

Stagiaire : Julien Leclerc

Encadrant : Claire Antoine

Développement d'un magnétomètre spécifique pour supraconducteurs nanocomposites

Stage de seconde année de master SEE

effectué au Service des Accélérateurs, de Cryogénie et de Magnétisme
du CEA de Saclay du 29/03/2010 au 10/09/2010.



Sommaire

Avant-propos	3
I/Introduction	4
II/ Présentation du CEA et du laboratoire d'accueil	5
III/ Présentation générale du stage	6
1/ Les supraconducteurs nanocomposites.....	6
2/ Pourquoi des couches minces dans les cavités accélératrices ?.....	7
3/ Principe de la mesure.....	8
IV/ Design et construction du magnétomètre	10
1/ Cahier des charges	10
2/ Solution retenue	10
3/ Calculs pour le dimensionnement du magnétomètre	12
a/ Puissance de pompage	12
b/ Puissance de chauffage	13
c/ Calcul des dimensions des pattes supportant la plaque porte échantillon.....	13
d/ Évaluation de l'inertie thermique.....	15
e/ Apport de chaleur par les fils.....	16
f/ Apport de chaleur par la tige maintenant la boîte sous vide.....	17
g/ Longueur de thermalisation.....	17
h/ Calcul de la bobine.....	17
i/ Puissance totale apportée dans le cryostat	21
j/ Refroidissement de la bobine	21
k/ Appareillage électronique.....	23
4/ Réalisation du magnétomètre	25
a/ Partie mécanique.....	25
b/ Partie électrique	26
c/ Partie cryogénique.....	27
V/ Essais expérimentaux	28
1/ Mise au point de la partie cryogénique	28
2/ Évaluation du courant maximal admissible dans la bobine.....	29
3/ Essais de pompage.....	29
4/ Tests de la régulation de température	29
VI/ Conclusion.....	31
Bibliographie.....	32
Annexes	33
Annexe 1 : Mesures de rapport de résistivité résiduelle (RRR)	33
Annexe 2 : Notice technique de la pompe Edwards	35
Annexe 3 : Évaluation de la vitesse maximale de variation de la température de l'échantillon.....	36
Annexe 4 : Modélisation de la bobine sous FEMM.....	37
Annexe 5 : Schéma électrique du montage.....	38
Annexe 6 : filtre Notch.....	39
Annexe 7 : Dossier de plans du porte échantillon.....	40
Annexe 8 : Schéma de câblage du montage.....	51
Annexe 9 : Certificat de contrôle d'étanchéité du cryostat.....	52
Annexe 10 : Schéma de raccordement du cryostat.....	53
Annexe 11 : Calcul de bobines avec différentes sections de fil	54

Avant-propos

Ce stage a été réalisé dans le cadre de ma seconde année de master SEE (systèmes embarqués et énergie) spécialité énergie électrique. Il a été réalisé au service des Accélérateurs, de Cryogénie et de Magnétisme (SACM), au sein du laboratoire d'études des structures accélératrices et des radiofréquences (LESAR) du CEA de Saclay. Il m'a permis d'avoir une première expérience professionnelle dans le monde de la recherche.

Je tiens à remercier M^{me} Claire Antoine qui m'a encadré durant les 5 mois de mon stage ainsi que toutes les personnes du laboratoire qui m'ont accueilli au sein de leur équipe. Je remercie particulièrement les techniciens et les cryogénistes qui ont donné beaucoup de leur temps pour m'aider dans la mise au point de l'installation.

I/Introduction

Les cavités accélératrices supraconductrices sont généralement réalisées en niobium massif, seul matériau capable de produire de hauts gradients accélérateurs en RF. Cependant, il semble que les performances de celui-ci ont atteint leurs limites.

Une solution pour continuer à améliorer l'efficacité des accélérateurs pourrait être l'utilisation de supraconducteurs en multicouches nanométriques. Ces nouveaux matériaux sont en cours de développement et doivent être caractérisés expérimentalement.

La caractéristique la plus importante pour une utilisation dans les cavités radiofréquences est le premier champ critique. Les magnétomètres classiques ne permettent pas de déterminer avec précision ce paramètre car les mesures sont très influencées par l'orientation et la forme de ces échantillons très minces.

Mon travail a par conséquent consisté à développer un magnétomètre adapté aux supraconducteurs en couches minces où la mesure reste locale afin d'éviter les effets de bord.

Ce sujet m'a permis d'aborder les aspects théoriques et pratiques de beaucoup de domaines, comme par exemple l'électromagnétisme, l'électronique, la thermique ou encore la cryogénie. J'ai tout d'abord du concevoir le magnétomètre, puis le réaliser. Enfin, nous avons procédé à des essais expérimentaux.

Dans le chapitre II nous décrivons le laboratoire d'accueil. Dans le chapitre III nous décrivons le contexte général du stage : les cavités supraconductrices, les supraconducteurs nanocomposites et le principe de la mesure. Le chapitre IV rassemble tous les calculs et les plans qui nous ont permis de dimensionner et construire le magnétomètre. Le chapitre V rend compte des mesures expérimentales, et la conclusion est donnée dans le chapitre VI.

En fin du rapport on trouve la bibliographie et les annexes.

NB. Une partie de mon stage a consisté à effectuer des mesures de RRR (rapport de résistivité résiduelle) afin de me familiariser avec les manipulations cryogéniques et d'enrichir la base de données du service. Une présentation de ces mesures est fournie en annexe 1.

II/ Présentation du CEA et du laboratoire d'accueil

Le CEA (commissariat à l'énergie atomique et aux énergies alternatives) est un organisme de recherche reparti sur 10 centres (Saclay, Marcoule, Cadarache, Grenoble...) qui a été créé en 1945. Les domaines d'activités sont très variés. Les principaux thèmes de recherches sont l'énergie, la défense, les technologies pour l'information, les sciences du vivant, et la recherche fondamentale.

Le CEA, en quelques chiffres c'est : 3,2 milliards d'euros de budget, 1000 doctorants et 3000 publications par an.

Mon laboratoire d'accueil était le LESAR (Laboratoire d'études des structures accélératrices et des radiofréquences). Il est chargé de l'étude des structures accélératrices depuis la conception jusqu'aux tests. Un second axe de recherche concerne l'influence des traitements de surfaces sur les performances des cavités. Ce laboratoire participe à de grands projets, comme par exemple Spiral 2 ou XFEL. Le personnel est composé de 19 ingénieurs et 11 techniciens.

Le LESAR fait partie du SACM (service des accélérateurs, de cryogénie et de magnétisme qui regroupe 4 laboratoires. Ce dernier est lui-même rattaché à l'IRFU (institut de recherche sur les lois fondamentales de l'univers) dont les activités portent principalement sur l'astrophysique, la physique nucléaire, la physique des particules et l'instrumentation associée.

Mon stage a été effectué sur le site de Saclay, qui compte environ 5000 chercheurs. Tous les secteurs de recherches du CEA y sont représentés, à l'exception des applications militaires.

III/ Présentation générale du stage

Mon stage concernait l'étude et la réalisation d'un magnétomètre pour supraconducteurs nanocomposites. Il s'agit de mesurer localement leur premier champ critique en fonction de la température et de comparer ces résultats à des supraconducteurs classiques. Ces mesures ont pour but de vérifier une théorie du professeur GUREVICH (National High Magnetic Laboratory, Florida State University) qui prédit –entre autres- que des couches minces de NbN déposées sur du niobium massif permettrait d'obtenir des premiers champs critiques plus élevés par rapport au niobium seul.

Les échantillons de multicouches ont la forme d'une plaque, qui peut être plus ou moins fine selon le matériau support. Les outils classiques de mesures d'aimantation, comme le magnétomètre à SQUID, ne sont pas satisfaisants. En effet, les effets de bord dus à la forme des échantillons rendent très compliquée l'interprétation des résultats.

Il est donc nécessaire de développer un magnétomètre adapté à ces supraconducteurs. Un tel instrument a déjà été réalisé à l'université de Naples « Federico II », où le champ magnétique reste local sur l'échantillon. Mais ce dernier ne permet pas de descendre assez bas en température ni d'atteindre le champ magnétique requis pour pouvoir visualiser correctement le gain apporté par les couches minces.

Mon travail fut donc de développer un magnétomètre reposant sur le principe de celui qui a été réalisé à Naples mais qui permet des mesures à des températures allant de 1,8 K à 40 K et l'application d'un champ magnétique de 200 mT.

1/ Les supraconducteurs nanocomposites

Les supraconducteurs nanocomposites (ou multicouches), sont constituée d'une plaque de supraconducteur classique (matériau massif, assez épais) sur laquelle a été déposé plusieurs couches supraconductrices minces séparées par des isolants.

Un supraconducteur dont l'épaisseur est inférieure à la longueur de London aurait, théoriquement, un premier champ critique plus élevé qu'un supraconducteur classique [1]. Par exemple, un film de NbN de 20 nm d'épaisseur présenterait en principe un B_{c1} de 4,2T alors qu'il n'est que de 0,02T dans le cas du matériau massif [2].

La superposition des couches minces supraconductrices à la surface du niobium massif permet d'atténuer progressivement le champ magnétique jusqu'à ce que celui-ci atteigne une valeur inférieure à celle du B_{c1} du matériau massif (voir Figure 1). On pourrait donc appliquer un champ RF plus important dans les cavités sans qu'il n'y ait d'apparition de vortex, qui sont sources de dissipations dans le cas d'un champ alternatif.

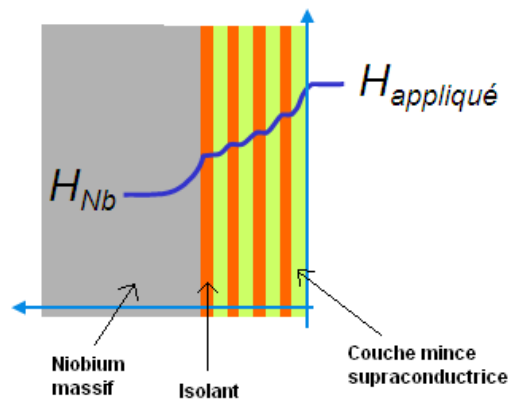


Figure 1: Schéma de principe des supraconducteurs multicouches.

Dans notre cas, les échantillons à tester sont des couches de NbN (Nitrure de Niobium) séparées par un isolant en MgO (oxyde de magnésium) déposées sur un film épais de 250 nm de niobium sur un substrat en saphir, ou directement sur du Niobium massif.

2/ Pourquoi des couches minces dans les cavités accélératrices ?

Les cavités accélératrices sont caractérisées par leur facteur de qualité Q_0 qui est inversement proportionnel aux pertes. Lorsque le champ accélérateur augmente, celui-ci reste dans un premier temps constant puis chute brutalement pour arriver enfin au quench de la cavité (voir Figure 2).

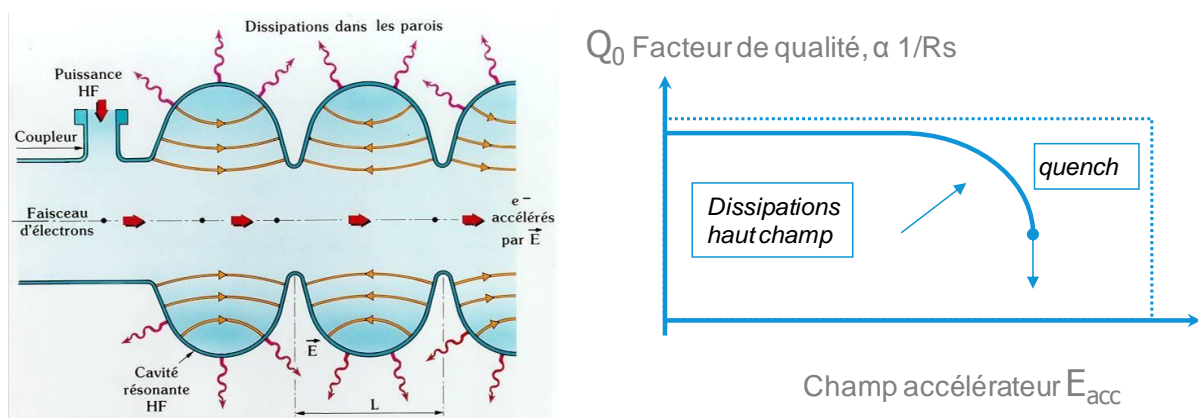


Figure 2 : Facteur de qualité en fonction du champ accélérateur.

La valeur initiale du facteur de qualité augmente lorsque la résistance de surface (R_s) de la cavité diminue. Plus la température critique du supraconducteur est élevée, plus R_s est faible.

La valeur du champ faisant transiter la cavité ne correspond à aucun champ critique du supraconducteur. Il est appelé champ de « superheating ». Il semble cependant que l'apparition des dissipations est liée à la pénétration de vortex dans le matériau et donc à H_{c1} , mais ceci n'a pas encore été clairement confirmé.

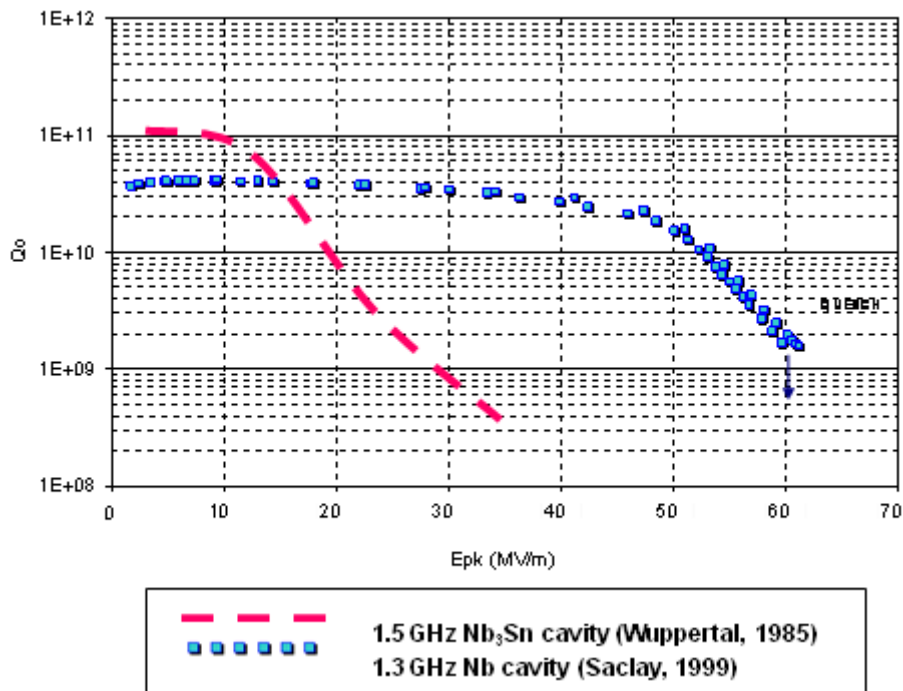


Figure 3 : Comparaison du facteur de qualité en fonction du champ accélérateur entre une cavité en Nb₃Sn et en Nb.

Sur la Figure 3 , nous pouvons voir qu'à faible champ, le facteur de qualité de la cavité en Nb₃Sn est supérieur à celui de la cavité en Nb. En effet, le Nb₃Sn possède une température critique plus élevée que le Nb (18,3 K contre 9,22 K pour le Nb), ce qui a pour conséquence une diminution de la résistance de surface de la cavité.

Cependant, nous constatons que le facteur de qualité de cette cavité commence à décroître bien avant celle en Nb. Ceci pourrait s'expliquer par le fait que le Nb₃Sn possède un Bc1 relativement faible (50 mT) comparé au Nb (170 mT).

L'idée est donc d'obtenir un matériau ayant une résistance de surface faible ainsi qu'un premier champ critique élevé. Le NbN possède une température critique de 16,2K. Déposé en couches minces sur du Niobium, il pourrait à la fois permettre d'obtenir Rs plus faible tout en augmentant le premier champ critique global du matériau.

3/ Principe de la mesure

Le but de la mesure est de déterminer le premier champ critique de supraconducteurs en couches minces en fonction de la température.

Le principe est d'appliquer un champ magnétique sinusoïdal à un échantillon se trouvant à basse température puis d'augmenter progressivement cette dernière. Lorsque le supraconducteur est à l'état Meisner, il a un comportement magnétique linéaire. La tension aux bornes du bobinage créant le champ ne contient donc pas d'harmoniques.

Lorsque le premier champ critique est dépassé, un troisième harmonique apparaît du fait du comportement non linéaire de l'échantillon.

Quand le champ d'irréversibilité est dépassé, la tension redevient purement sinusoïdale.

Les courbes obtenues seront donc de la forme suivante :

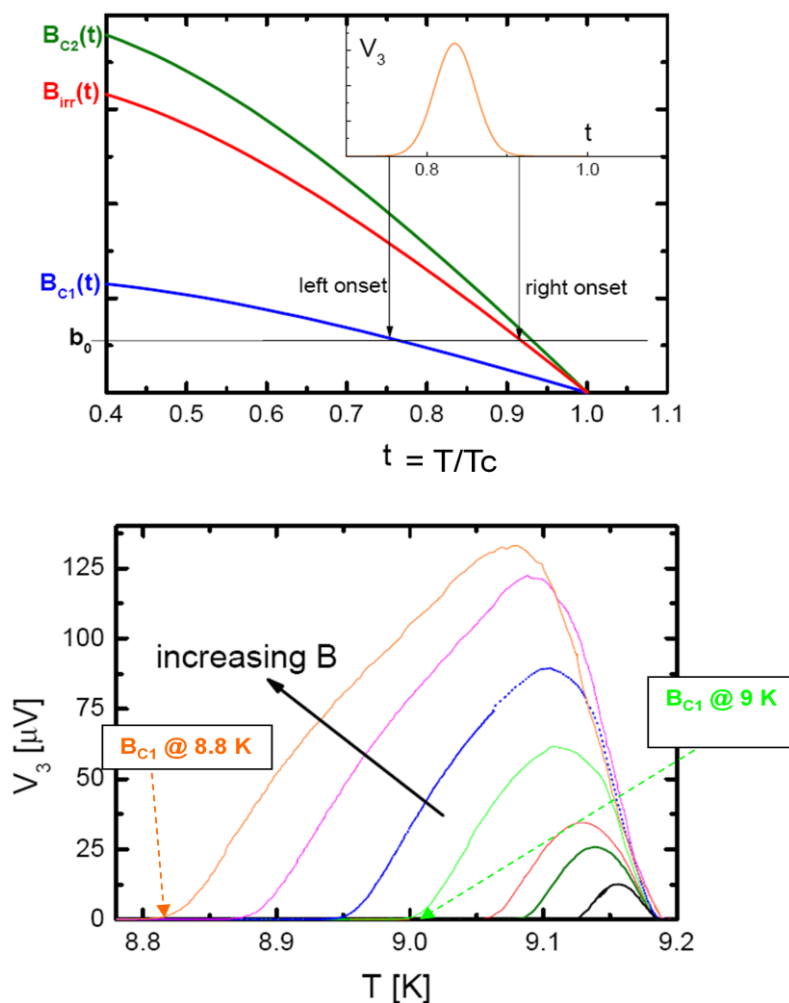


Figure 4 : Allure des courbes qui devraient être obtenues grâce au magnétomètre.

