746
3	26.12	4.16	168.6	5.50	-0.7770
3.3	25.72	4.20	162.6	5.74	-0.7778

TAB. 10.2 – Calcul du paramètre de Landau F_0^a pour quelques pressions, avec l'échelle de température de Greywall.

Pour une utilisation plus aisée, on a réalisé un ajustement du paramètre de Landau F_0^a avec la pression, avec l'échelle de température Greywall.

L'ajustement est du type :

$$F_0^a = \sum_{i=0}^4 a_i P^i, P(\text{bar}) \quad (10.2)$$

Les coefficients sont :

$$\begin{aligned} a_0 &= -0.7226 \\ a_1 &= -0.00503 \\ a_2 &= 0.00025 \\ a_3 &= -7.4379e-6 \\ a_4 &= 8.9394e-8 \end{aligned}$$

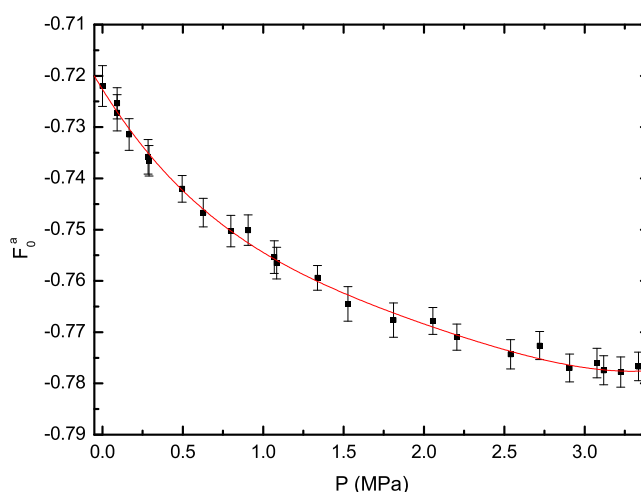


FIG. 10.1 – Ajustement du paramètre de Landau F_0^a avec la pression.

Nos résultats pour F_0^a avec l'échelle de température PLTS-2000

De même que précédemment, on peut calculer le paramètre de Landau F_0^a à partir de nos mesures en utilisant les masses effectives issues des mesures de chaleur spécifique de Greywall [1] mais ré-analysées avec l'échelle de température PLTS-2000. Avec cette échelle de température, les masses effectives sont 4.5 % plus grandes.

P (MPa)	V_m (cm ³ .mol ⁻¹)	T_f (K)	T_f^{**} (mK)	m^*/m	F_0^a
0	36.85	3.30	328.9	2.93	-0.7088
0.25	34.38	3.46	296.1	3.24	-0.7229
0.5	32.66	3.58	272.9	3.53	-0.7309
0.75	31.38	3.68	255.0	3.79	-0.7371
1	30.37	3.76	239.9	4.03	-0.7426
1.25	29.56	3.83	226.7	4.25	-0.7481
1.5	28.87	3.89	215.2	4.47	-0.7525
1.75	28.28	3.94	205.2	4.69	-0.7559
2	27.76	3.99	196.6	4.90	-0.7586
2.25	27.29	4.04	189.0	5.12	-0.7603
2.5	26.87	4.08	182	5.33	-0.7622
2.75	26.48	4.12	175.2	5.54	-0.7644
3	26.12	4.16	168.6	5.75	-0.7669
3.3	25.72	4.20	162.6	6.00	-0.7678

TAB. 10.3 – Calcul du paramètre de Landau F_0^a pour quelques pressions, avec l'échelle de température PLTS-2000.

Pour une utilisation plus aisée, on a réalisé un ajustement du paramètre de Landau F_0^a avec la pression, avec l'échelle de température PLTS-2000.

L'ajustement est du type :

$$F_0^a = \sum_{i=0}^4 a_i P^i, P(\text{bar}) \quad (10.3)$$

Les coefficients sont :

$$\begin{aligned} a_0 &= -0.71012 \\ a_1 &= -0.00526 \\ a_2 &= 0.000262 \\ a_3 &= -7.7813e-6 \\ a_4 &= 9.2785e-8 \end{aligned}$$

