

# Thermométrie sous vide

5ème Ecole Technologique du Réseau des Technologies du Vide  
Toulouse – Juin 2023

- Température : une définition universelle ?
- Les 2 familles de thermomètres (et pourquoi la distinction n'est pas si nette)
- Thermométrie pratique aux basses températures
- La mesure et ses écueils

- Unités de base et définition absolue :
  - 7 unités de base définies au niveau international (kg, m, s, A, K, mol, cd)

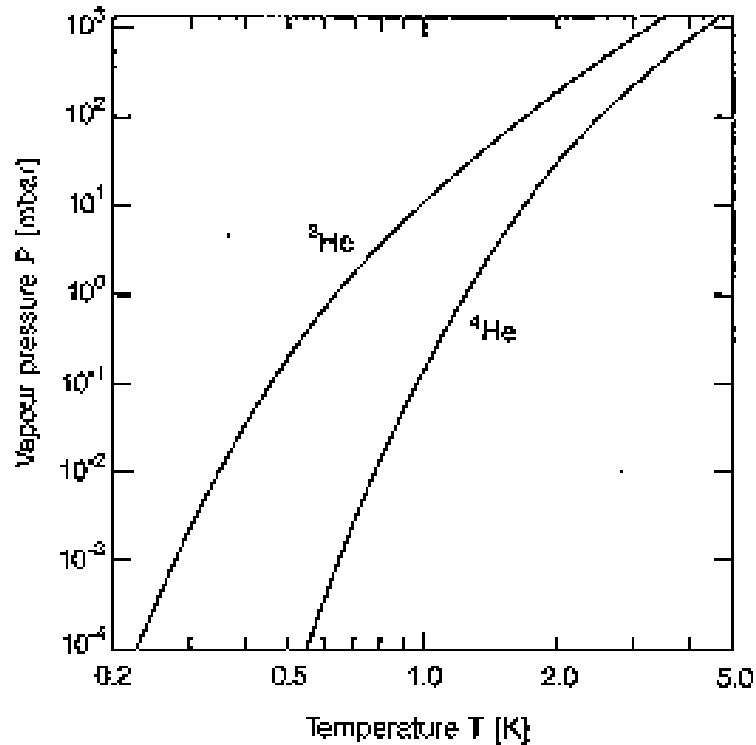


- Petit à petit, on tend à remplacer des étalons matériels (ex : cylindre de platine pour la masse) par des étalons fondés sur des constantes physiques. Par exemple : le mètre est défini à partir de la vitesse de la lumière.
- En 2018, il a été proposé de définir la température à partir de la constante de Boltzmann  $k$  (ou  $k_b$ )

- On ne mesure jamais directement une température  $\Leftrightarrow$  on mesure une autre propriété physique, par exemple la résistance électrique, la pression de vapeur saturante, etc dont l'évolution dépend de T
- Comment définir un étalon de température ? Réponse : par consensus. Plusieurs laboratoires effectuent la même expérience et s'accordent sur les valeurs à retenir.
- Echelle en vigueur = ITS-90 : définie pour  $T > 0,65$  K, PLTS-2000 (0,9 mK) est reconnue



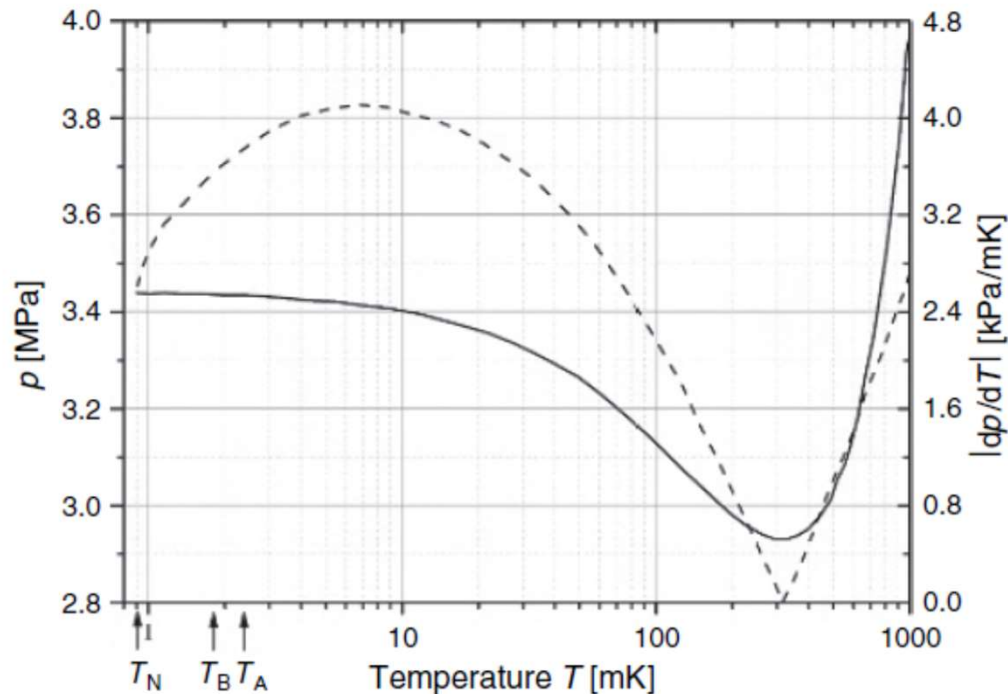
- ITS-90 (côté températures cryogéniques) :
  - Pression de vapeur saturante de  $^3\text{He}$  et  $^4\text{He}$  (0,65 K – 5 K)



$$T = \sum_{i=0}^9 A_i \left( \frac{\ln p - B}{C} \right)^i$$

- Egalement points fixes (principalement transitions de phase) : par ex.  $T$  équilibre liquide vapeur pour Ne à 1,01325 bar = 24,5568 K

- PLTS-2000 : référence de température jusque 1 mK
- Basé sur la courbe de fusion du  $^3\text{He}$  qui inclut 3 points fixes  $\Rightarrow$  échelle pratiquement admise 0,9 mK  $\rightarrow$  1 K



$$p/\text{MPa} = \sum_{i=-3}^{+9} a_i \cdot (T_{2000}/\text{K})^i$$

- Nota : sensibilité  $\sim$ nulle au minimum, mais  $\sim$ point fixe

- Approche complémentaire = points fixes basés sur des transitions supra (a priori non reconnu par BIPM)

Table 8.8

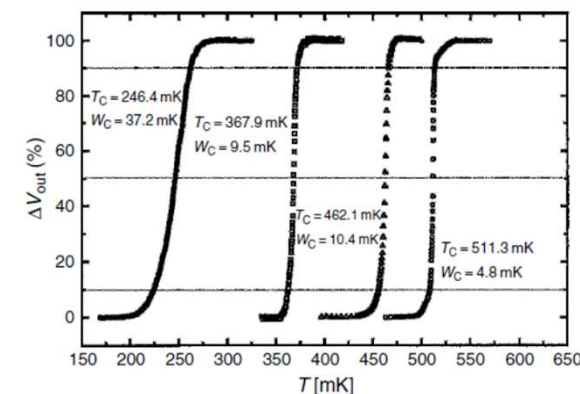
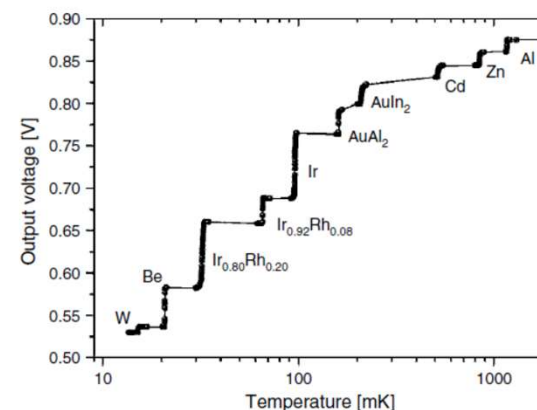
Superconducting transition temperatures of the six elements in the SRM-767a

Element	$T_C$ [K]
Nb	9.3
Pb	7.200
In	3.415
Al	1.180
Zn	0.851
Cd	0.519

Table 8.10

Properties of superconducting materials in SRD1000 device.