Nous pouvons relever la température à laquelle le troisième harmonique apparait, et déduire que, à cette température, le premier champ critique est égal à la valeur crête du champ appliqué.

IV/ Design et construction du magnétomètre

1/ Cahier des charges

Ce magnétomètre devra permettre de visualiser clairement le gain apporté par les couches minces. Des mesures effectuées à l'université de Naples ont permis d'obtenir des premiers résultats encourageants. Cela-dit, cette expérimentation utilise un refroidissement par vapeurs d'hélium et ne permet pas de mesurer le comportement de ces matériaux à très basse température, là où le premier champ critique est le plus élevé. Les contraintes les plus sévères se situent donc au niveau de la température de fonctionnement et au niveau de la valeur du champ imposé à l'échantillon.

Les objectifs sont les suivants :

- Température de l'échantillon : de 1,8K à 40K.
- Champ maximum imposé au niveau de l'échantillon : 200 mT.
- Diamètre maximum de la bobine 5mm (car le champ doit rester local sur l'échantillon, celui-ci doit être au moins 2,5 fois plus grand que la bobine [3]).
- Précision au niveau de la mesure de température : 10^{-2} K.

2/ Solution retenue

Après discussion avec plusieurs personnes ayant l'habitude des expérimentations cryogéniques et un projeteur, nous avons retenu la solution dont le schéma de principe est représenté en Figure 5.

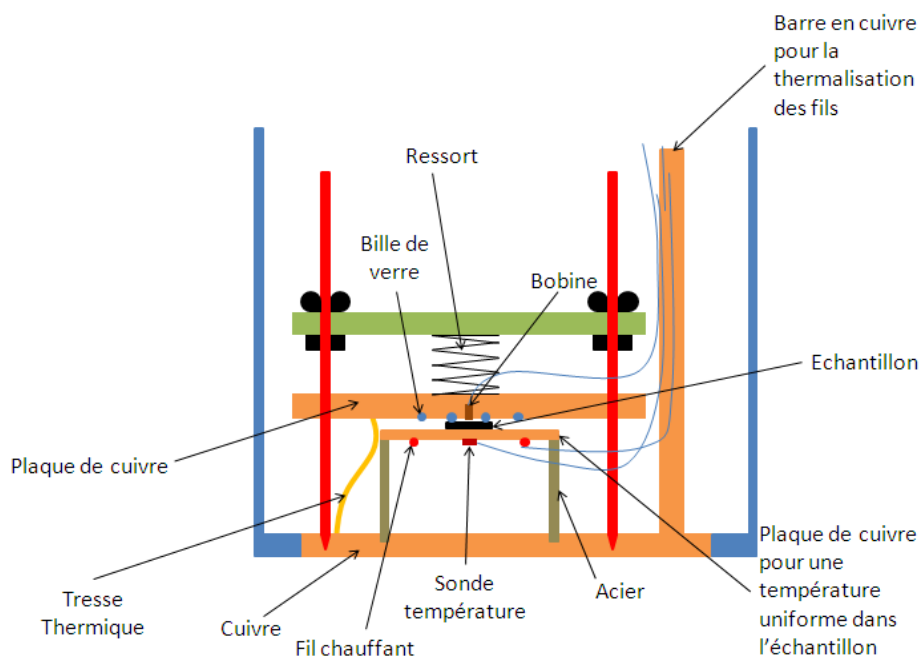


Figure 5 : Schéma de principe du porte échantillon.

Le dispositif sera placé dans une boîte étanche (dont les parois sont représentées en bleu) qui sera plongée dans l'hélium liquide. Une plaque de cuivre de très haute qualité a été brasée sur le fond de cette boîte afin d'obtenir une surface froide, que nous pouvons considérer comme étant à la température du liquide cryogénique.

L'échantillon sera placé sur une plaque en cuivre qui assurera une bonne uniformité de la température du fait de la bonne conductivité thermique de ce matériau. Un chauffage, ainsi qu'un capteur placés sous ce support permettront de réaliser une régulation de la température. Cette plaque devra être reliée à la partie froide par des pattes ayant une conductivité thermique suffisante pour refroidir l'échantillon assez rapidement, mais pas trop pour pouvoir tout de même le chauffer.

La bobine créant le champ sera fixée dans une seconde plaque en cuivre, qui pourra coulisser autour des tiges représentées en rouge. Ceci nous permettra de tester des échantillons ayant des épaisseurs différentes. La bobine sera refroidie par conduction thermique, par le biais d'une tresse en cuivre reliant la plaque et le point froid.

Afin d'éviter les transferts thermiques entre la bobine et l'échantillon tout en les maintenant à une distance connue et constante, nous avons choisis d'utiliser des billes de verres comme cales, collées sur la plaque de cuivre. Elles présentent l'avantage d'avoir un contact ponctuel sur l'échantillon et limitent ainsi les transferts thermiques par conduction. Par ailleurs, la boîte sera mise sous vide pour limiter les échanges de chaleur par convection et par conduction à travers l'atmosphère résiduelle.

Un ressort viendra appliquer une force sur la plaque supportant la bobine afin de maintenir l'échantillon en place. Il sera comprimé par une autre plaque coulissante, maintenue par des écrous papillons vissés sur les tiges représentées en rouge.

Le barreau en cuivre représenté à droite, dans la boîte, permet de thermaliser les fils. En effet, les conducteurs arrivent de l'extérieur du cryostat qui est à température ambiante. Ils apportent avec eux de la chaleur. Ceci pourrait nous poser des problèmes pour les mesures à basse températures. Pour y remédier, il suffira d'enrouler les fils autour de la tige en cuivre. Cette dernière sera en contact avec le point froid de la boîte. Le flux de chaleur sera alors dévié directement vers le fond de la boîte et n'atteindra pas l'échantillon.

La distance entre la bobine et l'échantillon devra être la plus faible possible (quelques dizaines de micromètres) car le champ magnétique décroît rapidement avec la distance.

La figure suivante présente la méthode que nous avons imaginée pour placer les billes imposant cette distance.

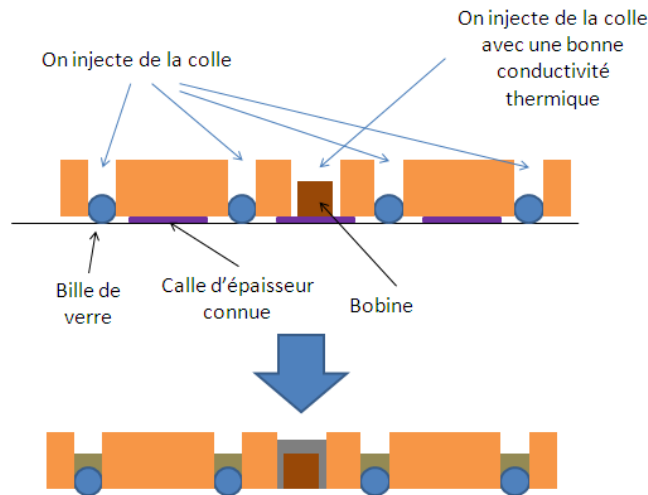


Figure 6 : Procédé imaginé pour placer les billes à la distance voulue.

3/ Calculs pour le dimensionnement du magnétomètre

a/ Puissance de pompage

La température de l'hélium, à pression atmosphérique est de 4,2K. Or, nous souhaitons pouvoir descendre à 1,8K. Il sera donc nécessaire d'utiliser une pompe afin de réduire la pression dans le cryostat (jusqu'à 16 mb) et donc d'abaisser la température d'ébullition du liquide cryogénique.

La groupe de pompage est constitué d'une pompe rotative à joint d'huile Edwards E1M80 ainsi que d'une pompe Roots Edwards EH500A. Sur la notice technique fournie en annexe 2 nous pouvons voir qu'à 16mb, le débit de la pompe est de 300 m³/h.

Nous pouvons calculer la puissance qu'il faut fournir au bain d'hélium pour produire ce débit de gaz. Les caractéristiques de l'hélium sont à 1,8K sont :

- Chaleur Latente : L=23 KJ/Kg
- Masse volumique : Mv=150 Kg/m³
- Volume d'hélium gaz produit par litre de liquide : k=700

Nous avons :

$$P = L \cdot \frac{d(\text{Masse He évaporé})}{dt} = L \cdot Mv \cdot \frac{d(\text{Volume He liquide évaporé})}{dt}$$

$$P = \frac{L \cdot Mv}{k} \cdot \frac{d(\text{Volume normal He gaz produit})}{dt}$$

$$P = \frac{L \cdot Mv}{k} \cdot \frac{P_{asp}}{P_{normale}} \cdot \frac{d(\text{Volume He gaz produit})}{dt}$$

Avec :

- P_{asp} : pression à l'aspiration de la pompe (16mb).
- $P_{normale}$: Pression normale (1bar).

Finalement, nous obtenons :

$$P = 6,56W$$

Il faudra faire attention à ce que la puissance totale introduite dans le cryostat ne dépasse pas cette valeur afin de pouvoir descendre la température de l'hélium à 1,8K.

b/ Puissance de chauffage

J'ai choisi de fixer la puissance de chauffage à 1W en régime permanent pour obtenir une température de 40K au niveau de l'échantillon. Il est alors possible de calculer la vitesse d'évaporation de l'hélium pour s'assurer qu'elle ne soit pas trop importante :

$$\frac{d(\text{Volume He liquide évaporé})}{dt} = \frac{P}{L \cdot Mv} = 2,89 \cdot 10^{-7} m^3/s$$

Soit : 1,04 L/h

Cette valeur est suffisamment faible et nous permettra une autonomie suffisante lors des manipulations.

c/ Calcul des dimensions des pattes supportant la plaque porte échantillon

Ces pattes ont deux rôles : maintenir mécaniquement la plaque supportant l'échantillon et assurer le transfert thermique entre celle-ci et le point froid. Elles devront avoir une résistance thermique qui permette d'amener l'échantillon à 40K avec un chauffage de 1W.

Étant donné que la conductivité thermique des matériaux varie fortement à basse température il est nécessaire d'utiliser les intégrales de conductivité. Pour les calculer, je me suis servi du logiciel *cryocomp*, qui permet de connaître les caractéristiques de certains matériaux à basse température.

Après plusieurs essais, j'ai trouvé que le matériau qui convenait le mieux était l'acier inoxydable 304. C'est un conducteur thermique moyen.

L'équation à résoudre est la suivante :

$$Q \cdot \frac{L}{n \cdot S} = \int_{T_1}^{T_2} k(T) \cdot dT$$

Avec :

- Q : flux de chaleur (W)
- L : longueur d'une patte (m)
- S : section d'une patte (m²)
- n : nombre de pattes
- T1, T2 : Température respectivement en bas et en haut des pattes
- k : conductivité thermique (W.m⁻¹.K⁻¹)
- T : Température (K)

Je considère que T1 est égale à la température de l'hélium (1,8 K) et T2 égale à celle de l'échantillon (car la plaque de cuivre ayant une conductivité thermique très grande, on peut considérer que la température y est constante et égale à celle de l'échantillon en régime permanent). Donc, si nous imposons Q=1W, nous devons aussi avoir T2= 40K.

D'après Cryocomp, nous obtenons : $\int_{1,8}^{40} k(T).dT = 82,9 W/m$

Donc : $\frac{L}{n.S} = 82,9 m^{-1}$

Si nous choisissons n=3, nous trouvons des dimensions qui sont compatibles avec la tenue mécanique et la fixation de l'ensemble (le diamètre des pattes ne doit pas être trop petit car un perçage taraudé ainsi qu'un filetage devra y être réalisé).

Nous obtenons finalement S=8,04.10⁻⁵ m² en imposant L=2 cm soit un diamètre de 1 cm pour chaque patte.

Ce calcul reste approximatif car dans chaque patte il y aura un perçage et une vis d'un coté ainsi qu'une partie filetée de l'autre, qui sera vissée dans la plaque inférieure. Ceci n'a pas été pris en compte.

Par ailleurs, des résistances thermiques de contact vont apparaître. Il est très complexe de les évaluer et peuvent être très importantes à basse température. Pour y remédier, nous appliquerons de la graisse thermique au niveau de l'assemblage des pièces. Celle-ci ne possède pas une bonne conductivité thermique mais permettra d'augmenter la surface de contact, ce qui globalement, diminuera la résistance thermique.

Ces imprécisions ne sont pas très importantes, elles modifieront légèrement la puissance de chauffage nécessaire pour atteindre la température voulue.

d/ Évaluation de l'inertie thermique

Il est nécessaire que la vitesse de variation de la température de l'échantillon soit assez élevée afin que les mesures ne prennent pas trop de temps. Ceci doit être vrai lorsque l'on chauffe l'échantillon, mais aussi lorsque l'on le refroidit. Nous devons obtenir au minimum une variation de 1K/min.

Afin de vérifier ceci, le système a été modélisé par une capacité et une résistance thermique alimentées par une source de chaleur (voir Figure 7).

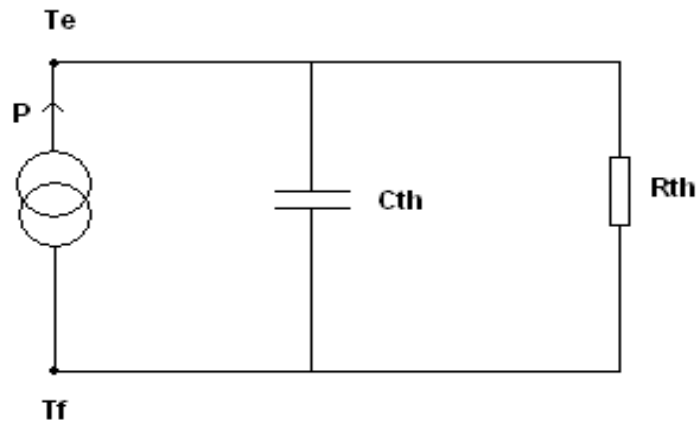


Figure 7 : Modélisation thermique du porte échantillon.

Te et Tf sont respectivement, les températures en haut et en bas des pattes en acier. On considérera que la température de la plaque de cuivre est uniforme et égale à Te car sa conductivité thermique est élevée. Nous pouvons en outre négliger sa résistance thermique. Rth sera par conséquent la résistance des 3 pattes en acier, placées en parallèle. La capacité thermique, quand à elle, est égale à la somme de celle de la plaque et de celle des 3 pattes, c'est-à-dire :

$$C_{th} = m_{cu} \cdot C_{p_{cu}} + m_{acier} \cdot C_{p_{acier}}$$

P représente la puissance de chauffage.

Ainsi, la vitesse de variation de la température se calcule grâce à la formule suivante :

$$\frac{dT_e}{dT} = \frac{R_{th} \cdot P + T_f - T_e}{R_{th} \cdot C_{th}} \quad (1)$$

Il est nécessaire d'évaluer le dT_e/dt maximal que nous pourrions obtenir en fonction de la température, en chauffage et en refroidissement. Nous utiliserons un régulateur de température LakeShore 340 pour contrôler la température. Celui-ci pourra fournir, sur le calibre que nous utiliserons, 1,56W lors des régimes transitoires. P sera donc égal à cette valeur pour le calcul de la vitesse de variation de la température lors du chauffage. En refroidissement, P sera fixé à 0

Rth et Cth varient fortement avec la température. Il est donc nécessaire de prendre ceci en compte. Voici par conséquent la méthode que j'ai utilisée :

- Une puissance P comprise entre 0 et 1W est imposée.

- Grâce à CRYOCOMP, on cherche Te tel que $\int_{Tf}^{Te} k(T).dT = P \cdot \frac{L}{n.S}$. Cette température est celle que l'on obtient en régime permanent avec cette puissance.

- La résistance thermique à cette température est : $Rth = \frac{Te-Tf}{P}$

- On peut calculer Cth en prenant la valeur de la capacité thermique massique de l'acier à la température Te (en réalité la température varie le long des pattes donc ce paramètre aussi). De cette manière on surestime Cth, donc aussi l'inertie thermique.

- Il est alors possible d'évaluer dTe/dt grâce à l'équation (1), en imposant soit P=1,56W pour le cas du chauffage soit P=0W pour le cas du refroidissement. C'est comme si l'on imposait au système un échelon de puissance à partir du point de fonctionnement calculé précédemment, et que l'on calculait la dérivée de la température par rapport au temps à t=0s.

- On répète tout ceci pour différentes valeurs de P imposée initialement.

Les courbes obtenues sont présentées en annexe 3. Elles montrent que la vitesse de variation de la température est très élevée. Nous n'aurons par conséquent aucun problème de ce côté là.

e/ Apport de chaleur par les fils

Il est nécessaire de vérifier que la chaleur apportée par les fils électriques ne soit pas trop grande afin de ne pas consommer trop d'hélium et ainsi assurer que la manipulation aura une autonomie assez importante (quelques heures).

Des fils de 0,6 mm² ont déjà été câblés, et arrivent dans la boîte qui sera mise sous vide, sur une prise 9 broches. Ils ont une longueur de 1,5m et sont en cuivre.

En considérant que l'extrémité du fil est à 1,8K (ce qui en réalité sera faux, mais de cette manière on surestime les pertes) la chaleur apportée est donc, pour un fil :

$$Q_{fil} = \frac{S_{fil}}{L_{fil}} \cdot \int_{1,8K}^{290K} k(T).dT$$

$$Q_{fil} = \frac{0,6 \cdot 10^{-6}}{1,5} \cdot 179000 = 0,072W$$

Nous aurons besoin d'utiliser 8 fils. L'apport total de chaleur sera donc égal à 0,072X8= 0,576W.

Cette valeur paraît assez importante mais elle ne contribuera qu'à une évaporation de 0,6 litres d'hélium par heure, ce qui est relativement faible par rapport à la taille du cryostat que nous utiliserons.

[f/ Apport de chaleur par la tige maintenant la boîte sous vide](#)

Un tube en acier fixé sur l'insert plongera directement dans le bain d'hélium. Celui-ci a trois fonctions. Tout d'abord, il maintient mécaniquement la boîte dans laquelle se trouve le porte échantillon. Ensuite, il permet de relier cette dernière à la pompe pour la mise sous vide. Enfin, il assure le passage des fils électriques.