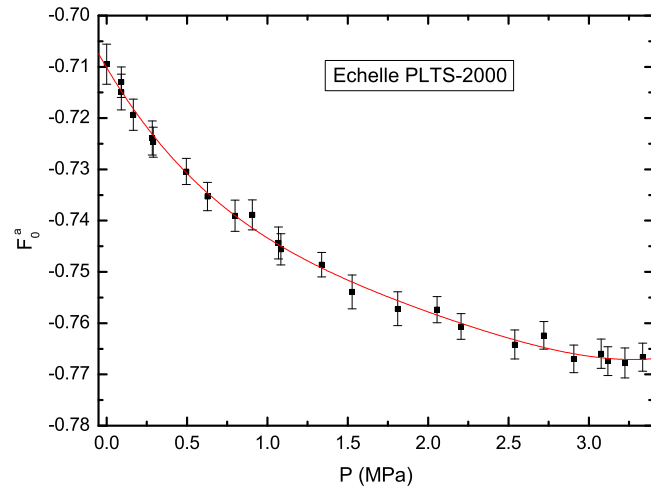


FIG. 10.2 – Ajustement du paramètre de Landau F_0^a avec la pression.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] D. GREYWALL, « ^3He specific heat and thermometry at millikelvin temperatures », *Phys. Rev. B*, vol. 33, p. 7520, 1986.
- [2] H. RAMM *et al.*, « Nuclear Susceptibility of Liquid $^3\text{He-II}$ », *J. Low Temp. Phys.*, vol. 2, p. 539, 1970.
- [3] J. WILKS, *The properties of liquid and solid Helium*. Clarendon Press Oxford, 1967.
- [4] D. PINES et P. NOZIÈRES, *The Theory of Quantum Liquids*. W.A. Benjamin, Inc., Advanced Book Classics, 1966.
- [5] D. VOLLHARDT et P. WÖLFLE, *The Superfluid Phases of Helium 3*. Taylor & Francis, 1990.
- [6] L. LANDAU *Sov. Phys. JETP*, vol. 3, p. 920, 1956.
- [7] E. DOBBS, *Helium Three*. Oxford University Press, 2000.
- [8] O. BUU, L. PUECH et P. WOLF, *Progress in Low Temperature Physics, volume XV, Chapitre 3*. Elsevier, 2005.
- [9] M. BEAL-MONOD, « A Simple Theoretical Analysis of the Low-Energy Spin Fluctuation Peak Observed by Neutrons in Liquid ^3He », *J. Low Temp. Phys.*, vol. 37, p. 123, 1979.
- [10] M. BEAL-MONOD, « Errata », *J. Low Temp. Phys.*, vol. 39, p. 231, 1980.
- [11] D. VOLLHARDT, « Normal ^3He : an almost localized Fermi liquid », *Rev. Mod. Phys.*, vol. 56, p. 99, 1984.
- [12] D. VOLLHARDT *et al.*, « Gutswiller-Hubbard lattice-gas model with variable density : Application to normal liquid ^3He », *Phys. Rev. B*, vol. 35, p. 6703, 1987.
- [13] K. SEILER *et al.*, « Crossover from Fermi Liquid to Classical Behavior of Normal ^3He in the Model of Almost Localized Fermions », *J. Low Temp. Phys.*, vol. 64, p. 195, 1986.
- [14] P. NOZIÈRES, « Lecture Notes of the Collège de France », *Unpublished*, 1986.
- [15] E. KROTSCHECK et J. NAVARRO, *Microscopic Approaches to Quantum Liquids in Confined Geometries*. World Scientific, Singapore, 2002.
- [16] M. BARRANCO *et al.*, « Response of liquid ^3He at finite temperatures », *Phys. Rev. B*, vol. 54, p. 7394, 1996.
- [17] E. KROTSCHECK *et al.*, « Two-particle-two-hole excitations in ^3He », *Int. J. Mod. Phys. B*, vol. 20, p. 2657, 2006.
- [18] M. HOLZMANN *et al.*, « Many-body wavefunctions for normal liquid ^3He », *cond-mat*, vol. 1, p. 0605513, 2006.
- [19] J. CASULLERAS et J. BORONAT, « Progress in Monte Carlo Calculations of Fermi Systems : Normal Liquid ^3He », *Phys. Rev. Lett.*, vol. 84, p. 3121, 2000.