Proposed reference temperature [mK]	Selected metal	Observed $T_C$ and $W_C$ [mK]	Accuracy determination of $T_C$
1180	Al	1182 (4.0)	0.007
850	Zn	850 (11)	0.004
520	Cd	519.5 (4.5)	0.01
208	AuIn <sub>2</sub>	208.0 (0.4)	0.0005
160	AuAl <sub>2</sub>	161.3 (0.3)	0.001
100	Ir	99.8 (0.5)	0.002
60	Ir <sub>0.92</sub> Rh <sub>0.08</sub>	61.3 (0.5)	0.002
35	Ir <sub>0.80</sub> Rh <sub>0.20</sub>	34.0 (0.9)	0.008
22	Ir <sub>0.73</sub> Rh <sub>0.27</sub>	20.5 (1.5)	0.03
15	W	15.0 (0.3)	0.07



- Résumé :
  - Une définition « universelle » de la température est en cours de réalisation
  - Une échelle pratique de température est admise à l'échelle internationale et descend jusque 0,9 mK
  - Pour définir une température de manière fiable, il faut disposer de thermomètres eux-mêmes calibrés à partir d'étalons
- La plupart du temps, on n'a pas besoin de ce niveau de précision, mais c'est une question à toujours avoir à l'esprit : comment a été étalonné ce thermomètre ? Est-il toujours fiable ?



- En général, on classe les thermomètres en 2 catégories :
  - ① Les thermomètres primaires = ne nécessitant pas de calibration
    - Les thermomètres secondaires = dont la T ne répond à aucune loi physique connue

## Common low-temperature thermometry

---

- ① Gas thermometry
  - 2 Vapour pressure thermometry
  - 3  $^3\text{He}$  melting pressure thermometry
  - 4 Thermoelectric power thermometry
  - 5 Resistance thermometry
  - ⑥ Noise thermometry
  - 7 Dielectric constant thermometry
  - ⑧ Electronic paramagnet thermometry
  - ⑨ Nuclear paramagnet thermometry (range 1–100  $\mu\text{K}$ )
  - ⑩ Nuclear orientation thermometry
  - ⑪ Coulomb blockade thermometry
-

- Exemple de thermomètre primaire et des limites (pratiques) de cette définition :
  - Thermomètre à gaz : basé sur la loi des gaz parfaits :  $pV = nRT$
  - Nécessite de se placer loin de la température de liquéfaction (gaz parfait), sinon corrections à apporter :

$$pV = nRT \cdot \left[ 1 + B(T) \cdot n/V + C(T) \cdot (n/V)^2 \right]$$

- Pour une utilisation en thermomètre primaire = absolue, on ne mesure que  $p$  (la précision de mesure définit partiellement celle de  $T$ ). Mais on doit alors connaître  $n$  et  $V$  avec précision... volumes mort, contraction thermique, adsorption sur les parois, etc
- En pratique, on s'accorde sur des points fixes (point triple de l'eau = 273,16 K, pressions de vapeur saturantes) => plus vraiment primaire...

- Autres thermomètres « primaires » :
  - Vitesse du son dans un gaz. Pour un gaz parfait ( $\gamma = C_p / C_v$ ,  $R$  : constante des gaz parfaits et  $M$  : masse molaire). Dans les faits : corrections à apporter

$$v_s = (\gamma \cdot RT / M)^{1/2}$$

- Thermomètre paramagnétique , en théorie (approximation « haute » température) :

$$\chi = \mu_0 M / B = \lambda / T$$

$$\lambda = \frac{N_0 J(J + 1) \mu_0 \mu_B^2 g^2}{3k_B}$$

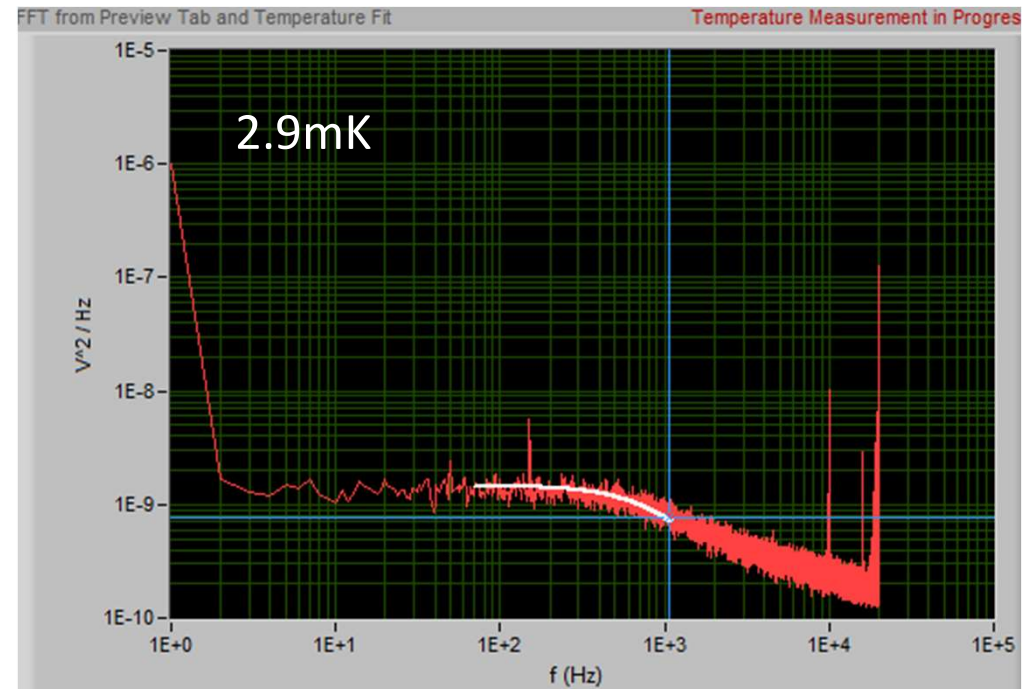
- En pratique (champ local différent du champ appliqué) :
- $\chi$  : susceptibilité magnétique,  $\lambda$  : constante de Curie,  $\Delta$  : constante de Curie-Weiss

$$\chi = \chi_0 + \frac{\lambda}{T - \Delta}$$

- Autres thermomètres « primaires » :
  - Fluctuations de tension aux bornes d'une résistance dues à l'agitation thermique des électrons :