L'apport de chaleur peut être évalué exactement de la même manière que pour les fils électriques. Le tube a une longueur de 1,1m, un diamètre intérieur de 70mm et extérieur de 74mm. Après calcul, ceci produit un apport de puissance de 1,26W dans le cryostat.

[g/ Longueur de thermalisation](#)

Les fils électriques apportent de la chaleur dans le cryostat. Afin que celle-ci ne parvienne pas jusqu'à l'échantillon, il est nécessaire de les thermaliser. Cette opération consiste à créer un contact thermique sur une longueur suffisante entre les fils et une tige en cuivre qui doit être à la température du liquide cryogénique. La température des conducteurs décroît alors progressivement jusqu'à s'approcher de celle de l'hélium.

Un tableau donnant la longueur de thermalisation nécessaire pour différents conducteurs est disponible dans [4]. Dans notre cas nous utiliserons du fil de cuivre émaillé de section $0,049 \text{ mm}^2$ qui sera enroulé autour d'une tige faisant 1 cm de diamètre. La longueur de thermalisation correspondante est de 36 cm soit 12 tours.

[h/ Calcul de la bobine](#)

La bobine doit pouvoir imposer à l'échantillon un champ de 200 mT tout en restant petite (diamètre maximum 5mm), ce qui nous obligera à avoir une densité de courant très importante. Son refroidissement s'effectuera par conduction thermique : elle sera fixée dans une plaque en cuivre qui sera relié au point froid par une tresse thermique.

Pour une géométrie donnée (Longueur, diamètre intérieur et extérieur), la densité de courant nécessaire pour obtenir 200 mT ainsi que la puissance dissipée à cette valeur de champ magnétique est indépendante de la section du fil. Étant donné que la sensibilité de la mesure augmente avec le nombre de spires, nous avons tout intérêt à utiliser le plus petit fil possible afin de maximiser ce paramètre. C'est l'entreprise STATICE (Besançon) qui nous fabriquera sur mesure les bobines. Les employés ont l'habitude de travailler avec du fil de $32 \mu\text{m}$ de diamètre. C'est donc celui-ci que nous utiliserons.

Le solénoïde a été modélisé sous FEMM¹, avec une géométrie axisymétrique (voir annexe 4). La bobine est placée dans l'air. Le champ maximal obtenu au niveau de l'échantillon est calculé grâce à la méthode du miroir [5]. L'échantillon supraconducteur étant dans l'état Meissner, il expulse complètement le champ magnétique. On peut imaginer qu'à la place de l'échantillon, on dispose une seconde bobine, symétrique de la première par rapport à la surface du supraconducteur (voir Figure 8). De cette manière, le champ magnétique est exactement le même qu'avec l'échantillon.

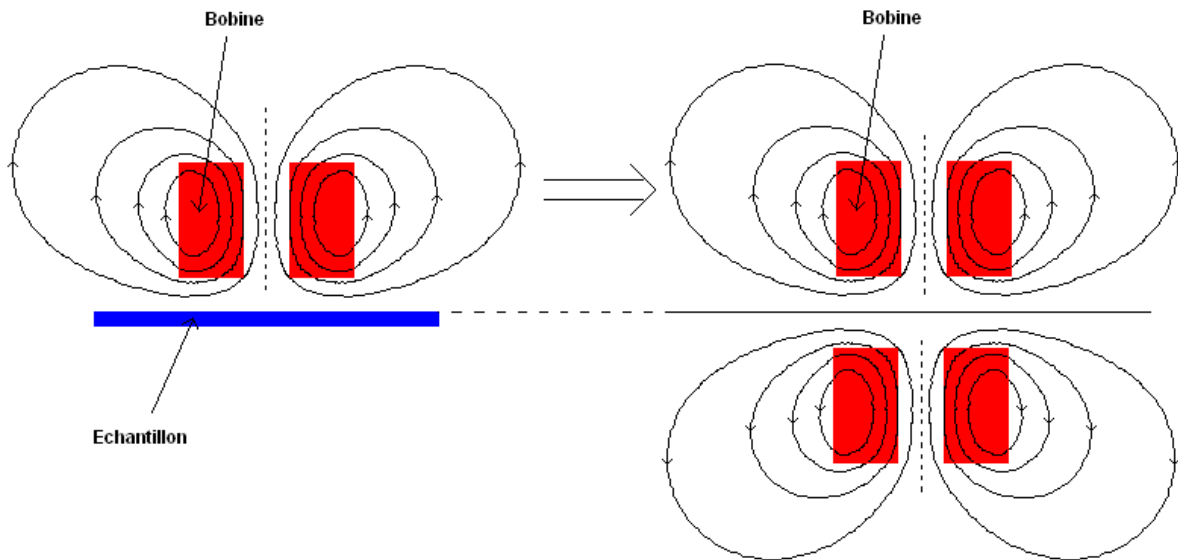


Figure 8 : Dessin illustrant la méthode du miroir.

On peut alors déduire très facilement de ce raisonnement, que le champ au niveau de l'échantillon n'aura qu'une composante radiale mais aussi que sa valeur sera égale à deux fois celle que l'on obtient avec la bobine seule.

Pour calculer le champ maximal imposé à l'échantillon, il suffira donc de simuler la bobine seule puis de repérer la valeur maximale du champ radial à l'endroit où se situera la surface du supraconducteur et enfin, de la multiplier par 2.

Afin de déterminer et d'optimiser les dimensions de la bobine, j'ai tout d'abord fait varier son diamètre extérieur pour différentes longueurs de celle-ci et tracé la densité de courant nécessaire dans le fil de cuivre pour obtenir 200 mT (avec un coefficient de remplissage de 0,5, un diamètre intérieur de 1mm, et à une distance de 60 μm de l'échantillon). La courbe obtenue avec une longueur du solénoïde de 2mm est présentée Figure 9. Nous voyons que la densité de courant est très importante et, qu'elle diminue lorsque le diamètre extérieur augmente. J'ai par conséquent choisi de fixer ce paramètre au maximum que nous nous étions fixé, c'est-à-dire 5mm, afin de minimiser la densité de courant dans la bobine.

J'ai ensuite tracé la puissance dissipée dans le solénoïde ainsi que la densité de courant dans ce dernier à un champ de 200 mT en fonction de sa longueur en conservant le diamètre

¹ www.femm.info

déterminé plus haut (Figure 10 et Figure 11). Nous voyons que la puissance dissipée passe par un minimum. En effet, les pertes joules sont égales à la résistance du bobinage multipliée par le courant au carré. Pour les faibles longueurs, c'est l'augmentation du courant qui provoque l'accroissement de la puissance dissipée et, pour des longueurs plus grandes, c'est l'augmentation de la résistance. La densité de courant décroît bien évidemment si la bobine devient plus longue.

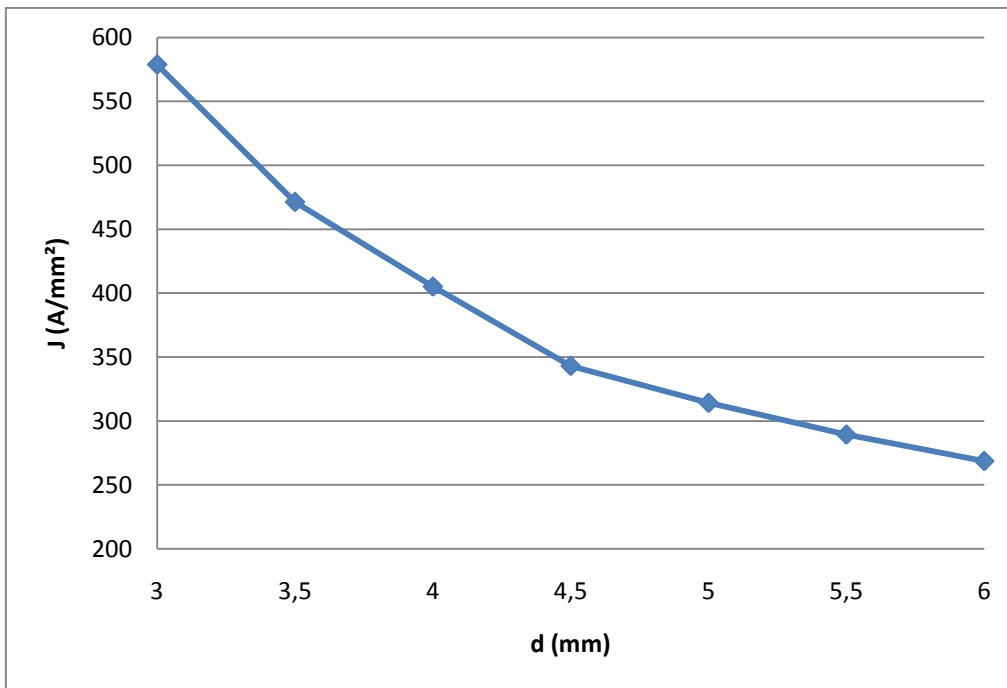


Figure 9 : Densité de courant nécessaire pour obtenir 200 mT en fonction du diamètre de la bobine (avec une bobine ayant une longueur de 2 mm et un diamètre intérieur de 1 mm)

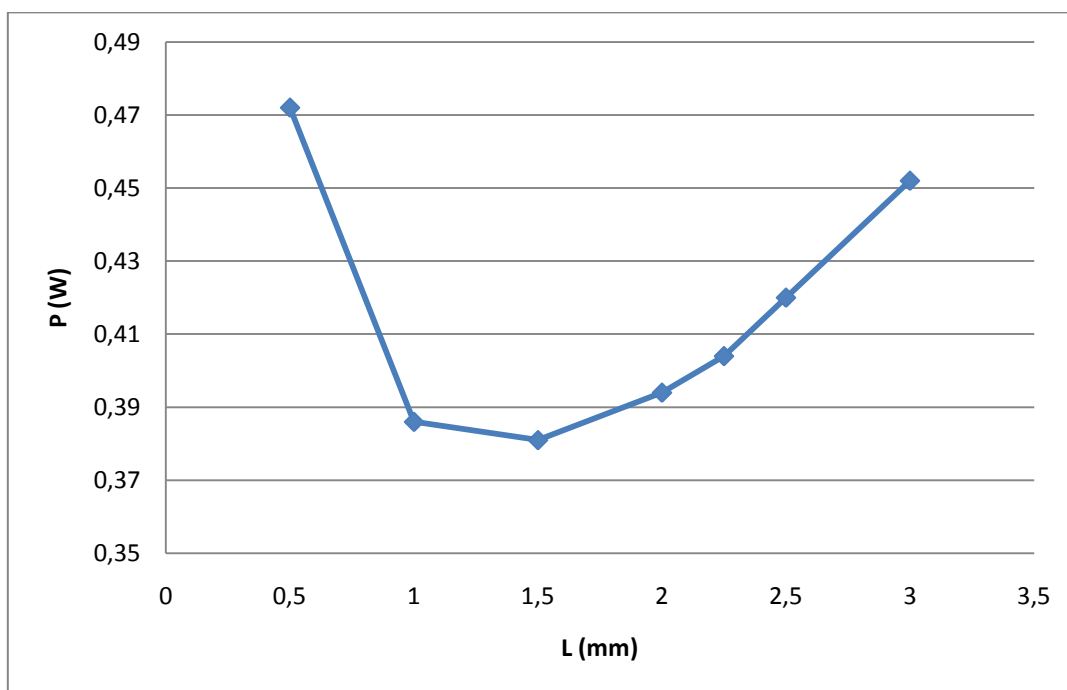


Figure 10 : Puissance dissipée dans la bobine à 200 mT) en fonction de la longueur du solénoïde (avec une bobine ayant un diamètre intérieur de 1 mm et extérieur de 5 mm)

J'ai choisi de fixer cependant la longueur à 2,25mm, légèrement au dessus du minimum de puissance dissipée afin de réduire encore un peu la densité de courant (Figure 11).

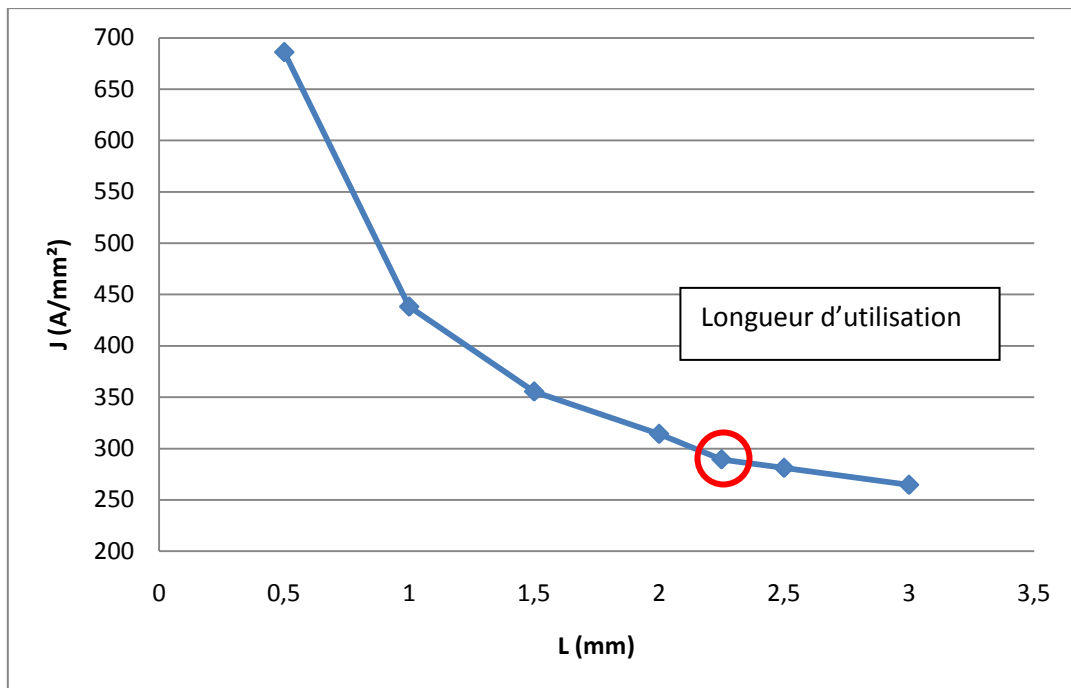


Figure 11 : Densité de courant nécessaire pour obtenir 200 mT en fonction de la longueur de la bobine

Avec un fil de 32 μ m, les caractéristiques de la bobine à 1,8K seront les suivantes :

- Diamètre intérieur : 1 mm
- Diamètre extérieur : 5 mm
- Longueur : 2,25 mm
- Nombre de spires : 2800 (avec un coefficient de remplissage de 0,5)
- Résistance : 6,55 ohm
- Inductance : 11 mH
- Courant à 200 mT crête : 247 mA RMS (densité de courant de 289 A/mm²)
- Tension à 200 mT crête : 24,32V RMS
- Puissance à 200 mT crête : 400 mW

Le dispositif expérimental similaire qui a été réalisé à l'université de Naples « Federico II » utilisait une bobine possédant 530 spires [6]. Notre solénoïde en possédant beaucoup plus, la sensibilité devrait être très supérieure.

Le gain en champ de notre bobine peut être facilement calculé :

$$k = \frac{B_{crête}}{I_{crête}} = \frac{0,2}{0,35}$$

$$k = 0,571 \text{ T/A}$$

Ces valeurs sont valables pour la bobine seule. En réalité, elle sera disposée dans une plaque de cuivre. Cette dernière va être le siège de courants induits qui vont s'opposer au champ et donc l'atténuer. Le coefficient k sera donc au final plus faible et, le courant nécessaire pour obtenir le champ requis augmentera. Une simulation avec une plaque de cuivre nous a donné un coefficient k égal à 0,502 T/A. La différence au niveau de ce paramètre n'est pas très importante. Les pertes par effets Joule sont quant-à-elles montées à 650mW. Un étalonnage du dispositif sera réalisé pour connaître avec précision la valeur de k.

i/ Puissance totale apportée dans le cryostat

Nous pouvons à présent faire la somme des puissances apportées dans le cryostat :

- chauffage de l'échantillon : 1W
- apport de chaleur par conduction dans les fils : 0,576W
- apport de chaleur par conduction dans le tube en acier : 1,26W
- pertes par effets joule dans la bobine : 0,4 W

Les pertes du cryostat sont ici négligées. Nous obtenons ainsi une puissance de 3,24W. Ceci correspond à une évaporation de 3,38 litre d'hélium par heure, ce qui est raisonnable par rapport à la taille du cryostat (celui-ci peut contenir plusieurs dizaines de litres). De plus, nous sommes bien en dessous de la capacité de la pompe permettant d'abaisser la pression du liquide cryogénique. En effet, celle-ci peut descendre la température de l'hélium à 1,8K lorsque la puissance dissipée dans le cryostat est inférieure à 6,56W.

j/ Refroidissement de la bobine

La forte densité de courant qui circulera dans la bobine produira beaucoup de pertes par effet Joule. Il est alors important d'assurer un bon refroidissement de la bobine afin de ne pas la détériorer.

Ce refroidissement sera réalisé par conduction (voir Figure 12) : la bobine sera fixée dans une plaque de cuivre. Le contact thermique entre les deux sera assuré par de la graisse chargée en cuivre. La plaque sera reliée au point froid par une tresse thermique. Une fine couche de vernis cryogénique permettra de maintenir la bobine en place (à la bonne distance de l'échantillon).

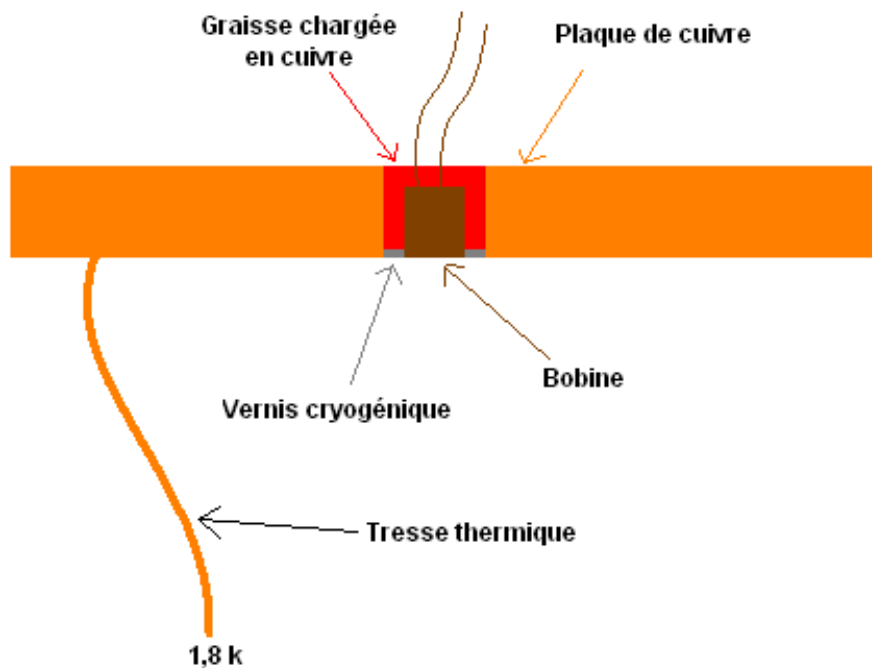


Figure 12 : Principe de la fixation et du refroidissement de la bobine.