- [20] D. GREYWALL, « Specific heat of normal liquid ^3He », *Phys. Rev. B*, vol. 27, p. 2747, 1983.
- [21] J. WHEATLEY, « Experimental properties of superfluid ^3He », *Rev. Mod. Phys.*, vol. 5, p. 335, 1971.
- [22] W. HALPERIN et E. VAROQUAUX, *Helium Three*. W.P. Halperin, and L.P. Pitaevskii, Elsevier, 1990.
- [23] R. RUSBY *et al.*, « The Provisional Low Temperature Scale from 0.9 mK to 1 K, PLTS-2000 », *J. Low Temp. Phys.*, vol. 126, p. 633, 2002.
- [24] J. THOMPSON *et al.*, « Nuclear Susceptibility of Liquid $^3\text{He-I}$ », *J. Low Temp. Phys.*, vol. 2, p. 521, 1970.
- [25] W. ABEL *et al.*, « Low-Temperature Heat Capacity of Liquid He^3 », *Phys. Rev.*, vol. 147, p. 111, 1966.
- [26] W. FAIRBANK *et al.*, « Fermi-Dirac Degeneracy in Liquid ^3He below 1 K », *Phys. Rev.*, vol. 95, p. 566, 1954.
- [27] A. ANDERSON *et al.*, « Magnetic Properties of He^3 at Low Temperatures », *Phys. Rev.*, vol. 127, p. 671, 1962.
- [28] A. THOMSON *et al.*, « Nuclear Susceptibility of Liquid Helium-3 under Pressure », *Phys. Rev.*, vol. 128, p. 509, 1962.
- [29] B. BEAL et J. HATTON, « Nuclear Magnetic Resonance in Liquid ^3He », *Phys. Rev.*, vol. 139, p. A1751, 1965.
- [30] P.-J. NACHER *et al.*, « Nuclear Susceptibility of Liquid ^3He - ^4He Solutions along the Demixing Line », *J. Low Temp. Phys.*, vol. 84, p. 159, 1991.
- [31] H. HENSLEY *et al.*, « Accurate Determination of the Landau Parameter F_0^a for ^3He », *J. Low Temp. Phys.*, vol. 89, p. 501, 1992.
- [32] A. MIKHALCHUCK *et al.*, « Thermodynamic Magnetization of Liquid ^3He », *J. Low Temp. Phys.*, vol. 121, p. 309, 2000.
- [33] A. MIKHALCHUCK *et al.*, « Magnetic Susceptibility of Liquid ^3He », *J. Low Temp. Phys.*, vol. 126, p. 187, 2002.
- [34] A.-S. CHEN, *Propriétés magnétiques nucléaires de l' ^3He superfluide à ultra-basse température*. Thèse doctorat, Thèse de l'Université Joseph Fourier, Grenoble préparée au CRTBT, 1999.
- [35] S. TRIQUENEAUX, *Nouvelles mesures de la susceptibilité nucléaire de l' ^3He liquide à très basse température*. Thèse doctorat, Thèse de l'Université Paul Sabatier, Toulouse préparée au CRTBT, 2001.
- [36] Y. BUNKOV *et al.*, « A new NMR mode in the Landau field in superfluid $^3\text{He-B}$ », *J. Low Temp. Phys.*, vol. 89, p. 27, 1992.
- [37] F. POBELL, *Matter and methods at low temperatures*. Springer-Verlag, 1992.
- [38] O. LOUNASMAA, *Experimental principles and methods below 1 K*. New York, Academic Press, 1974.
- [39] G. STRATY et E. ADAMS, « Highly sensitive capacitive pressure gauge », *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 40, p. 1393, 1969.

- [40] D. GREYWALL et P. BUSCH, « ^3He -Melting Curve Thermometry », *J. Low Temp. Phys.*, vol. 46, p. 451, 1982.
- [41] T. SCHAAD, « DNMI intercomparison report for barometers », <http://www.paroscientific.com/dnmi.htm>, 1998.
- [42] J. ENGERT *et al.*, « Uncertainty budget for the realisation and dissemination of the provisional low temperature scale PLTS-2000 at PTB », *2nd International Seminar on Low Temperature Thermometry*, Wroclaw, 2003.
- [43] A. GANSHIN *et al.*, « The influence of small impurities of ^4He on the melting curve of ^3He », *Low Temp. Phys.*, vol. 27, p. 509, 2001.
- [44] S. SCHÖTTL *et al.*, « Evaluation of SRD1000 Superconductive Reference Devices », *J. Low Temp. Phys.*, vol. 138, p. 941, 2005.
- [45] W. BOSCH *et al.*, « SRD1000 with improved reference points for thermometry below 1 K », *J. Low Temp. Phys.*, vol. 138, p. 935, 2005.
- [46] J. PEKOLA *et al.*, « Thermometry by Arrays of Tunnel Junctions », *Phys. Rev. Lett.*, vol. 73, p. 2903, 1994.
- [47] J. PEKOLA *et al.*, « Coulomb Blockade Thermometry in the Milli-Kelvin Temperature Range in High Magnetic Fields », *J. Low Temp. Phys.*, vol. 128, p. 263, 2002.
- [48] H. HART et J. WHEATLEY, « Self-Diffusion in Liquid He^3 », *Phys. Rev. Lett.*, vol. 4, p. 3, 1960.
- [49] A. ABRAGAM, *Les principes du magnétisme nucléaire*. Presses Universitaires de France, 1961.
- [50] E. GRILLY, « Pressure-Volume-Temperature Relations in Liquid and Solid ^3He », *J. Low Temp. Phys.*, vol. 4, p. 615, 1971.
- [51] B. ABRAHAM et D. OSBORNE, « Experimental Determination of the Expansion Coefficient, Entropy Change on Compression, Compressibility, and First-Sound Velocity for Liquid ^3He from 35 to 1200 mK and from the Saturation Pressure to 24 atm », *J. Low Temp. Phys.*, vol. 5, p. 335, 1971.
- [52] M. KOLLAR et D. VOLLHARDT, « Thermodynamically consistent equilibrium properties of normal-liquid ^3He », *Phys. Rev. B*, vol. 61, p. 15347, 2000.
- [53] W. KIRK *et al.*, « Solid- ^3He Magnetic Susceptibility by High-Precision NMR Measurements », *Phys. Rev. Lett.*, vol. 51, p. 2128, 1983.
- [54] K. MORHARD *et al.*, « Two-dimensional Fermi liquid in the highly correlated regime : The second layer of ^3He adsorbed on graphite », *Phys. Rev. B*, vol. 53, p. 2658, 1996.
- [55] A. DYUGAEV *Sov. Sci. Rev. A Phys.*, vol. 14, p. 1, 1990.