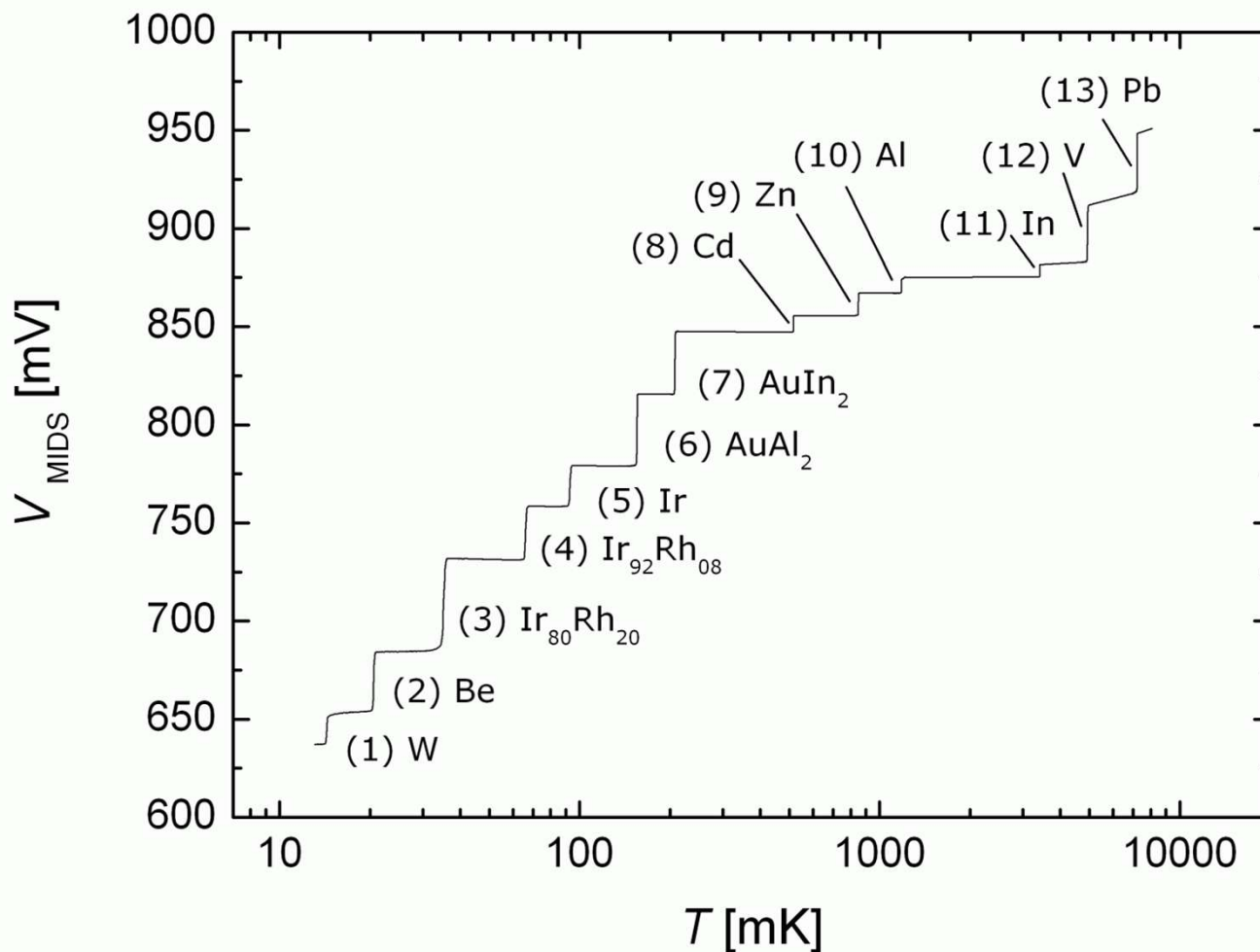
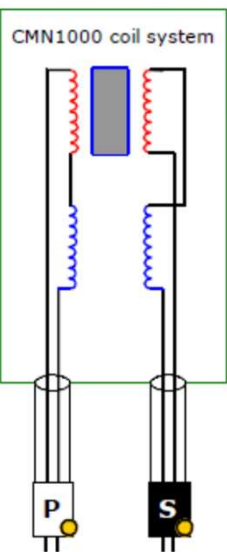
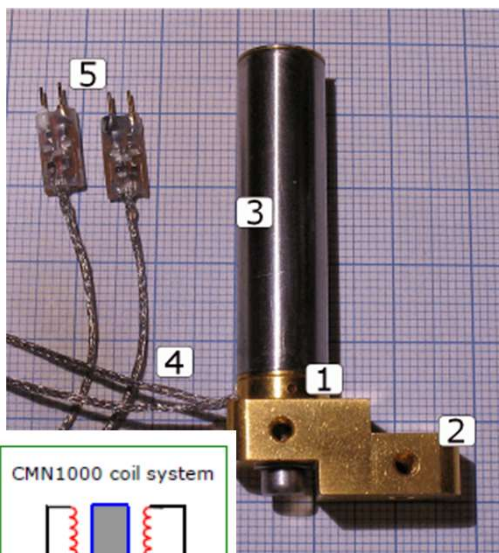
$$\langle u^2(\nu) \rangle = 4 K_b RT \Delta \nu$$

$K_b$  constante de Boltzman  
 $R$  résistance  
 $T$  température  
 $\Delta \nu$  intervalle de fréquence



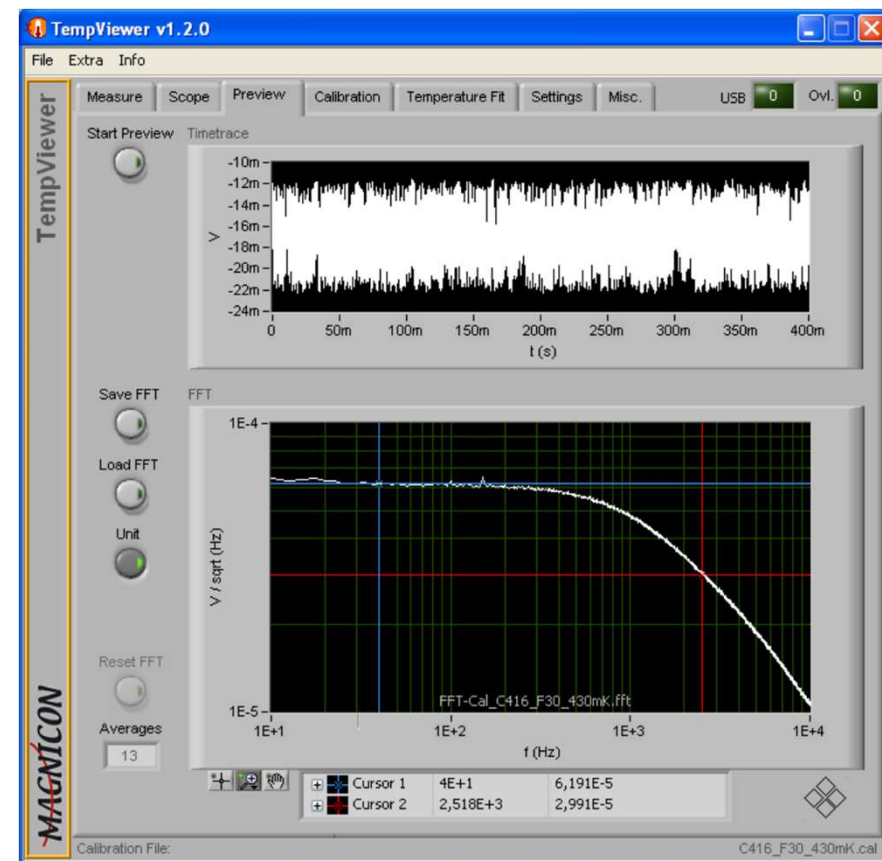
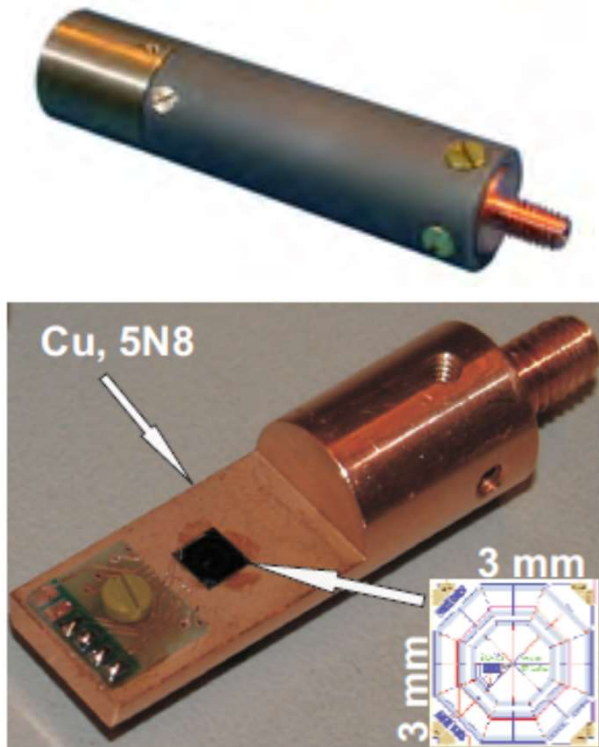
- Recommandations pratiques sur les thermomètres primaires :
  - 1) Ils n'existent pas vraiment (sauf labos de métrologie)
  - 2) Ils sont souvent compliqués à mettre en œuvre (sauf thermomètre à gaz, mais peu pratique aux températures cryo = proche liquéfaction)
  - 3) Pour les fans : 2 propositions de thermomètres pseudo primaires :
    - Thermomètre paramagnétique couplé à des points fixes
    - Thermomètre « à bruit » ou « à SQUID » ou « MFFT »