Nous pouvons tout d'abord évaluer l'élévation de la température dans la tresse thermique :

$$Q_{bob} \cdot \frac{L_{tresse}}{S_{tresse}} = \int_{T_1}^{T_2} k_{cu}(T) \cdot dT$$

Avec :

Q_{bob} : Puissance dissipée dans la bobine (toute cette puissance passe dans la tresse).

L_{tresse} , S_{tresse} : Longueur et section de la tresse thermique (respectivement 15 cm et 20 mm²).

k_{cu} : Conductivité thermique de la tresse thermique (en cuivre de RRR égal à 80).

T_1, T_2 : Températures respectivement en bas et en haut de la tresse thermique.

$$\int_{T_1}^{T_2} k_{cu}(T) \cdot dT = 3000 \text{ W/m}$$

Avec $T_1 = 1,8\text{K}$, nous trouvons avec le logiciel Cryocomp $T_2 = 7,1\text{K}$.

Nous pouvons maintenant évaluer l'élévation de la température dans la plaque de cuivre en considérant une géométrie axisymétrique. Pour ceci, j'admets que la température à la périphérie de la plaque de cuivre est uniforme, égale à celle du haut de la tresse thermique. Ceci est faux en réalité car cette dernière n'est fixée à la plaque qu'en un point. De plus, je considère que la conductivité thermique du cuivre est indépendante de la température et que celle de la graisse autour de la bobine est la même.

Après résolution de l'équation de Fourier en coordonnées cylindriques, nous obtenons l'expression suivante :

$$T_{bob} = \frac{1}{k_{cu\ 7,1K} \cdot 2 \cdot \pi \cdot e} \cdot \ln\left(\frac{Re}{Ri}\right) \cdot Q_{bob} + T_2$$

Avec :

- e : épaisseur de la plaque de cuivre.
- $k_{cu\ 7,1K}$: conductivité thermique du cuivre à 7,1K
- Re, Ri : rayons extérieurs et intérieurs de la plaque (Ri est égal au diamètre de la bobine).

$$T_{bob} = \frac{1}{890 \cdot 2 \cdot \pi \cdot 0,003} \cdot \ln\left(\frac{3,65}{0,5}\right) \cdot 0,4 + 7,1$$

$$\boxed{T_{bob} = 7,6K}$$

La différence de température dans la plaque de cuivre n'est donc que de 0,5K. L'hypothèse d'une conductivité thermique constante est donc raisonnable.

Ce calcul approximatif nous montre que la température à la périphérie de la bobine ne devrait pas s'élever beaucoup. Il y a donc peu de chances pour que celle du fil du bobinage atteigne des valeurs qui seraient susceptibles de le détruire (environ 400K).

[k/ Appareillage électronique](#)

J'ai choisi d'alimenter la bobine par un signal d'une fréquence de 1KHz car c'est cette valeur qui était utilisée à lors des expérimentations de l'université de Naples, et les résultats étaient bons. Cependant, aucune alimentation de laboratoire ne permet de fournir un courant de 250 mA à cette fréquence. C'est pourquoi, nous utiliserons un amplificateur audio pour alimenter le montage.

La détection des harmoniques s'effectuera grâce à un amplificateur à détection synchrone. Cet appareil permet de mesurer l'amplitude et la phase d'une composante d'un signal à une fréquence bien précise (un harmonique ou le fondamental). Il est nécessaire de connecter un signal de référence. La mesure obtenue est celle de la composante dont la fréquence est égale à celle de ce signal. L'amplificateur numérique de STANFORD RESEARCH SYSTEMS, SR 830, présente l'avantage de pouvoir générer un signal sinusoïdal (que nous utiliserons en entrée de l'amplificateur audio), de multiplier sa fréquence en interne et d'utiliser le signal ainsi obtenu comme référence pour la détection d'harmoniques. C'est ce modèle que nous utiliserons.

Il est nécessaire d'ajouter, en série avec la bobine, une résistance (voir schéma électrique fournis en annexe 5). Celle-ci assure deux fonctions. Tout d'abord elle permettra,

grâce à un voltmètre mesurant la tension à ses bornes, de calculer le courant. Ensuite, elle permettra la détection des harmoniques. En effet, l'amplificateur à détection synchrone mesure des harmoniques de tension. Sans cette résistance, il ne serait possible d'effectuer notre mesure qu'aux bornes de l'amplificateur audio. Nous ne pourrions alors pas mesurer d'harmoniques car ce dernier est supposé générer un signal purement sinusoïdal. En fait, nous pouvons, pour simplifier le problème, considérer que la tension aux bornes de la bobine est toujours sinusoïdale et que celle-ci génère des harmoniques de courant. Ces derniers vont induire des harmoniques de tension dans la résistance et, c'est ceux-ci que nous allons mesurer. En réalité, la loi de mailles nous montre que si nous avons des harmoniques aux bornes de la résistance, alors nous en avons aussi aux bornes de la bobine.

La valeur de la résistance a une influence directe sur la sensibilité de la mesure car nous avons $V_3=R.I_3$ (avec V_3 et I_3 valeurs de tension et de courant de l'harmonique 3). Nous devons donc choisir une résistance suffisamment élevée pour avoir une bonne précision mais pas trop car sinon, il serait nécessaire d'utiliser un amplificateur audio très puissant. J'ai choisi de prendre la même valeur de résistance que celle qui est utilisée à l'université de Naples (6,8 Ω [7]), car elle donnait de bons résultats. De plus, notre bobine ayant plus de spires, la sensibilité devrait être supérieure. La résistance que nous utiliserons est composée de plusieurs résistances de précisions placées en parallèles, le tout faisant 6,72 Ω .

L'amplificateur audio doit être capable de fournir une tension de 24,32V. De plus, il doit être de très bonne qualité et ne pas fonctionner au maximum de sa capacité afin qu'il fournisse un signal très pauvre en harmoniques. Nous allons faire fonctionner cet appareil en mode bridge : l'amplificateur (qui est normalement prévu pour fonctionner en stéréo) peut fonctionner en mono en additionnant les tensions de chaque canal. Lorsque cette fonction est activée, les deux canaux sont reliés à la même entrée et l'un d'eux est inversé. Il faut alors relier les masses des deux sorties entre elles et le signal final est obtenu entre les deux sorties « positives ». Par exemple, un amplificateur capable de fournir 2X50W en stéréo sous 4 Ω aura une puissance de 100W sous 8 Ω en mode bridge. Ceci nous permettra d'utiliser un amplificateur avec une puissance moindre que si nous avons utilisé une seule sortie en stéréo.

Nous pouvons approximer l'expression de la puissance de l'amplificateur par l'expression suivante (si l'on considère une charge purement résistive) :

$$P = \frac{V^2}{Z}$$

Nous pouvons donc déduire que pour que l'amplificateur puisse fournir une tension de 24,32V, la puissance annoncée par le constructeur doit être au minimum de 74 W sous 8 Ω . Afin de ne pas faire fonctionner l'amplificateur à pleine puissance et d'avoir une marge confortable s'il y a un besoin d'augmenter la tension, nous avons choisi d'utiliser un amplificateur SAMSON SERVO 300 capable de fournir 300W sous 8 ohm.

La réserve dynamique de l'amplificateur à détection synchrone est le rapport entre l'amplitude maximale possible du signal d'entrée et celle du calibre sélectionné (exprimée en dB). Par exemple, sur le calibre 1 μ V, la tension maximale d'entrée est de 1mV, soit une réserve

dynamique de 60 dB. Si celle-ci est dépassée, l'amplificateur sature. Dans notre cas, les tensions d'entrée seront de plusieurs volts, mais nous mesurerons des harmoniques faisant quelques microvolts. Il nous faudra donc filtrer le signal pour atténuer la composante à 1kHz afin de pouvoir utiliser l'appareil sur le calibre adapté. Nous avons choisis d'utiliser un filtre Notch (coupe bande). Son schéma est présenté en annexe 6. La fonction de transfert de ce type de filtre est la suivante :

$$\underline{T} = \frac{1 + \left(j \frac{\omega}{\omega_0}\right)^2}{\left(1 + j \frac{\omega}{\omega_1}\right) \left(1 + j \frac{\omega}{\omega_2}\right)} \quad \text{avec} \quad \begin{cases} \omega_0 = \frac{1}{RC} \\ \omega_1 = \frac{1}{(2 + \sqrt{3})RC} \\ \omega_2 = \frac{1}{(2 - \sqrt{3})RC} \end{cases}$$

J'ai choisis de prendre $R=34,8k\Omega$ et $C=4,7nF$. Nous obtenons ainsi une fréquence de coupure de 973 Hz. Les courbes de réponses en gain pratiques et théoriques sont présentées en annexe 6. Le désavantage de ce filtre est, qu'à 3 kHz, fréquence de l'harmonique que nous voulons mesurer, le gain est de -4,8 dB, ce qui va presque diviser par deux notre signal. Cependant, c'est ce type de filtre qui a été utilisé à l'université de Naples, et ceci n'a pas posé de problèmes.

Nous remarquons sur le schéma électrique (Annexe 5) que le filtre est connecté, non pas aux bornes de la bobine ni de la résistance mais aux point milieux de la sortie de l'ampli audio d'un coté et entre la résistance et la bobine de l'autre. La masse de l'entrée de notre détection synchrone ne supporte pas plus de 1V de différence de potentiel avec la terre (en mode float). Or, sur notre montage le potentiel de la terre se situe au point où sont reliés les masses des deux canaux des sorties de l'ampli audio. C'est donc là que doit se connecter la masse de notre filtre.

Tous les appareils seront connectés à un ordinateur par des câbles GPIB. Ils seront pilotés par un programme Labview.

4/ Réalisation du magnétomètre

a/ Partie mécanique.

Les plans du porte échantillon ont été réalisés conformément aux calculs réalisés précédemment et en tenant compte des contraintes liées à l'encombrement (l'ensemble doit pouvoir rentrer dans la boîte sous vide). Ils sont fournis en annexe 7. L'atelier a ainsi pu réaliser les différentes pièces. Voici une photographie du dispositif une fois monté :

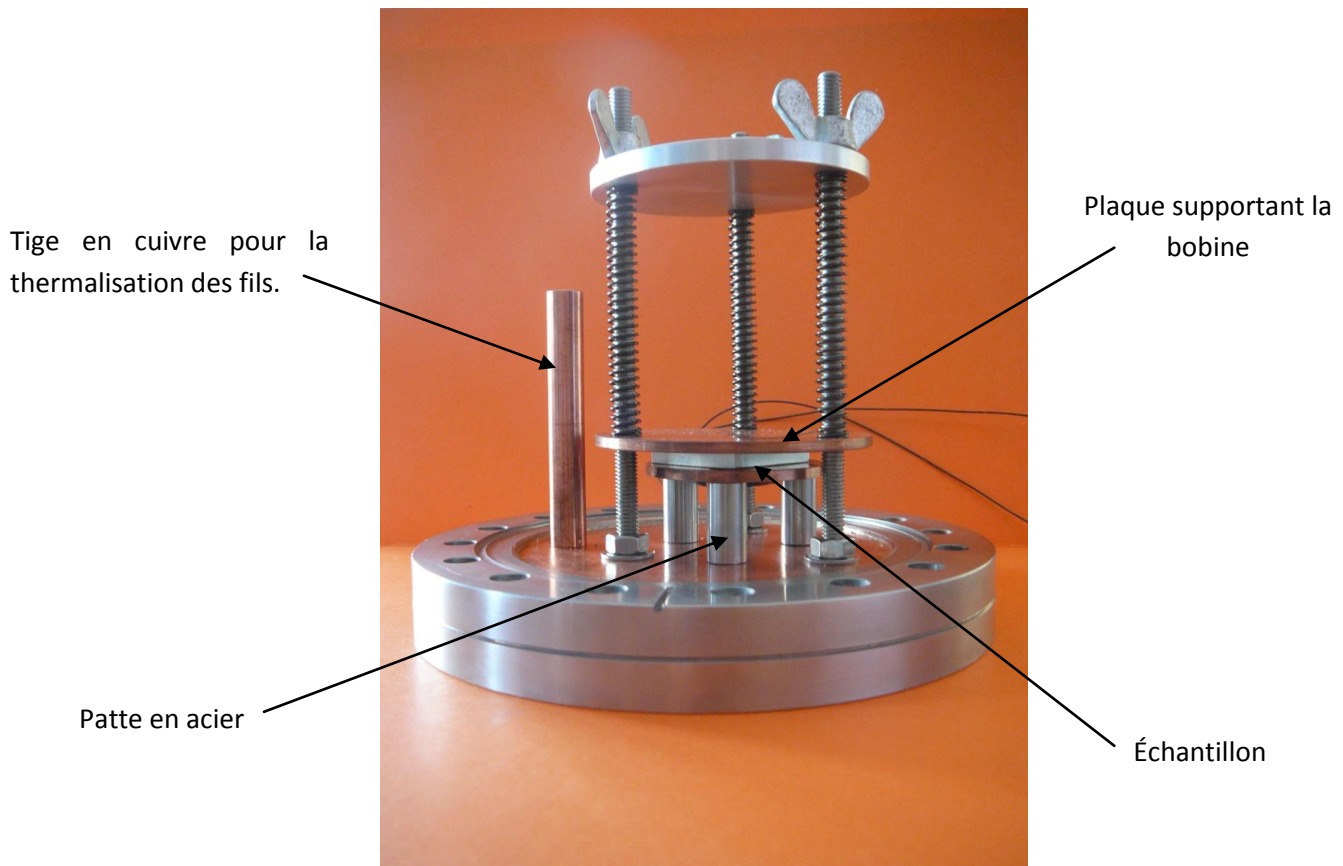


Figure 13 : Photographie du porte échantillon.

b/ Partie électrique

La mesure nécessite l'utilisation d'un capteur de température, d'un dispositif de chauffage et le raccordement d'une bobine.

Le capteur de température utilisé est une sonde carbone-glass, capable de faire des mesures allant de 1,56 à 71K. C'est une mesure de résistance 4 fils qui sera directement effectuée par le contrôleur de température.

Le dispositif de chauffage est un fil résistif en constantan enroulé en plusieurs spires d'un diamètre d'environ 2,5 cm, puis collé au Stycast. La longueur a été calculée de manière à obtenir une résistance de 25Ω à froid, ce qui permet de dissiper une puissance de 1,56W sur le calibre 0,25A du régulateur de température. Nous obtenons, pour un fil de 0,2mm, une longueur de 1,7m.

Deux capteurs de température ont été ajoutés en plus : une sonde carbone-glass dans le bain d'hélium et une sonde Cernox sur la plaque de cuivre située au fond de la boîte mise sous vide. Ce dernier type de capteur présente l'avantage de pouvoir faire des mesures pour de valeurs allant de 1K à plus de 300K, ce qui nous permet de suivre le refroidissement de l'installation à partir de la température ambiante.

Les bobines n'ont pas pu être fixées dans leur plaque car celles-ci ont été détériorées durant leur transport. Elles ont dû être renvoyées pour réparation.

Voici une photographie du porte échantillon une fois toute la partie électrique installée :

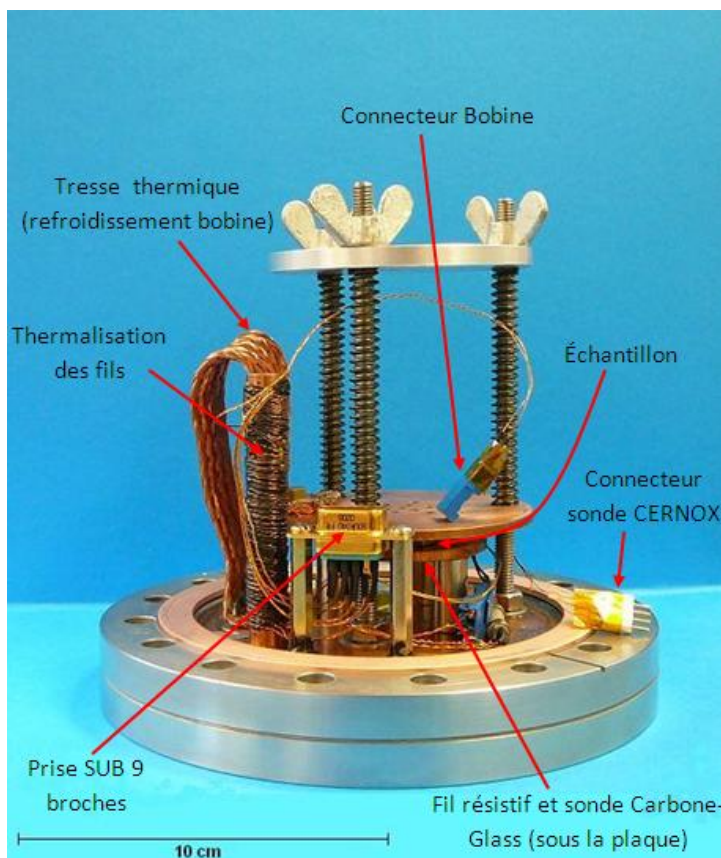


Figure 14: Photographie du porte échantillon une fois terminé.

Le schéma de câblage est présenté en annexe 8.

c/ Partie cryogénique.

Le cryostat qui était présent à mon arrivée a dû être changé car il avait subi des déformations lors d'une mise sous vide. Le nouveau a donc été mis en place après avoir contrôlé le vide d'isolation (voir le certificat de contrôle d'étanchéité fournis en annexe 9).

J'ai ensuite pu raccorder ce cryostat à la récupération d'hélium ainsi qu'au système de pompage sur le bain. La cellule dans laquelle se trouve le porte échantillon a été reliée à une seconde pompe afin de pouvoir y faire le vide.

Par la suite, un dispositif permettant d'ajouter une garde d'azote a été mis en place. Un schéma du système est présenté en annexe 10.

V/ Essais expérimentaux

1/ Mise au point de la partie cryogénique

Lors du premier essai de mise en froid, nous n'arrivions pas à remplir le cryostat en hélium : l'évaporation était très importante et la température minimale atteinte a été de 13 K. Nous avons donc décidé de montrer le dispositif à des personnes expérimentées en cryogénie. Il s'est avéré que le problème provenait de la canne de transfert d'hélium : celle-ci était trop courte et ne descendait pas assez profondément dans le cryostat. Elle a donc été rallongée. De plus, les écrans thermiques présentaient de nombreux trous. Ils ont été recouverts par du scotch « alu » qui possède une faible émissivité. Un système permettant de remplir la garde d'azote a par ailleurs été mis en place afin de faciliter le refroidissement et de réduire la consommation d'hélium.

Le second essai a très bien fonctionné. L'azote ayant été mis la veille, l'intérieur du cryostat était déjà refroidi à 100K. Le transfert d'hélium a ainsi été très aisé et nous avons pu mesurer une température de 4,27K sur le capteur de l'échantillon.

Un essai de chauffage de l'échantillon a alors été réalisé. Il nous a fallu une puissance de 1,5W pour atteindre la température de 40K. Le calcul théorique avait été effectué avec une dissipation de 1W, nous sommes donc dans le même ordre de grandeur. Cet écart peut certainement s'expliquer par une légère différence entre les caractéristiques réelles des matériaux et la théorie.

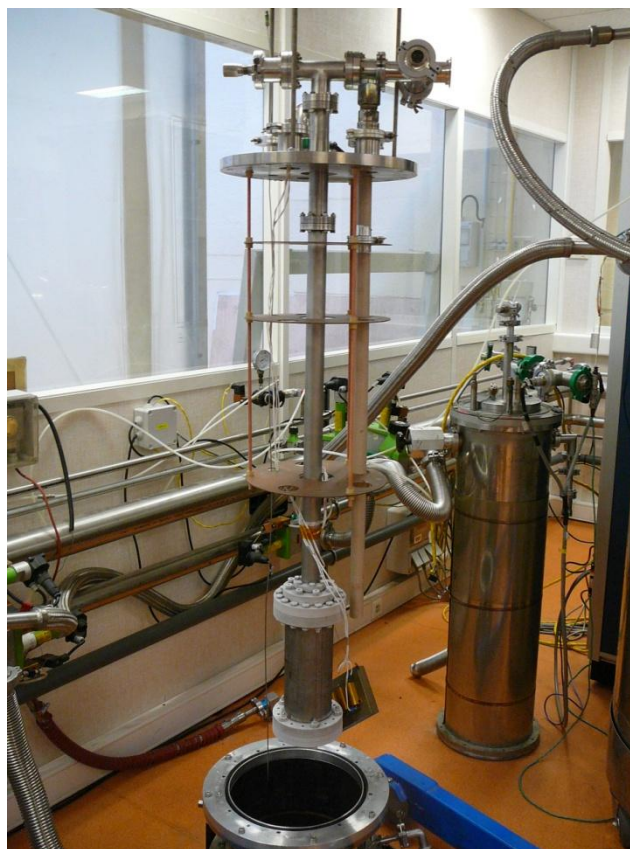


Figure 15 : Photographie du cryostat et de l'insert

2/ Évaluation du courant maximal admissible dans la bobine

Afin d'avoir une idée plus précise du courant maximal admissible dans la bobine, nous avons choisi d'effectuer un essai sur une bobine test. Celui-ci a consisté à alimenter le solénoïde en augmentant progressivement le courant jusqu'à sa destruction. Des mesures d'inductance et de résistance ont été réalisées tout au long de cet essai mais nous n'avons pas observé de variations intéressantes.

La bobine a été détruite lorsque le courant a atteint 52,8 mA, soit une densité de 67,5 A/mm². Cette valeur est très inférieure à celle que nous voulions atteindre, c'est-à-dire 247 mA.

Plusieurs solutions sont envisageables pour atteindre le champ requis sans détruire la bobine. Il serait tout d'abord possible d'augmenter le diamètre du fil : celui qui a été utilisé pour la bobine présente un RRR de 10, ce qui est faible. En effet, le cuivre utilisé sur les fils de petits diamètres ne peut pas être de très bonne qualité car il ne serait pas assez solide. De plus, la proportion d'émail dans ce fil est de 47%, ce qui réduit beaucoup la conduction thermique. L'utilisation d'un fil plus gros pourrait permettre d'obtenir un meilleur RRR (donc moins de pertes) et un pourcentage d'isolant moindre pour faciliter l'évacuation de la chaleur.

Ensuite, il serait possible de faire fonctionner le système en « pulsé » : la bobine ne serait alimentée que pendant un temps très court. La difficulté serait ici que l'acquisition des mesures devrait être très rapide.

Enfin, l'utilisation d'une bobine supraconductrice réduirait fortement les pertes. Cela-dit- il est fort probable que celle-ci produise les mêmes harmoniques que ceux que l'on souhaite mesurer et donc que la mesure soit perturbée.

3/ Essais de pompage

Le pompage sur le bain d'hélium doit s'effectuer très lentement car le refroidissement produit une forte évaporation de liquide cryogénique, ce qui fait givrer les conduites et peut dégrader les joints en Viton. Pour ceci, la pompe est mise en route puis V3 est ouverte très lentement, V1 et V2 étant fermées et V4 ouverte (voir annexe 10).

Il nous a ainsi fallu deux heures pour atteindre la pression minimale du bain (10 mb). La température mesurée au niveau de l'échantillon était alors de 1,67K.

4/ Tests de la régulation de température

Des essais ont été effectués en imposant une consigne de température fixe (avec un gain P et I tous deux égaux à 50 dans le régulateur). Il s'est avéré que la régulation fonctionne parfaitement bien sur toute la plage de température.

Nous avons ensuite imposé une consigne en rampe afin de s'assurer que nous pouvions faire évoluer lentement la température de l'échantillon. Nous avons choisis de la faire varier de 1,8K à 18K à une vitesse de 0,4K/min. Un programme Labview a été créé pour relever la température tout au long de cette manipulation. Voici la courbe que nous obtenons :

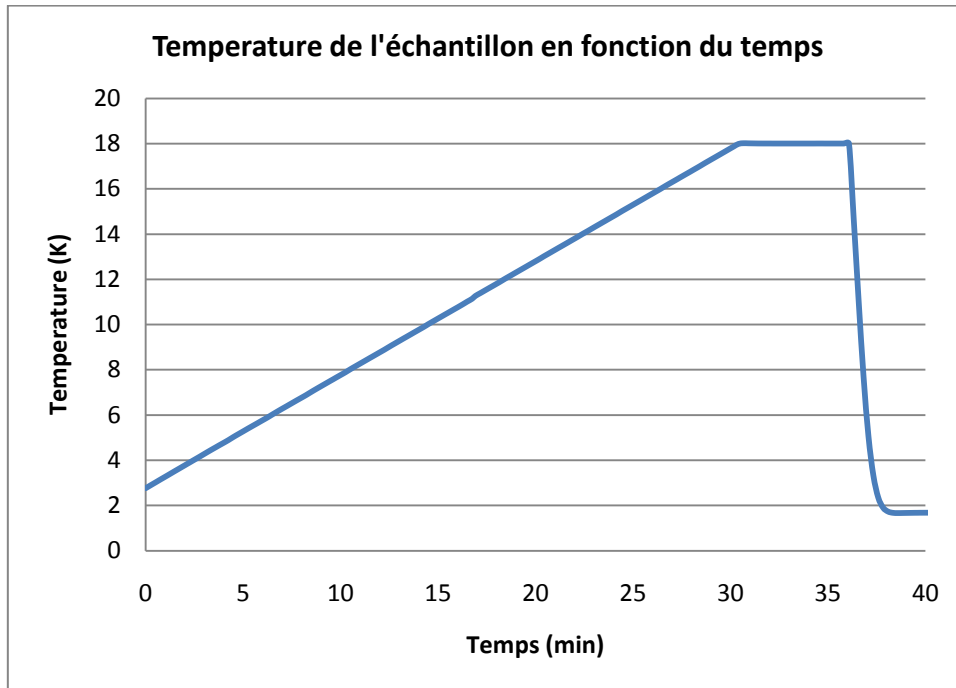


Figure 16 : Réponse du système à une rampe de température.

Nous constatons donc que la réponse du système correspond parfaitement à ce que nous voulions obtenir. La pente est très régulière et il n'y a aucune fluctuation de la température.

A la fin de cet essai, le chauffage a été brutalement coupé afin d'évaluer le temps qu'il sera nécessaire d'attendre entre chaque mesure. Le refroidissement est très rapide, ici il a nécessité environ 2 minutes pour revenir à 1,67K.

VI/ Conclusion

Le premier travail de mon stage a consisté à dimensionner le magnétomètre. Des calculs thermiques, électriques ainsi que cryogéniques ont été effectués. J'ai alors pris conscience des difficultés qui peuvent se présenter lors de ces calculs comme, par exemple, l'évaluation des résistances thermiques de contact.

J'ai ensuite réalisé les plans du porte échantillon en tenant compte des contraintes d'encombrement. L'atelier a alors pu réaliser les pièces et le montage n'a posé aucun problème. L'instrumentation du dispositif a été câblée (capteurs de température, dispositif de chauffage). Le cryostat et l'insert ont été mis en place et raccordés.

Nous avons alors testé le système qui, après quelques modifications a très bien fonctionné : une température de 1,67K a été atteinte et la régulation de température est très performante.

Cependant, une seule bobine a été testée et, il s'est avéré que le courant maximal que l'on a pu faire passer dedans est 4,5 fois plus faible que ce que nous espérions avoir. Plusieurs solutions sont envisageables pour résoudre ce problème comme, par exemple, faire fonctionner le système en « pulsé » ou utiliser une bobine supraconductrice.

Des problèmes cryogéniques ainsi qu'une détérioration des bobines lors de leur livraison ont occasionnés des retards dans le projet. Il reste par conséquent à fixer les bobines, à terminer le programme Labview puis à tester et étalonner le système.

Sur le plan personnel je regrette de n'avoir pu terminer ce projet à temps. Cependant, le travail que j'ai réalisé durant mon stage s'est avéré très enrichissant, tant d'un point de vue scientifique que relationnel. Ce sujet m'a beaucoup plu car il était pluridisciplinaire et j'ai pu aborder aussi bien les aspects pratiques que théoriques.

Bibliographie

- [1] **A. Gurevich**, *Enhancement of rf breakdown field of superconductors by multilayer coating*, APPLIED PHYSICS LETTERS 88 (2006).
- [2] **C. Antoine**, *Accelerator R&D from Supratech Platform to the Future of Accelerating RF Cavities*.
- [3] **G. Lamura, M. Aurino, A. Andreone, J. C. Villegier**, *First critical field measurements of superconducting films by third harmonic analysis*, JOURNAL OF APPLIED PHYSICS 106 (2009).
- [4] **J. W. Ekin**, *Experimental techniques for low-Temperatures Measurements*.
- [5] **J. H. Claassen, M. E. IReeves, and R. J. Soulen**, *A contactless method for measurement of the critical current density and critical temperature of superconducting films*, REV. SCI. INSTRUM, Vol. 62, No. 4, April 1991
- [6] **M. Aurino, E. Di Gennaro, F. Di Iorio, A. Gauzzi, G. Lamura, A. Andreone**, *Discrete model analysis of the critical current-density measurements in superconducting thin films by a single-coil inductive method*, JOURNAL OF APPLIED PHYSICS 98 (2005).
- [7] **M. Aurino**, « *Tecnica a mutua induttanza per la caratterizzazione non distruttiva di un superconduttore* » *A mutual inductance contactless technique for measuring the E-j characteristics of superconducting thin films*, Laurea thesis Facolta de Ingegneria – Universita Napoli “Federico II”, March 2004

Annexes

Annexe 1 : Mesures de rapport de résistivité résiduelle (RRR)

Une partie de mon travail durant ce stage a été d'effectuer des mesures de RRR. Ceci m'a permis de me familiariser avec les expérimentations cryogéniques tout en complétant la base de données du SACM.

1) Introduction

Lorsque l'on abaisse la température d'un échantillon conducteur, sa résistance électrique diminue. Le RRR est le rapport entre sa résistivité à température ambiante (notée R_{295}) et celle à OK (notée R_0).

Le RRR permet d'évaluer la pureté d'un matériau. Plus celle-ci sera élevée, plus le RRR sera grand.

Par ailleurs, ce seul paramètre permet d'accéder à d'autres grandeurs. Par exemple, le logiciel CRYOCOMP permet de calculer la conductivité électrique et thermique du cuivre ou de l'aluminium à n'importe quelle température, avec comme seule entrée son RRR.

2) Principe de la mesure

Le principe repose sur une mesure de résistance à 4 fils : deux fils font circuler un courant dans l'échantillon et deux autres permettent de faire une mesure de tension (voir schéma)

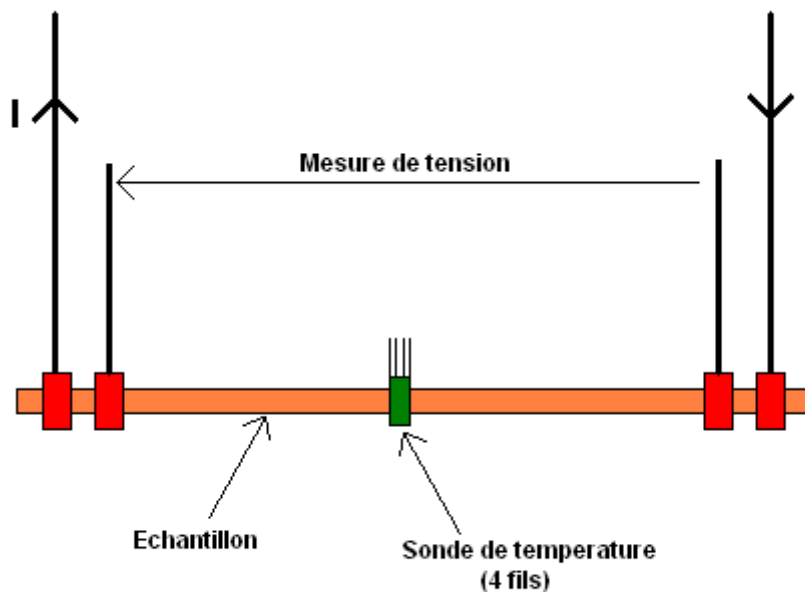


Schéma de principe de la mesure de résistance.

L'avantage de cette méthode est qu'aucun courant ne circule dans les fils de mesure. Il n'y a donc pas de chute de tension dans ces derniers, et, par conséquent, leur résistance n'a aucune influence sur la précision de la mesure.

Une sonde placée sur l'échantillon permet de mesurer sa température.

Ce dispositif est placé dans un cryostat. On fait une mesure de résistance à chaud (R_{295}) puis on y injecte de l'hélium liquide jusqu'à ce que la température mesurée descende en dessous d'environ 5K. L'échantillon est alors refroidi par les vapeurs d'hélium. Sa température remonte doucement, au fur et à mesure que le liquide cryogénique s'évapore. Des mesures de résistance sont faites automatiquement avec LABVIEW sur une plage de température allant d'environ 6 à 40 K. La courbe obtenue est approximée par la fonction $R(T) = R_0 + \alpha \cdot R_{295} \cdot T^3$. Nous obtenons ainsi la valeur de R_0 et nous pouvons donc calculer le RRR.

Si l'échantillon est supraconducteur, sa résistivité à 0 K est nulle. Le RRR serait par conséquent infini. Pour de tels échantillons, il ne faut donc pas tenir compte des points situés en dessous de leurs températures critiques lorsque le fit est effectué.

Il est nécessaire de faire un balayage avant d'introduire l'hélium dans le cryostat. Cette opération consiste à retirer l'air présent dans ce dernier et à le remplacer par de l'hélium gaz. Si cela n'était pas réalisé, la vapeur d'eau présente dans l'air givrerait, ce qui pourrait poser des problèmes.

3) Résultats et commentaires

Voici les résultats obtenus :

Echantillon	R à 295 K (μohm)	R à 0 K (μohm)	RRR	Estimation erreur* (μohm)
Scotch Alu 3M	4020	84,2	47,7	0,35
Tresse thermique Alu	2891	110,5	26,2	0,22
Alu AG3	1291	322,2	4	0,27
Alu AG5	2113	522,5	4	0,18
Alu 6060	177	8,9	19,8	1,91
Alu 5083	132	41,8	3,2	0,86

* Estimation erreur : Racine de l'erreur quadratique moyenne entre les mesures et le FIT

Les résultats obtenus pour les 4 premiers échantillons (Scotch Alu 3M, Tresse thermique Alu, Alu AG3 et Alu AG5) semblent très fiables.

En ce qui concerne les deux autres échantillons (Alu 6060 et 5083), nous pouvons voir que les mesures sont moins précises. Cependant, les mesures ont été réalisées à 3 reprises pour l'échantillon d'Alu 5083, et à chaque fois, le RRR obtenu était le même. L'estimation de l'erreur représente environ 20% de la valeur de la résistance à 0 K pour l'Alu 6060, soit une précision au niveau du RRR de $\pm 25\%$, ce qui est assez élevé. Nous pouvons considérer que ces mesures donnent un ordre de grandeur correct de la valeur du RRR.

Ce manque de précision est dû au fait que les deux derniers échantillons ont été découpés avec une section trop élevée. La résistance électrique était alors très faible et par conséquent, plus difficile à mesurer.

Annexe 2 : Notice technique de la pompe Edwards

La groupe de pompage est constitué d'une pompe rotative à joint d'huile Edwards E1M80 ainsi que d'une pompe Roots Edwards EH500A.