- Thermomètre paramagnétique CMN 1000 + SRD 1000



<https://hdleiden.home.xs4all.nl/srd1000/>

- Thermomètre à bruit
  - Gamme 1 mK - 1,6 K. Très reproductible.
  - Temps d'acquisition long / soft pas top / fragile

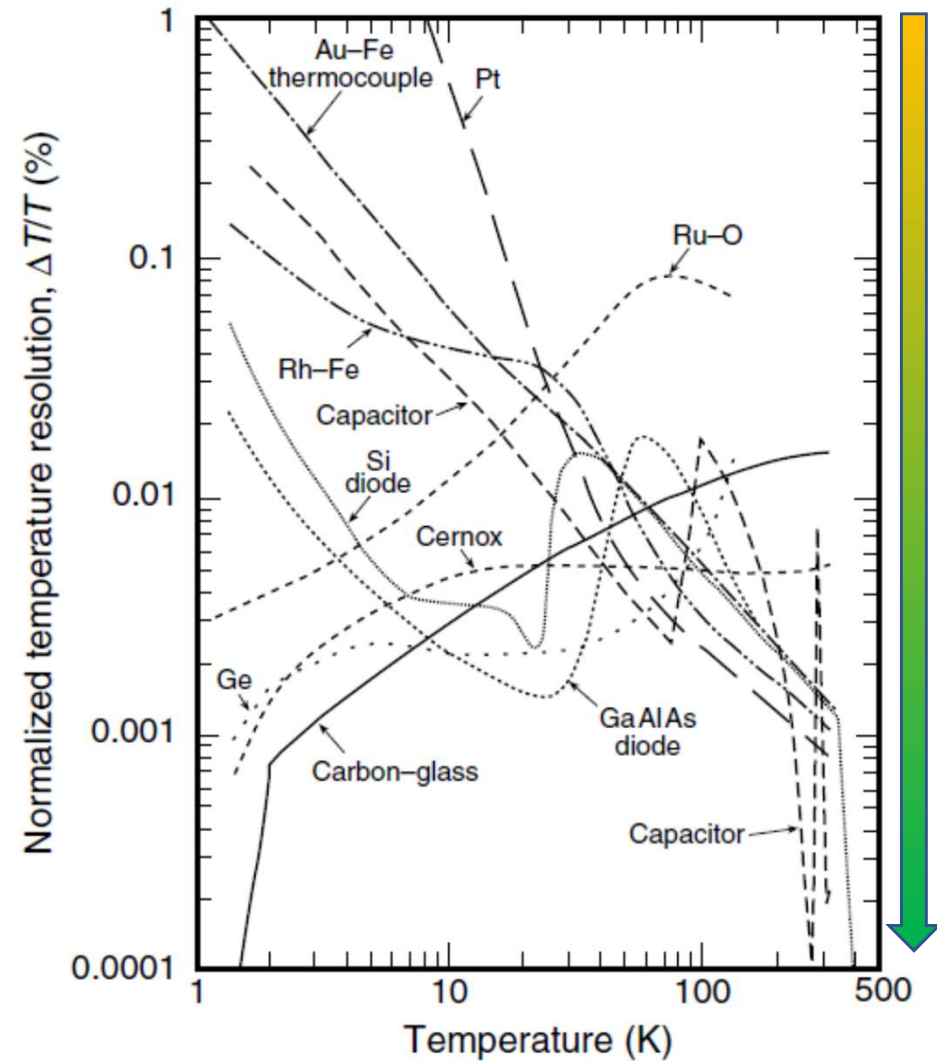
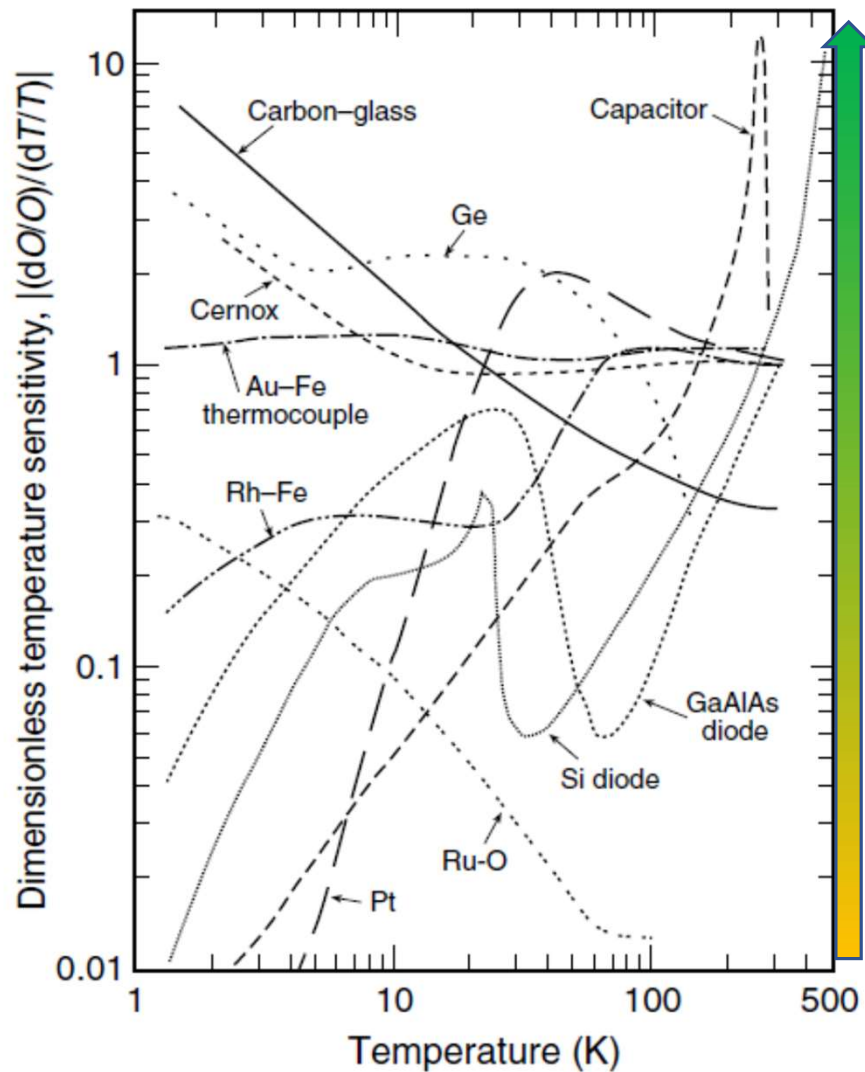