POMPE MECANIQUE ROOTS EH500A

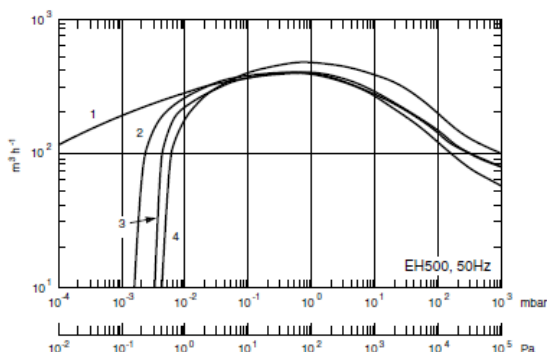
CARACTERISTIQUES TECHNIQUES

Volume engendré	
50 Hz	505 m ³ h ⁻¹ /300 ft ³ min ⁻¹
60 Hz	605 m ³ h ⁻¹ /355 ft ³ min ⁻¹
Vitesse de pompage effective* avec pompe secondaire	
E1M40 ou E2M40	350 m ³ h ⁻¹ /206 ft ³ min ⁻¹
E1M80 ou E2M80	400 m ³ h ⁻¹ /236 ft ³ min ⁻¹
E1M175 ou E2M175	440 m ³ h ⁻¹ /259 ft ³ min ⁻¹
E1M275 ou E2M275	460 m ³ h ⁻¹ /271 ft ³ min ⁻¹
Vitesse de rotation†	
50 Hz	0 - 2900 tr/min
60 Hz	0 - 3500 tr/min
Pression totale, pompe secondaire à un étage, avec lest d'air	
	2 × 10 ⁻² mbar/
	1,5 × 10 ⁻² Torr
Pression limite, gaz permanents, pompe secondaire à un étage, sans lest d'air	
	2 × 10 ⁻³ mbar/
	1,5 × 10 ⁻² Torr
Pression totale, pompe secondaire à deux étages, avec lest d'air	
	0,75 × 10 ⁻³ Torr
Pression d'admission continue en fonctionnement (avec pompe secondaire adéquate)	
	0 - 1000 mbars
	/0 - 760 Torr
Pression maximale au refoulement	
	1000 mbars/
	760 Torr
Pression différentielle dans la pompe‡	
50 Hz	0 - 110 mbars/0 - 68 Torr
60 Hz	0 - 90 mbars/0 - 825 Torr
Pompes secondaires recommandées	
	GV80, GV160, E1M/E2M80
Raccord à l'admission	
	ISO100
Raccord au refoulement	
	ISO63
Tension de l'alimentation électrique, triphasée	
50 Hz	220 - 240 V/380 - 415 V
60 Hz	208 - 230 V/460 V
Puissance moteur	
	1,5 kW/ 2 hp
Plage de température ambiante	
Fonctionnement	
	5 - 40 °C/40 - 104 °F
Stockage	
	-10 à 80 °C/14 - 176 °F
Humidité maximale en fonctionnement	
	90 % HR
Huile recommandée	
Modèle standard	Ultragrade 20
Modèle PFPE	Fomblin YVAC 16/6
Charge d'huile	
Coupleur	1,5 l/1,6 qt
Réservoir de joints d'axe	1,25 l/0,25 qt
Poids	74 kg/163 lb

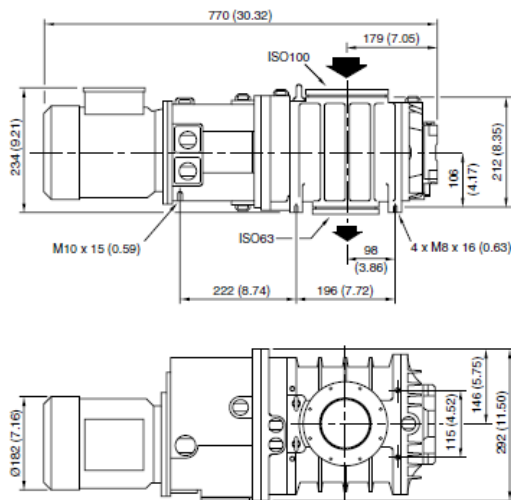
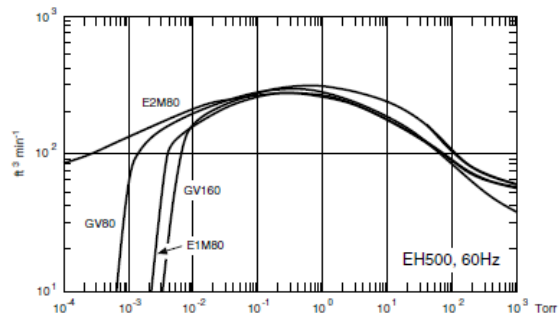
* Vitesse de pompage effective pour l'air à 0,3 mbar avec la version 50 Hz. La vitesse de pompage effective avec la version 60 Hz est au moins 20 % supérieure.

† En fonction de la pression.

‡ Déterminée par le coupleur hydrocinétique.



1 E2M80 50 Hz 2 GV80 50 Hz 3 E1M80 50 Hz
4 GV160 50 Hz



Pompe illustrée avec brides pleines d'admission et de refoulement installées. Dimensions prises à la surface de la bride de pompe.

INFORMATIONS DE COMMANDE

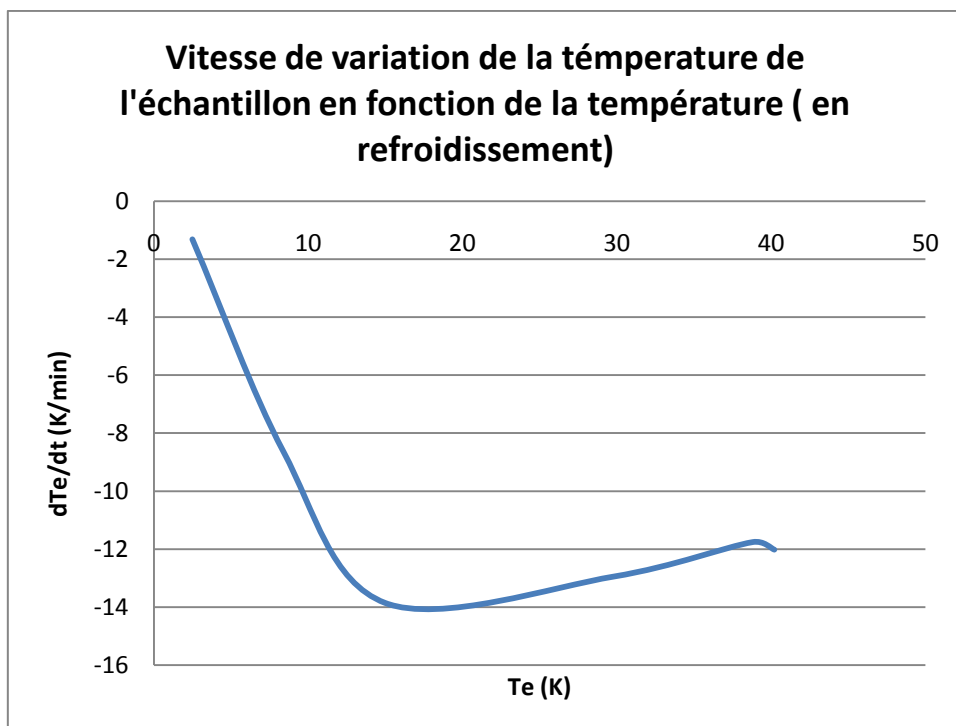
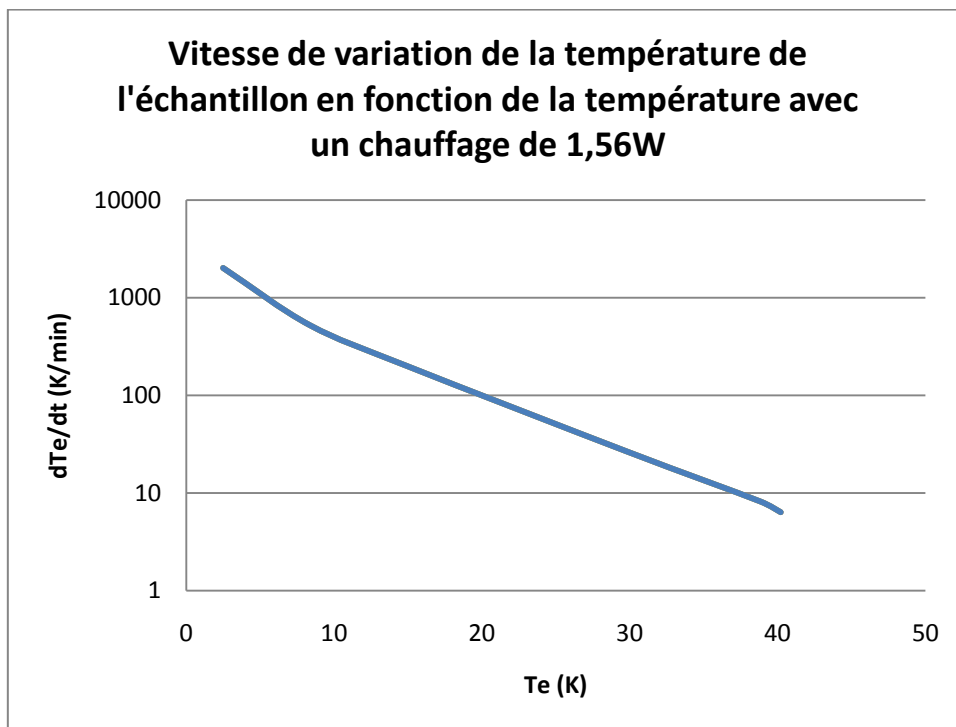
DESIGNATION	NUMERO DE COMMANDE
EH500A, 50 Hz	
Standard	A302-71-935
PFPE	A302-73-935
EH500, 60 Hz	
Standard	A302-72-936
PFPE	A302-74-936

La pompe est fournie avec 2 joints toriques avec bague de renfort et des obturateurs. Les pompes standard sont livrées avec de l'huile Ultragrade 20. Les pompes PFPE sont fournies sans huile PFPE.

PIECES DETACHEES	NUMERO DE COMMANDE
Le lit d'entretien contient les joints d'étanchéité, joints plats, gaines et autres composants nécessaires à l'entretien courant et au démontage de la pompe. Le lit module contient des joints et des roulements supplémentaires pour un entretien complet. Le lit de cales d'épaisseur contient des cales d'épaisseur pour une configuration correcte de la pompe.	
Kit d'entretien	A301-51-815
Kit module	A301-51-820
Kit de cales d'épaisseur	A301-51-825

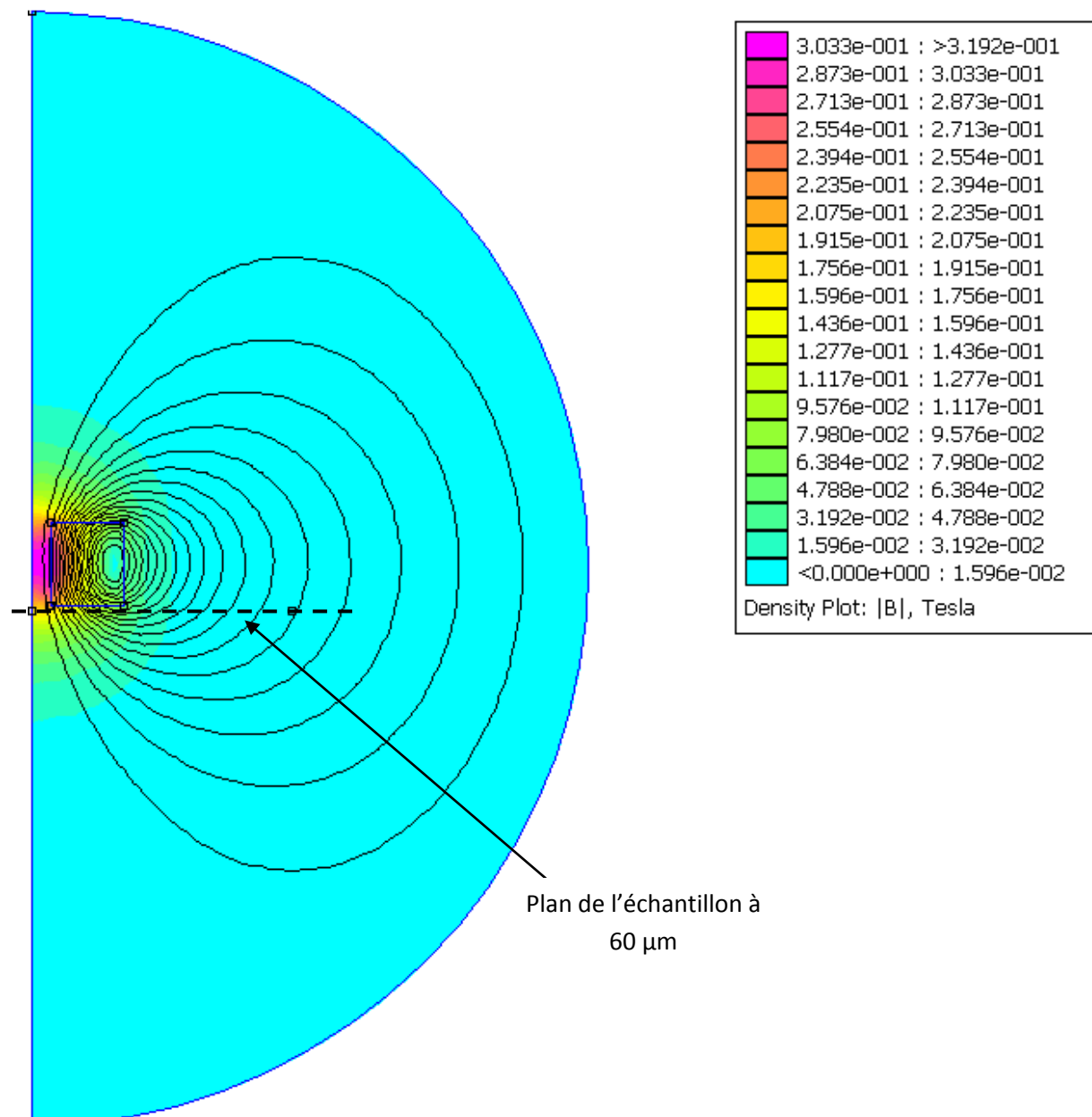
Pour commander, appelez le +(33) 01 47 98 24 01

Annexe 3 : Évaluation de la vitesse maximale de variation de la température de l'échantillon.

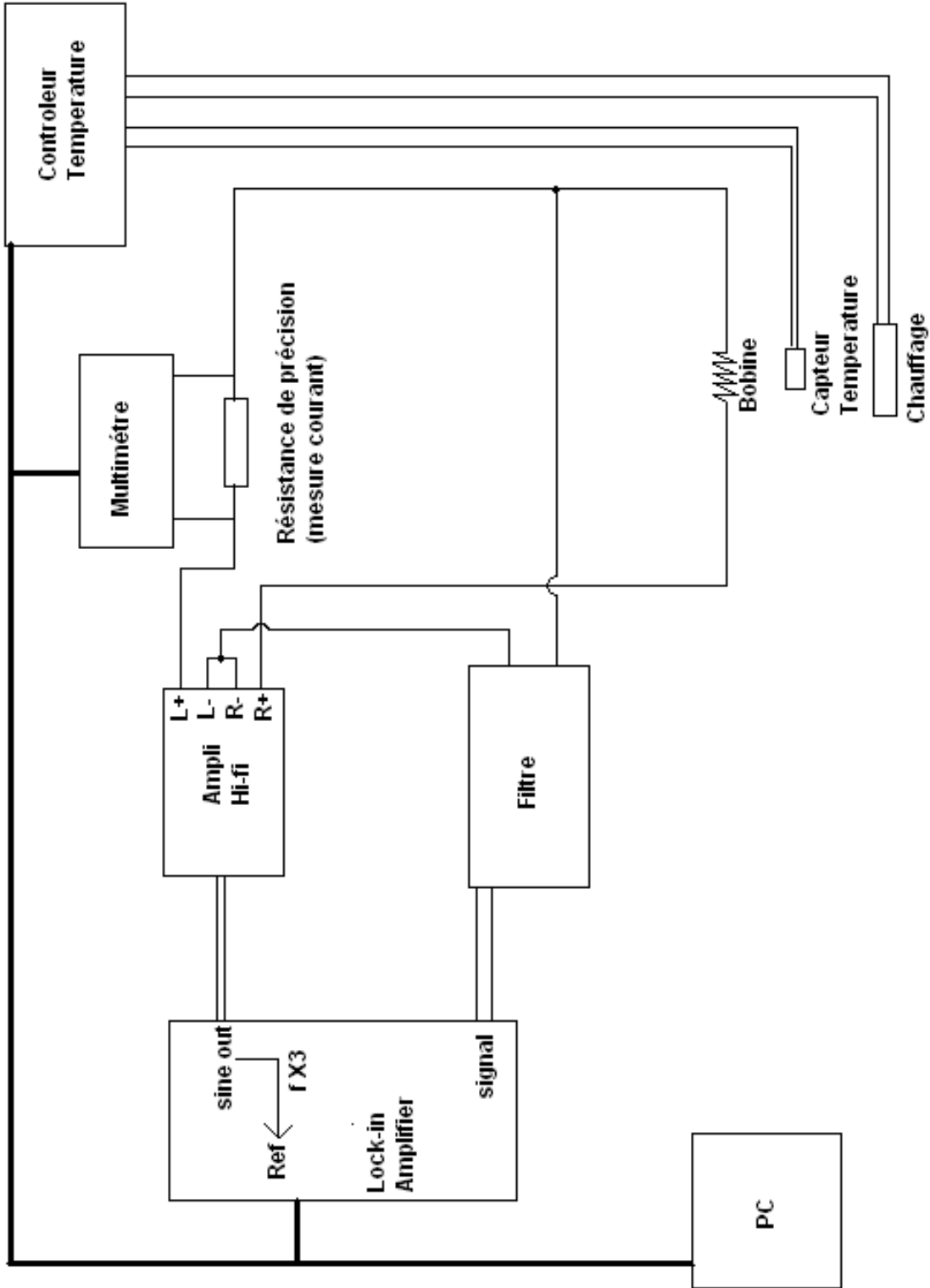


Annexe 4 : Modélisation de la bobine sous FEMM.

Résultat de la simulation de la bobine retenue, avec un courant de 247 mA (champ de 200 mT imposé à l'échantillon).

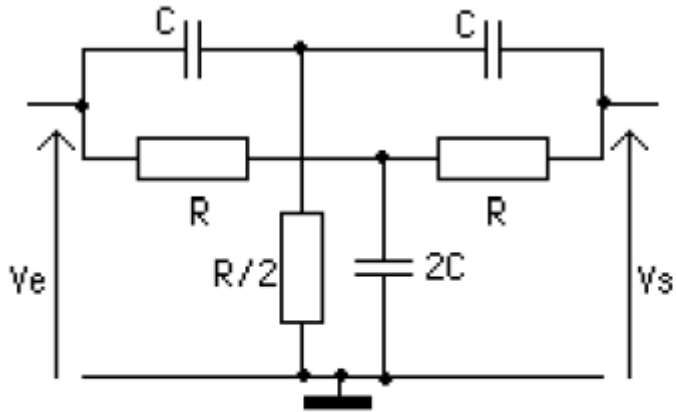


Annexe 5 : Schéma électrique du montage.