<http://www.magnicon.com/squid-systems/noise-thermometer>

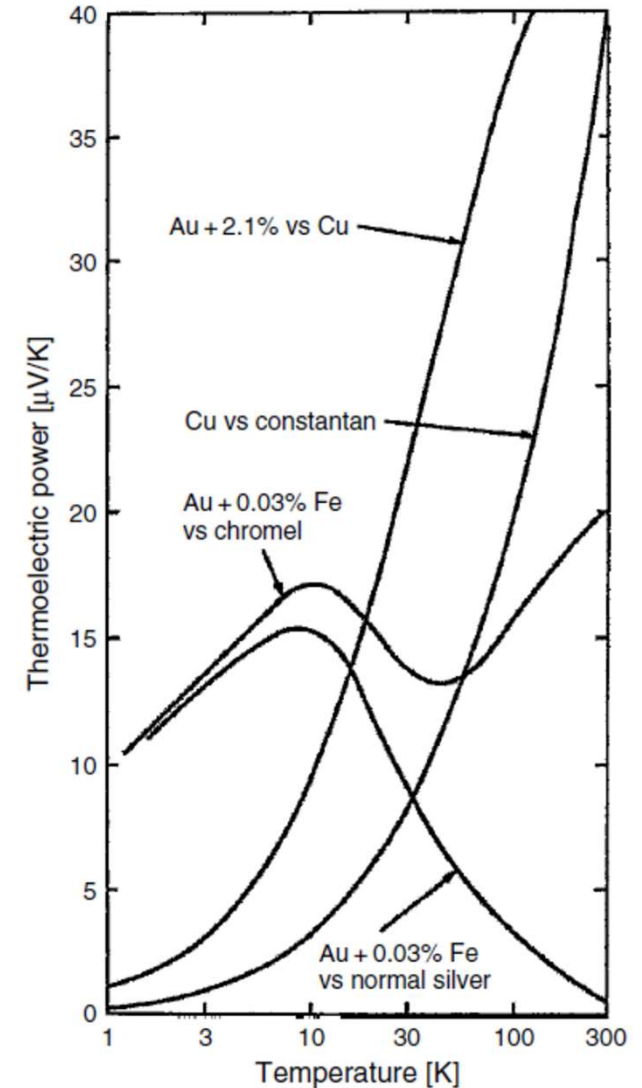
- En pratique, on utilise des thermomètres secondaires (donc calibrés via un étalon). Les avantages :
  - Simples à mettre en œuvre
  - Souvent robustes
  - Peuvent offrir une bonne résolution
  - Peuvent offrir une bonne sensibilité
  - Faible inertie thermique
  - Faible temps d'acquisition



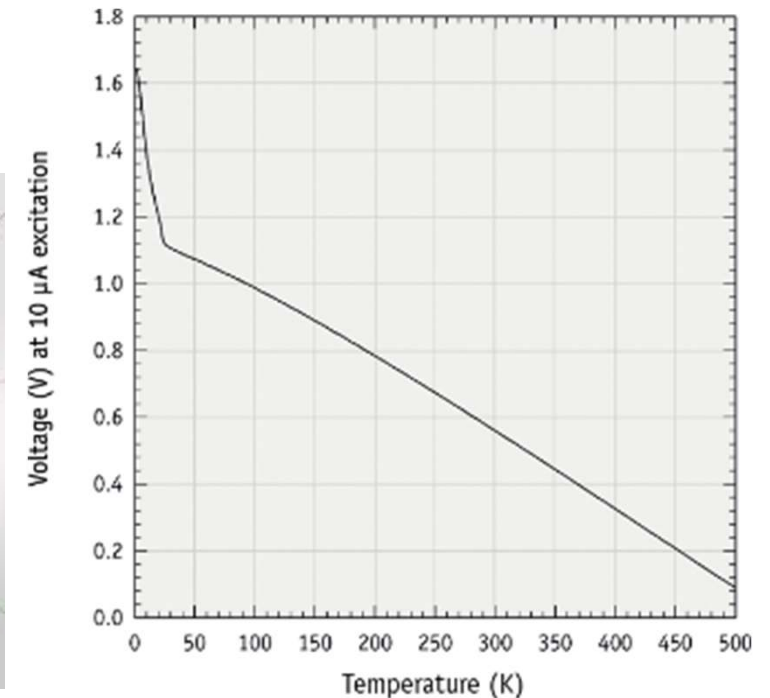
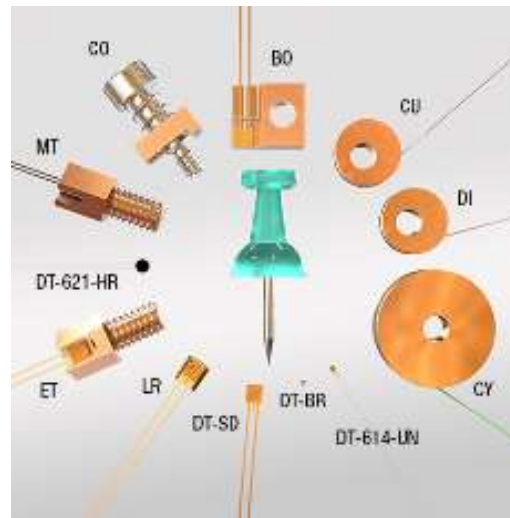
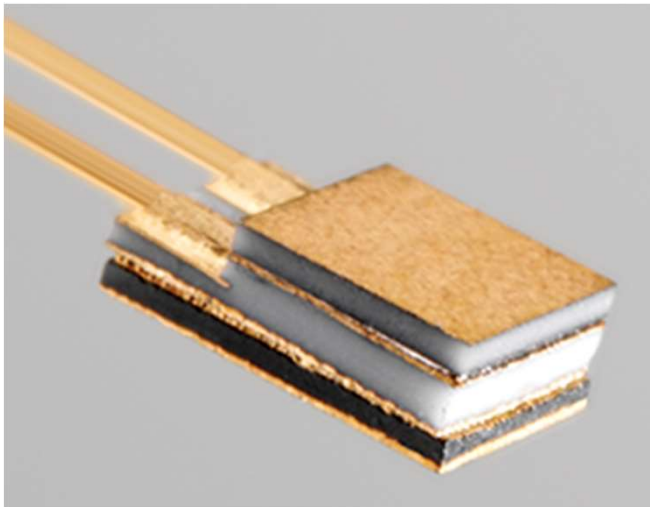
- Sensibilité & Résolution



- Les thermocouples :
    - Faible inertie
    - Mesure (électronique acquisition) simple (sauf à TBT)
    - Pas cher !
    - Insensibles au champ magnétique
    - Pas d'effet Joule
    - Mais faible sensibilité !
- => Généralement pour  $T > 20$  K



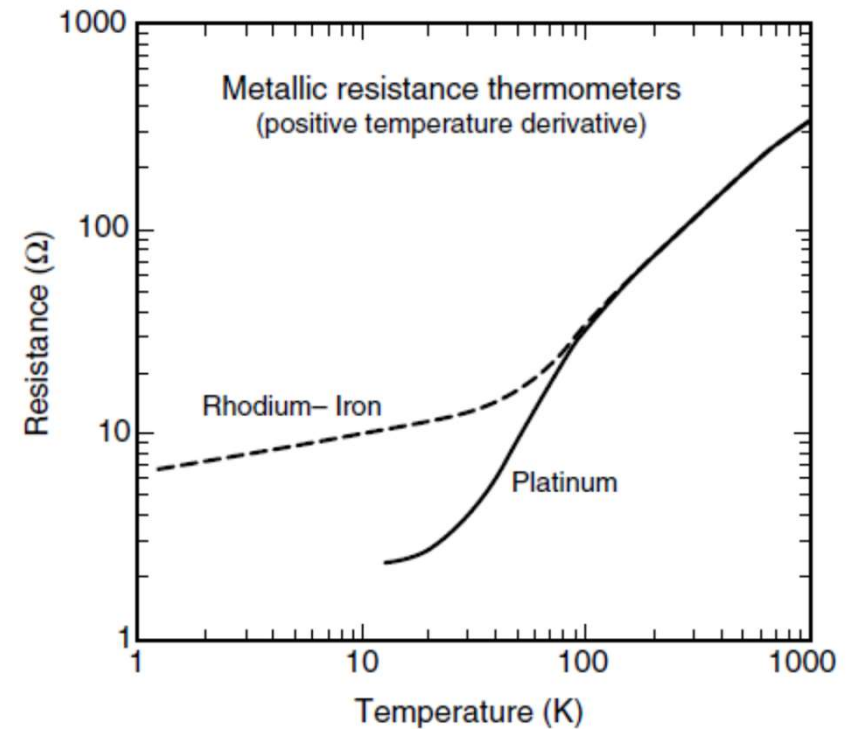
- Les diodes :
  - Peu onéreux (si pas de calibration individuelle)
  - Mise en œuvre simple (dont instrumentation)
  - Reproductible (y compris entre diodes)
  - Gamme 1,5 K – 300 K
  - Sensible au champ magnétique



- Les résistances métalliques
  - 20 K pour Pt et  $\sim 2$  K pour Rh-Fe
  - R décroît avec T de façon (presque) linéaire
  - Très bonne reproductibilité
  - Faible sensibilité au champ magnétique (+ reproductible => tables)



Capteur de  
température  
 ★★★★★  
**1,89€**  
 Le prix Iridi  
 Couleur: Pt  
 PT1002  
 PT1000  
 Quantité:  
  
 Livré vers:  
 Livraison



- Les résistances métalliques : exemple des Pt100 ( $T > 77$  K)

For  $T < 273.15$  K ( $0^\circ\text{C}$ ):

$$R(T) = R_0 [1 + A(T - 273.15) + B(T - 273.15)^2 + C(T - 273.15)(T - 273.15)^3]$$

For  $T \geq 273.15$  K ( $0^\circ\text{C}$ ):

$$R(T) = R_0 [1 + A(T - 273.15) + B(T - 273.15)^2],$$

where the constants in these two equations have the values

$$A = 3.9083 \times 10^{-3} / ^\circ\text{C}$$

$$B = -5.775 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C}^2$$

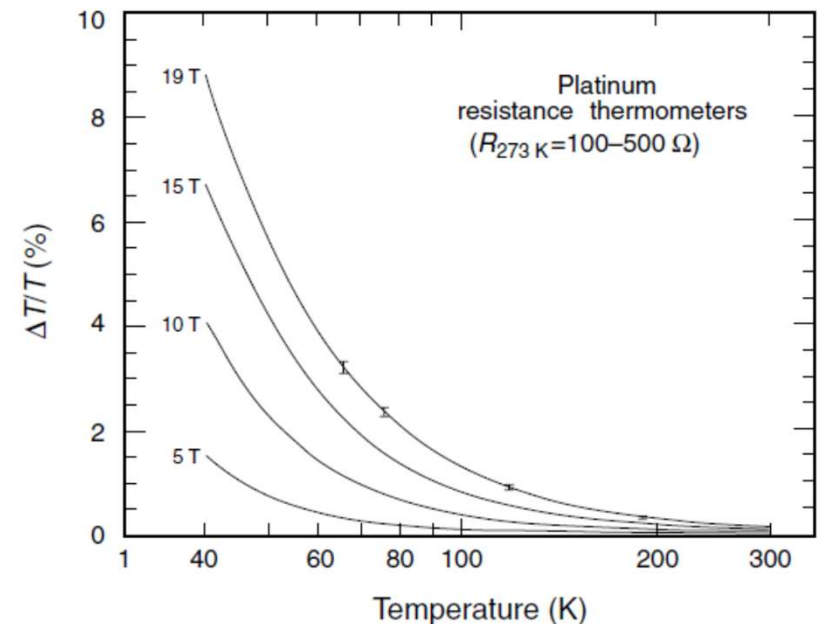
$$C = -4.183 \times 10^{-12} / ^\circ\text{C}^4$$

$$R_0 = 100 \Omega.$$

Interchangeability tolerance:

$$\text{Class A: } \Delta T(\text{K}) = \pm(0.15 + 0.002 |T - 273.15|)$$

$$\text{Class B: } \Delta T(\text{K}) = \pm(0.3 + 0.005 |T - 273.15|).$$



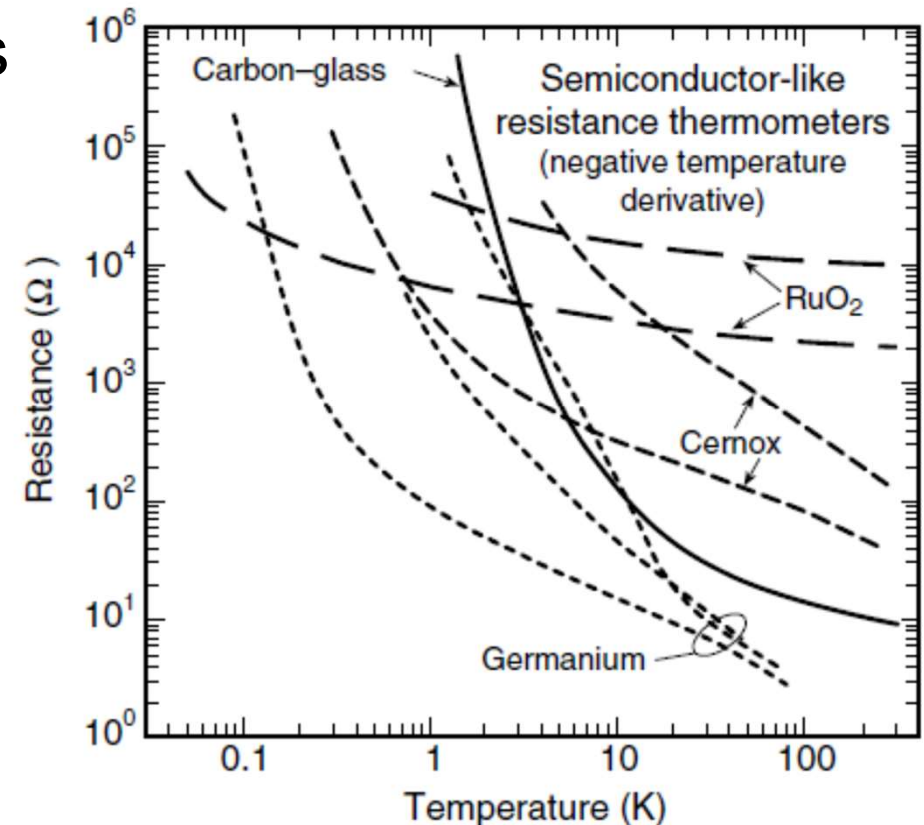
Nota : Pour  $T < 77$  K, R est fonction des impuretés, mais tables existent (simplement fonction du RRR).  $T_{\text{lim}} \sim 15$  K. Idem, corrections en champ magnétique tabulées.