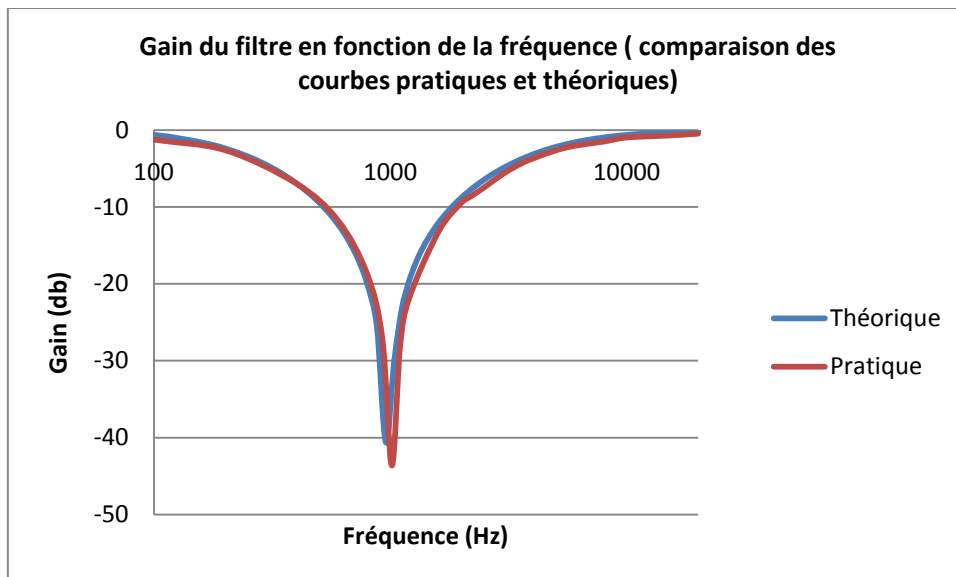


Annexe 6 : filtre Notch.

Schéma électrique :

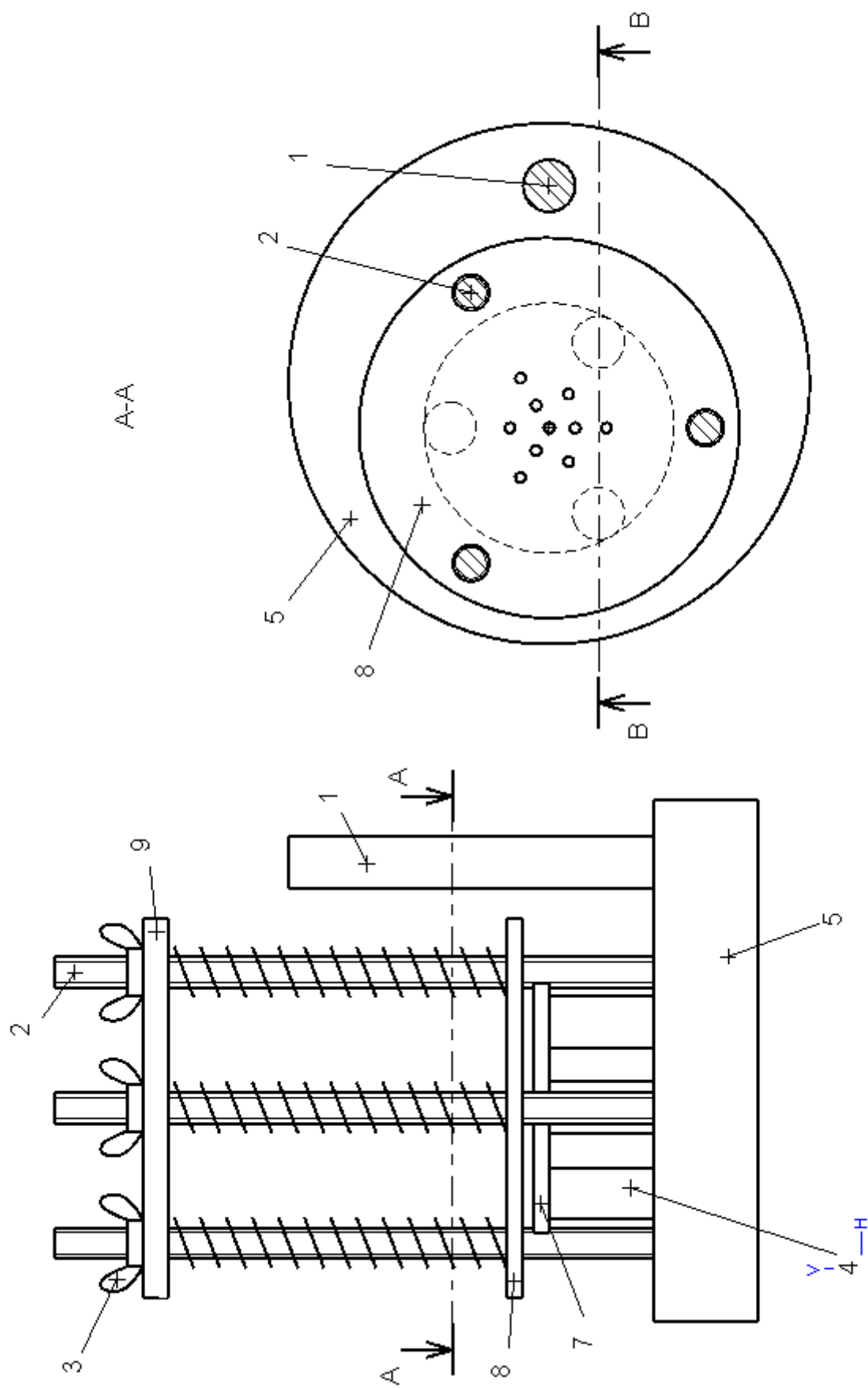


Comparaison du gain pratique et théorique du filtre Notch :



Annexe 7 : Dossier de plans du porte échantillon.

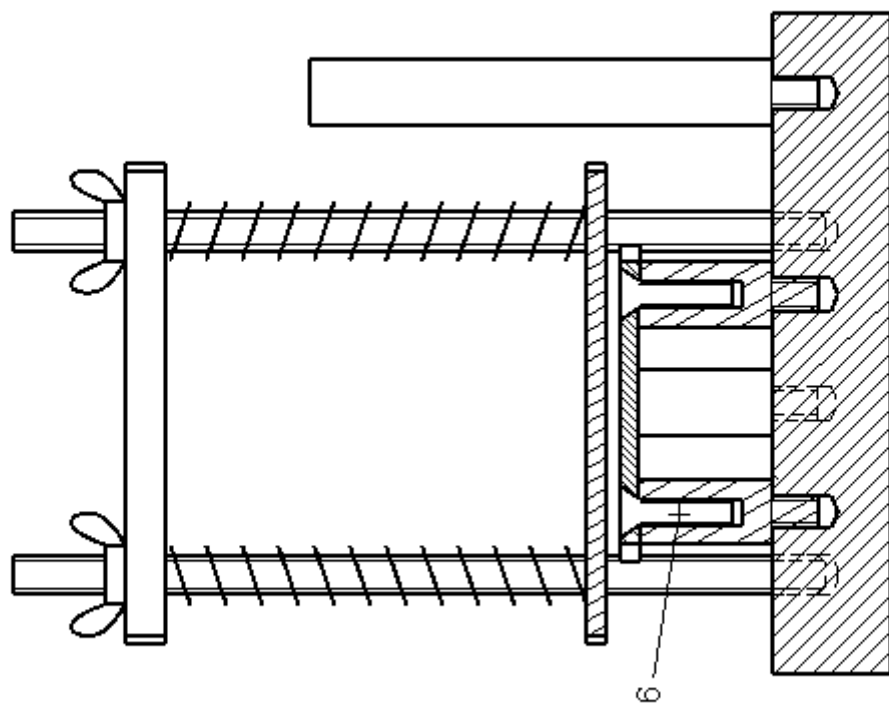
Numéro	Description	Quantité
1	Tige cuivre pour la thermalisation des fils	1
2	Tige filetée	3
3	Écrou papillon	3
4	Tige acier inoxydable 304, support de la plaque 7	3
5	Plaque de cuivre inferieur	1
6	Vis en laiton, assemblage de 4 et 7, M4, L=14mm sous, tête tête fendue	3
7	Plaque de cuivre supportant l'échantillon	1
8	Plaque de cuivre supportant la bobine	3
9	Plaque assurant la pression des ressorts 12	1
10	Ressorts	3



VUE D'ENSEMBLE DU PORTE ÉCHANTILLON

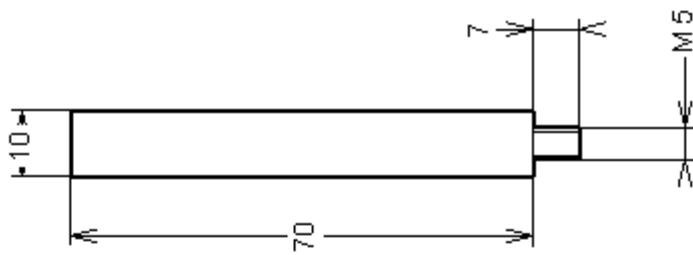
ECHELLE 1/1





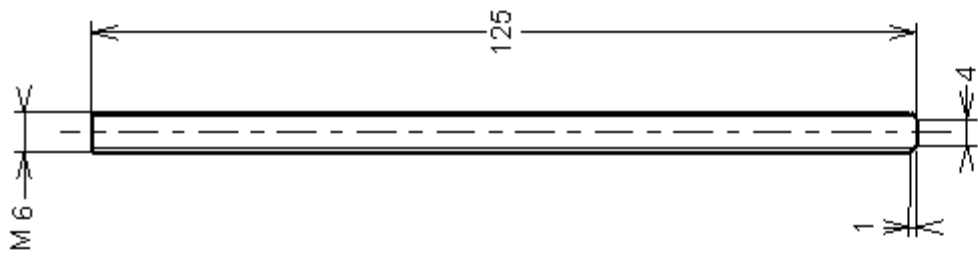
COUPE DU PORTE ÉCHANTILLON

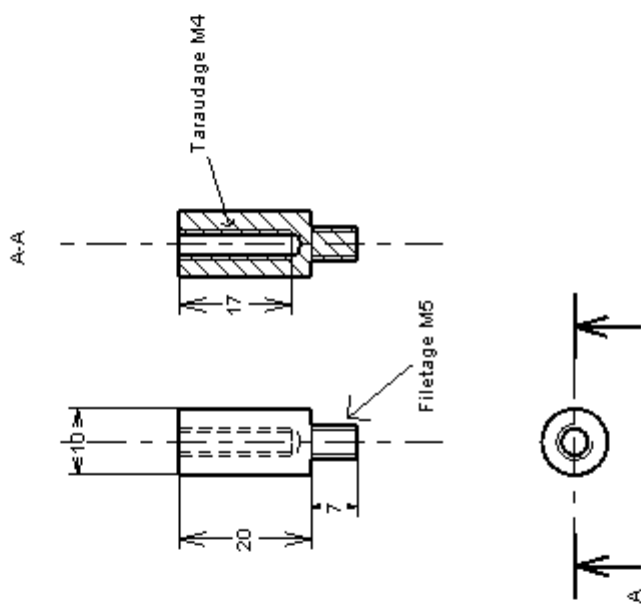
⊕ ECHELLE 1/1

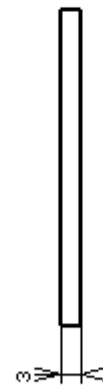
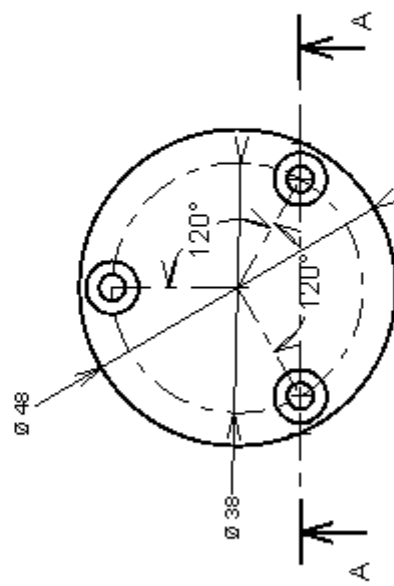


⊕ ECHELLE 1/1

PIÈCE 1 : TIGE EN CUIVRE QUANTITÉ 1

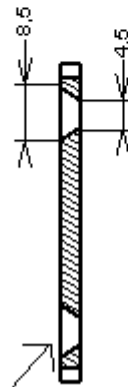




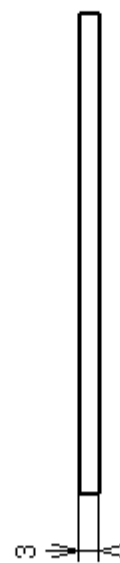
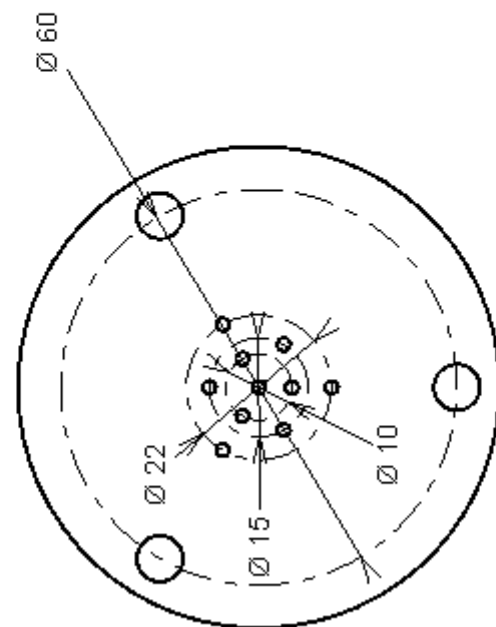
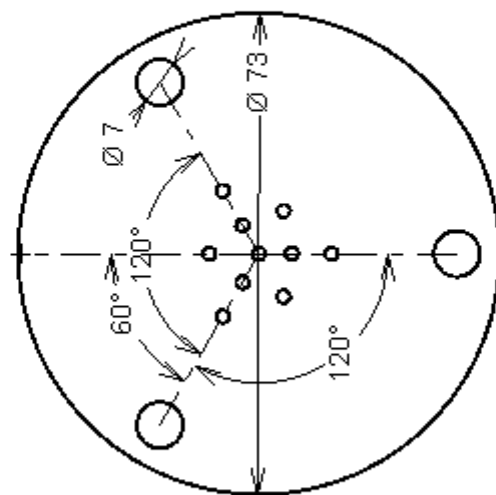


A-A

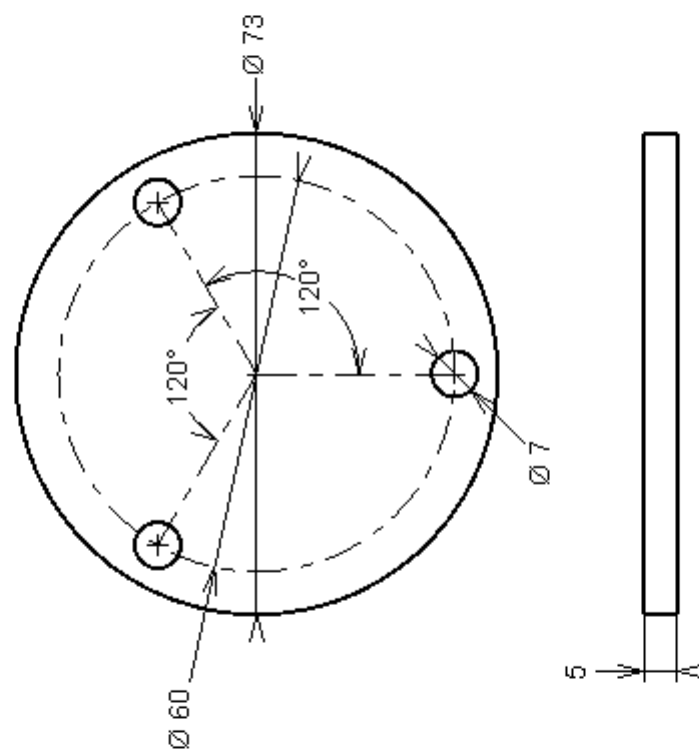
Chanfrein (la vis en laiton ne doit absolument pas dépasser)



La même vue a été dessinée deux fois pour plus de clarté sur les cotations



Tout les petits perçages ont le même diamètre (2mm)

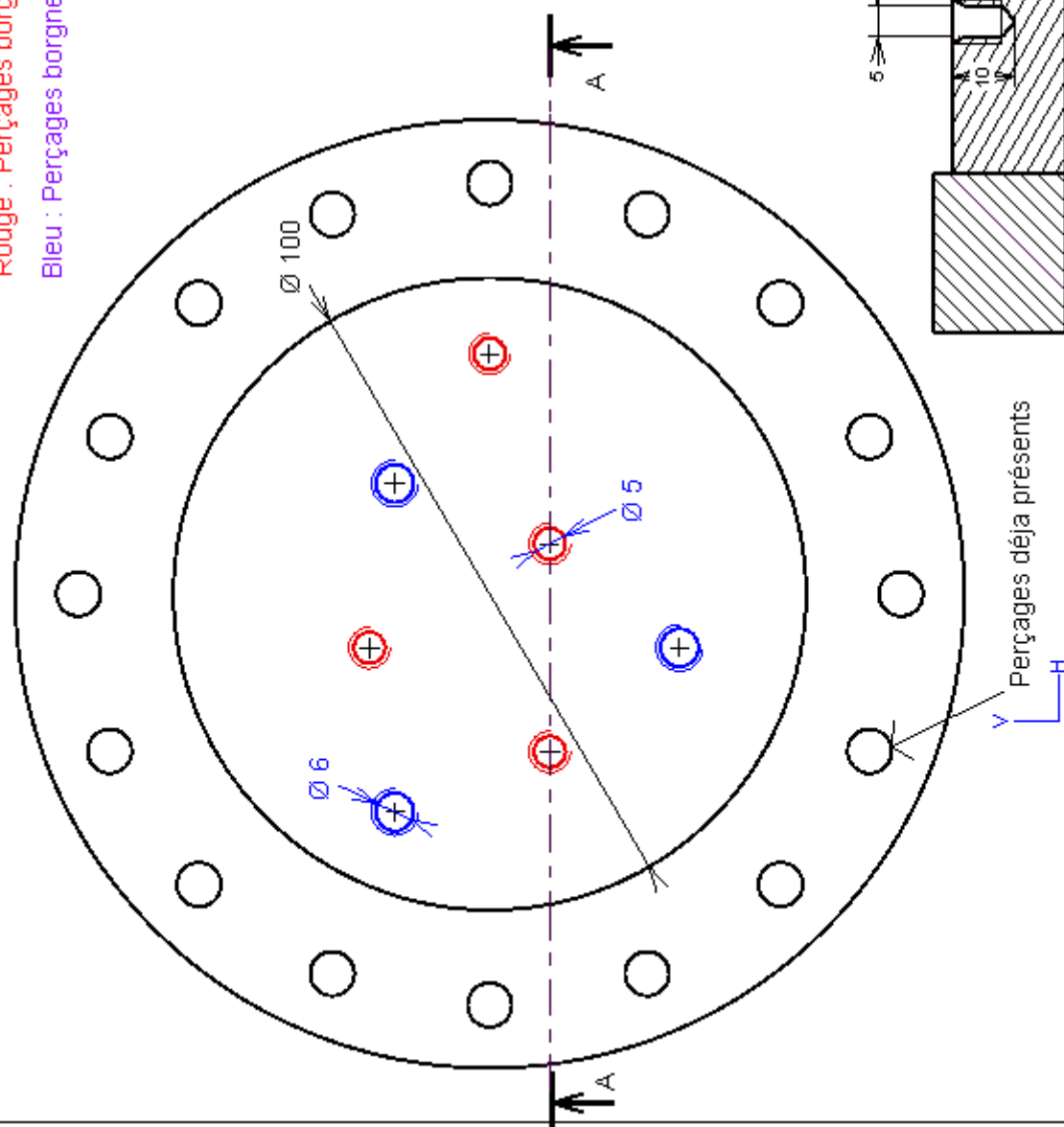


PIÈCE 9 : PLAQUE ALUMINIUM ÉPAISSEUR 5MM QUANTITÉ 1

ECHELLE 1/1

Rouge : Perçages borgnes sur une profondeur de 10mm , Taraudés M5

Bleu : Perçages borgnes sur une profondeur de 10mm , Taraudés M6



Chanfreins à réaliser sur les perçages M5 de manière à ce que les pièces 1 et 4 arrivent en appuis sur la plaque inférieure