- Les résistances non métalliques (type semi-conducteurs)

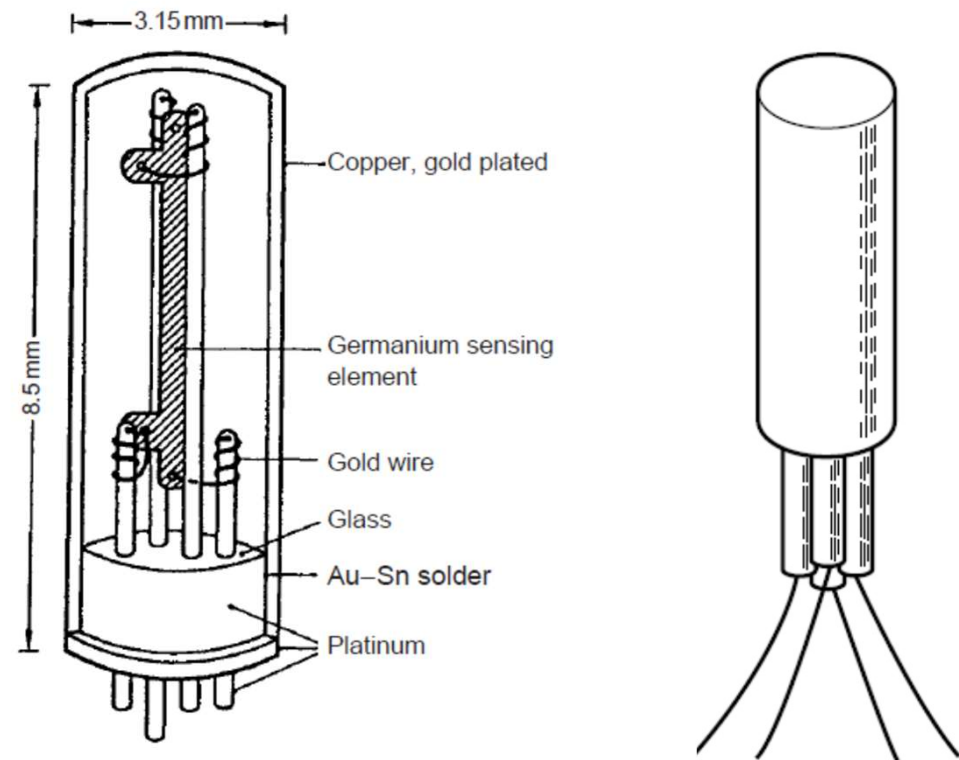
- Résistance augmente quand T diminue. Idéalement (mais jamais respecté) :

$$R(T) = \alpha \exp\left(\frac{\Delta E}{2k_B T}\right)$$

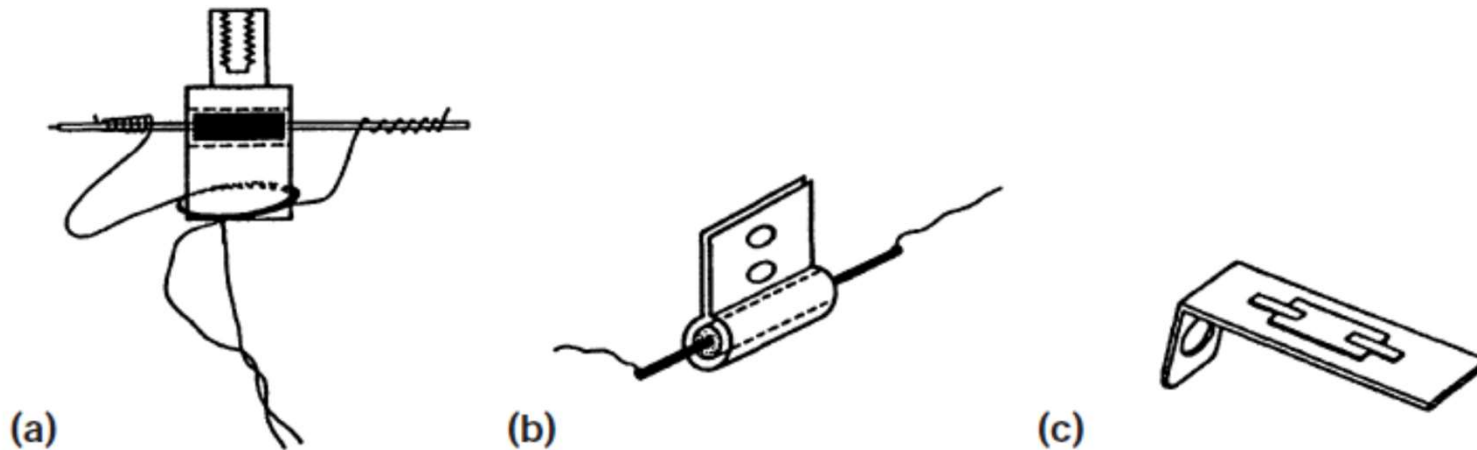
- Généralement compactes (thermalisation rapide)
- Sensibilité peut être très élevée



1) Sondes Ge : très reproductibles, grande sensibilité à BT. Sensibles aux contraintes mécaniques => problème thermalisation. Non recommandées en présence de champ magnétique.

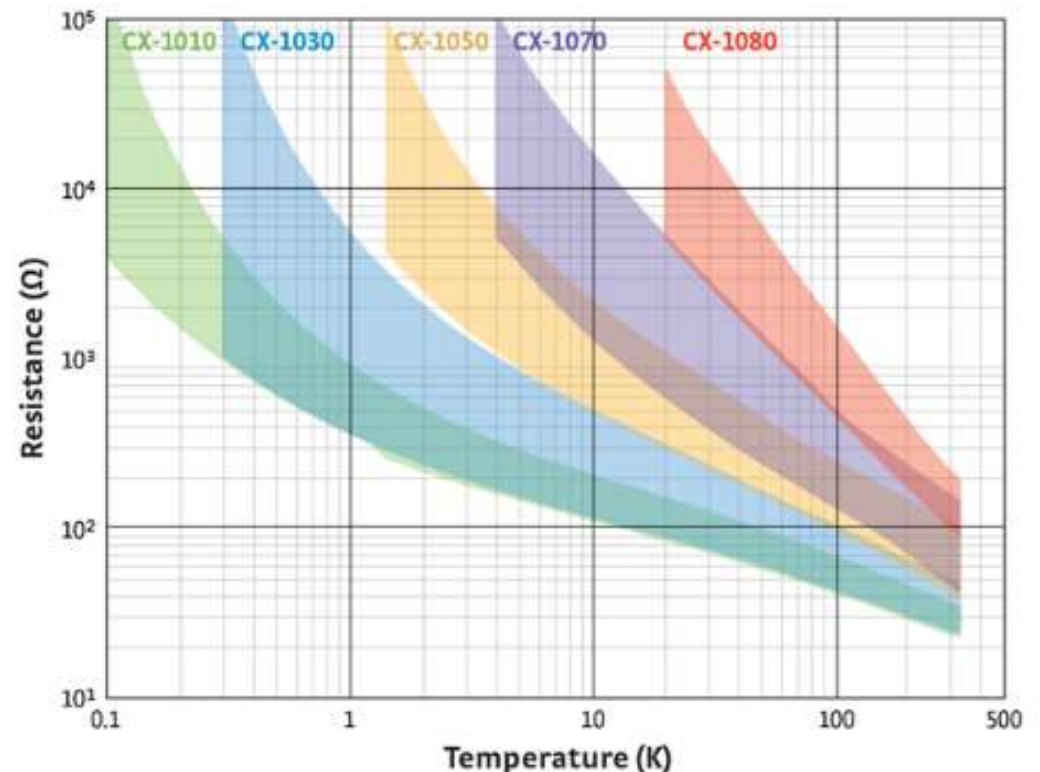


2) Sondes carbone initialement non cryo (Speer, Matsushita, Allen-Bradley) : très peu chères, risque de dérive dans le temps, contraintes de thermalisation, très communes dans les années 80