Coupe A-A

Taraudage M5

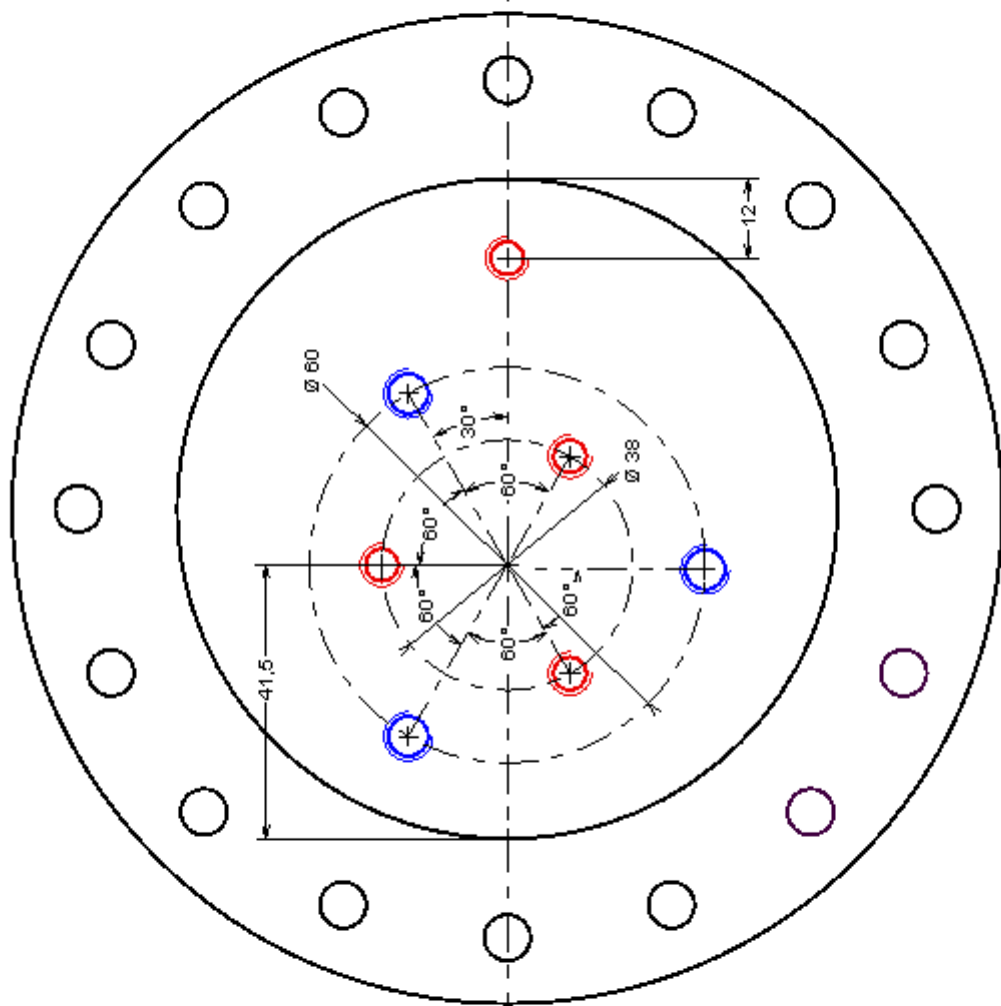
Perçages déjà présents



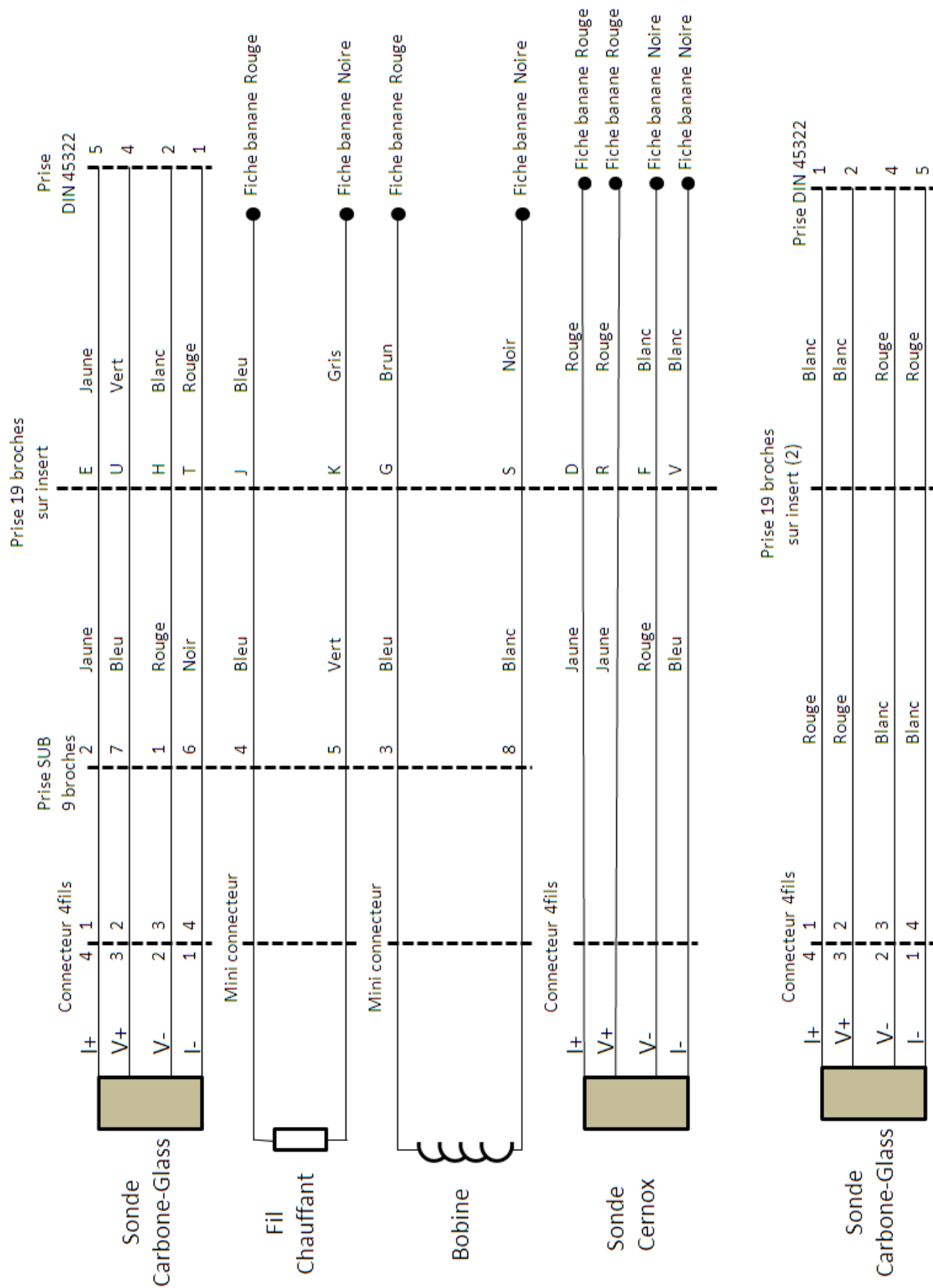
ECHELLE 1/1

PERÇAGES PLAQUE INFÉRIEUR (PAGE 1)


Même vue que sur la page précédente mais avec les cotations



Annexe 8 : Schéma de câblage du montage.



Annexe 9 : Certificat de contrôle d'étanchéité du cryostat.

	Enregistrement		Réf :
	CERTIFICAT DE CONTROLE D'ETANCHEITE		Page 1 sur 1

1	Données Générales : Test d'étanchéité des vides d'isolement d'un cryostat vertical (local RRR)		
Projet : R&D Claire Antoine		Lieu du contrôle : Saclay	Date du contrôle :
Ensemble à contrôler : > N° de Série : > N° de Plan : > Description : Vides d'isollements d'un cryostat		Référence opération : > N° de Phase : > N° de Lot :	

2	Etendue du Contrôle (Sur quelle(s) partie(s) de l'ensemble à contrôler le test est-il entrepris ?)		
<input checked="" type="checkbox"/> Test Global de l'ensemble <input type="checkbox"/> Test Limité aux soudures <input type="checkbox"/> Test Limité aux piquages joints à bride			

3	Conditions du Contrôle (Comment et avec quel(s) matériel(s) le test est-il entrepris ?)		
A - Méthode de détection utilisée (Cocher la case correspondante)			
> Contrôle sous Vide : <input type="checkbox"/> Global <input type="checkbox"/> Local par poches isolés ou au jet d'hélium			
B - Description du matériel de contrôle			
<input type="checkbox"/> Détecteur de fuite Pfeiffer HTL 270 <input checked="" type="checkbox"/> Détecteur de fuite Alcatel			

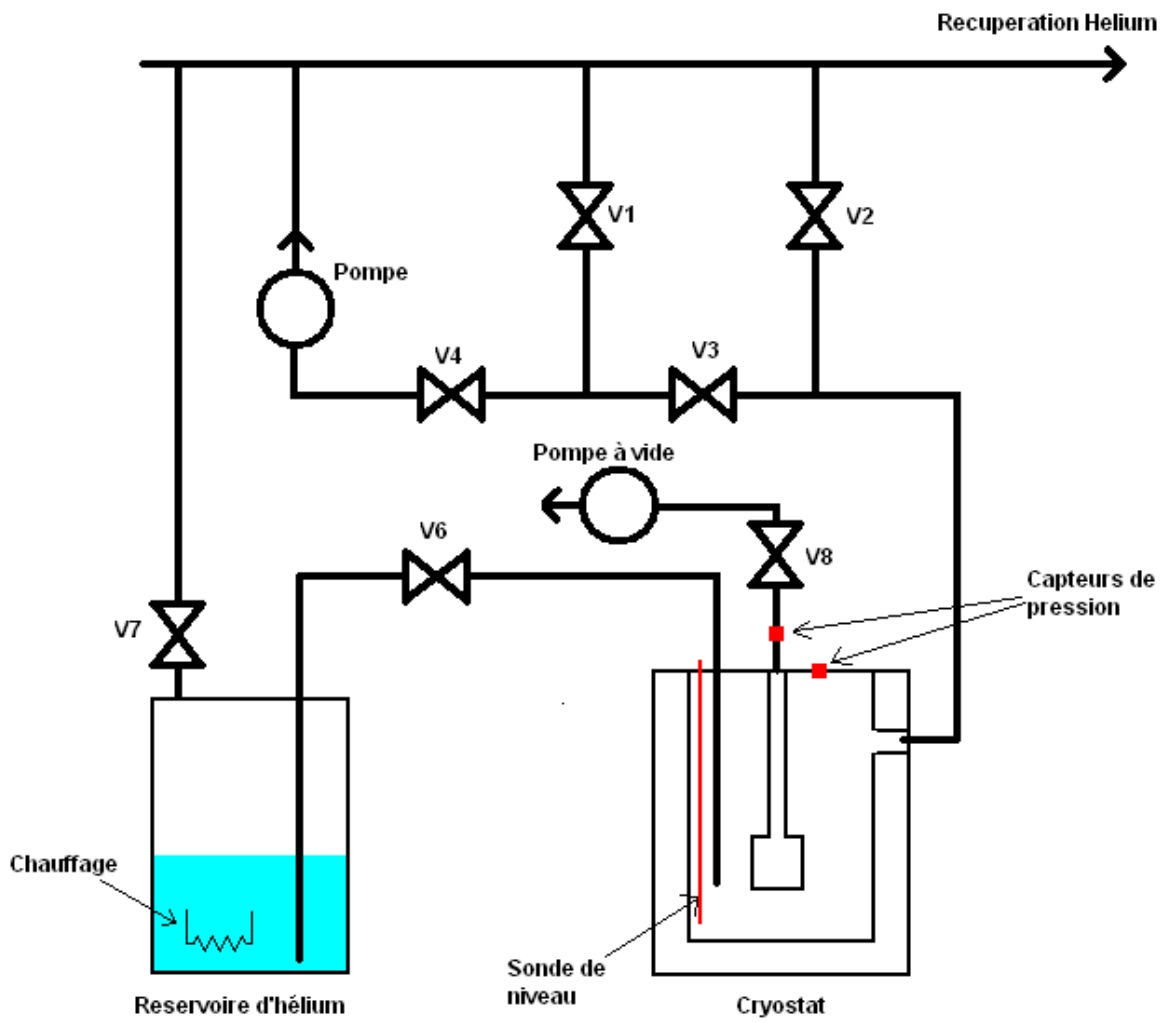
4	Exécution du Test		
Taux fuite du détecteur sur lui-même : 2X10 ⁻¹⁰ mbar L/S			
Taux fuite du détecteur sur le procédé à l'air : 6X10 ⁻¹⁰ mbar L/S			
Taux de fuite admissible : 1X10 ⁻⁰⁹ mbar L/S			
Taux de fuite du procédé sous He : 6X10 ⁻¹⁰ mbar L/S			

5	Résultat du test (Cocher la case correspondante)		
<input checked="" type="checkbox"/> CONFORME <input type="checkbox"/> NON CONFORME			

Observations : test d'étanchéité fait après un étuvage à 120°C pendant 24 heures et après avoir obtenu le vide limite de 1X10⁻⁷mbar. Le vide est scellé au niveau des raccords de pompage après le test.

6	Visa		
	Opérateur	Contrôleur	Approbateur
Nom	carbonnier		
Fonction	technicien		
Date			
Signature			

Annexe 10 : Schéma de raccordement du cryostat.



Annexe 11 : Calcul de bobines avec différentes sections de fil

Afin de pouvoir augmenter la densité de courant moyenne dans la bobine, il est possible d'utiliser un fil plus gros pour diminuer la proportion d'isolant dans celui-ci. Ceci permet d'augmenter le coefficient de remplissage et améliore le refroidissement.

Nous pouvons évaluer le coefficient de remplissage de deux manières :

- En prenant le pourcentage de cuivre dans le fil ;
- En prenant le pourcentage de cuivre dans le cas d'un conducteur placé dans un carré ayant comme longueur de côté le diamètre total du fil (cuivre + isolant).

De cette manière, nous pouvons considérer que les bobines réelles auront des caractéristiques comprises entre ces deux cas :

Ainsi voici ce que nous obtenons :

Diamètre cuivre (µm)	diamètre cuivre + isolant (µm)	% cuivre dans fil	% de cuivre dans un carré de côté le diamètre total du fil
100	112	0,797193878	0,626114607
50	62	0,650364204	0,510794851

Ceci nous donne un nombre de spires maximum et minimum (suivant la manière choisie pour évaluer le coefficient de remplissage). Avec une bobine de longueur 2,25mm, un diamètre intérieur de 1mm et extérieur de 5mm, nous obtenons :

Diamètre fil (µm)	Nombre de spires max	Nombre de spires Min
100	456,7584464	358,7372449
50	1490,524961	1170,655567

De la même manière, nous pouvons calculer un champ maximal et minimal pour un courant donné :

- Avec $J=60 \text{ A/mm}^2$ dans le cuivre (densité légèrement inférieure à celle qui a détruite la bobine test) :

Diamètre fil (µm)	Courant (A)	Champ max (mT)	Champ min (mT)
100	0,471238898	66	50
50	0,117809725	38	30

- Avec $J=190 \text{ A/mm}^2$ (si le RRR du cuivre est égal à 100, nous l'avons multiplié par 10 par rapport à la bobine test, nous pouvons donc multiplier la densité de courant par $\sqrt{10}$ pour avoir la même puissance dissipée et atteindre 190 A/mm^2) :

Diamètre fil (µm)	Courant (A)	Champ max (mT)	Champ min (mT)
100	1,49225651	209	158
50	0,373064128	119	94

- Si, de plus, le refroidissement est amélioré du fait de la plus faible proportion d'isolant dans la bobine, nous pourrions peut-être atteindre une densité de courant de 220 A/mm^2 :

Diamètre fil (µm)	Courant (A)	Champ max (mT)	Champ min (mT)
100	1,72787596	231	182
50	0,43196899	139	109

Résumé

Ce stage concerne la réalisation d'un magnétomètre pour supraconducteurs nanocomposites. Il s'agit de mesurer localement leur premier champ critique en fonction de la température et de comparer ces résultats à des supraconducteurs classiques.

Le principe est d'appliquer un champ magnétique sinusoïdal sur le supraconducteur. Le premier champ critique est mesuré grâce à la détection des harmoniques apparaissant lorsque le supraconducteur passe de l'état Meissner à l'état mixte. C'est une méthode de mesure originale, qui a été très peu utilisée.

Il a fallu dimensionner le magnétomètre, aussi bien d'un point de vue thermique qu'électrique puis le réaliser.

Mots clef: magnétomètre, supraconducteurs, couches minces, cavités radiofréquence, accélérateurs.