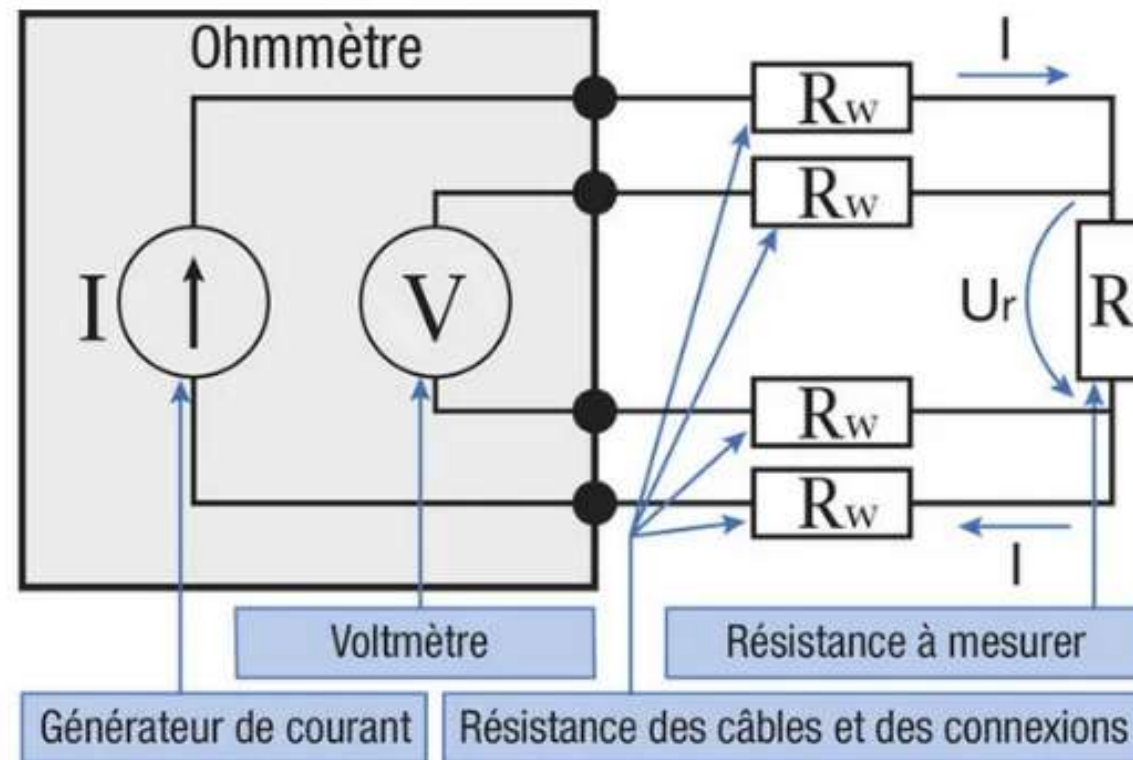




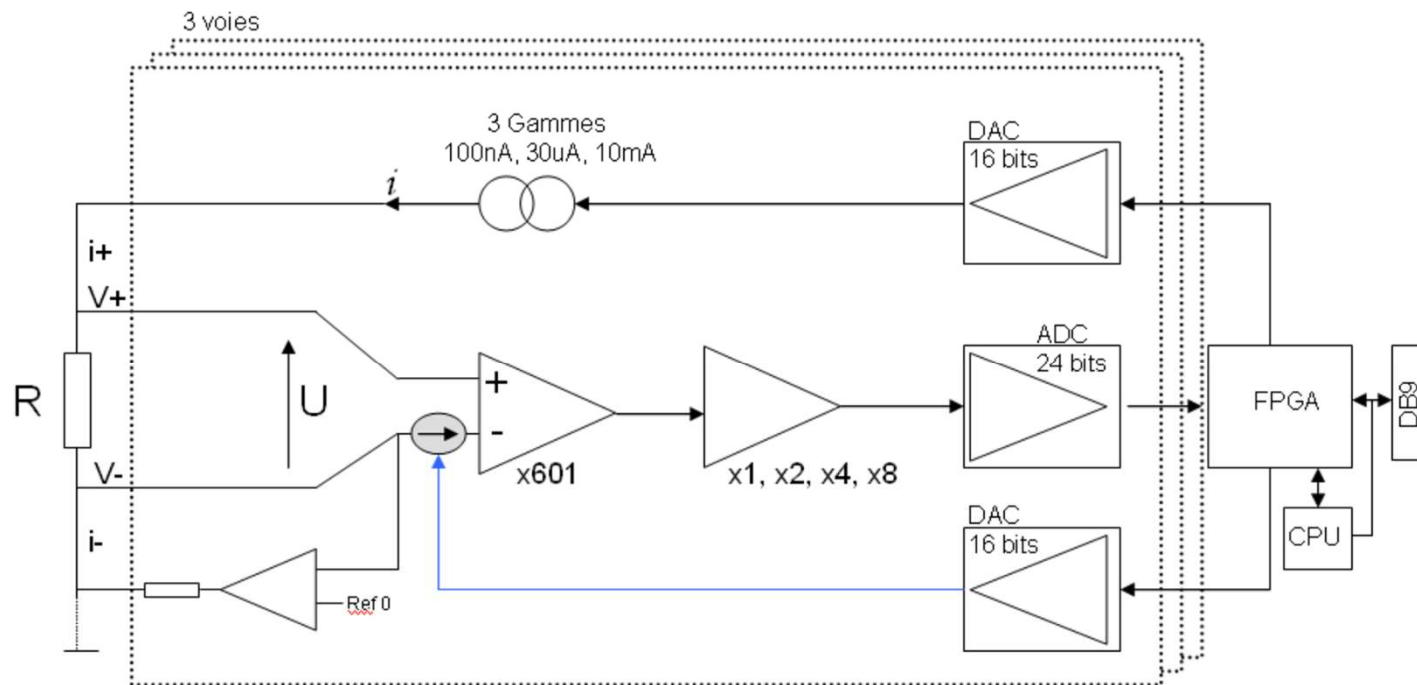
- Les résistances non métalliques (type semi-conducteurs) :
  - Sondes à couche d'oxyde ( $\text{RuO}_2$  ou ROX, Cernox) : peu onéreux (si non calibrée), moyennement reproductible, thermalisation assez aisée
  - Sensibles aux contraintes mécaniques (donc aux cyclages thermiques)
  - $\text{RuO}_2$  plus adapté pour  $T < 100 \text{ mK}$  (Cernox diverge)
  - Cernox très peu sensibles au champ magnétique



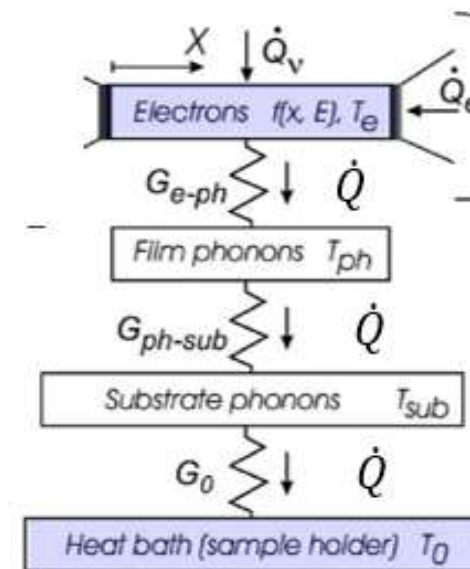
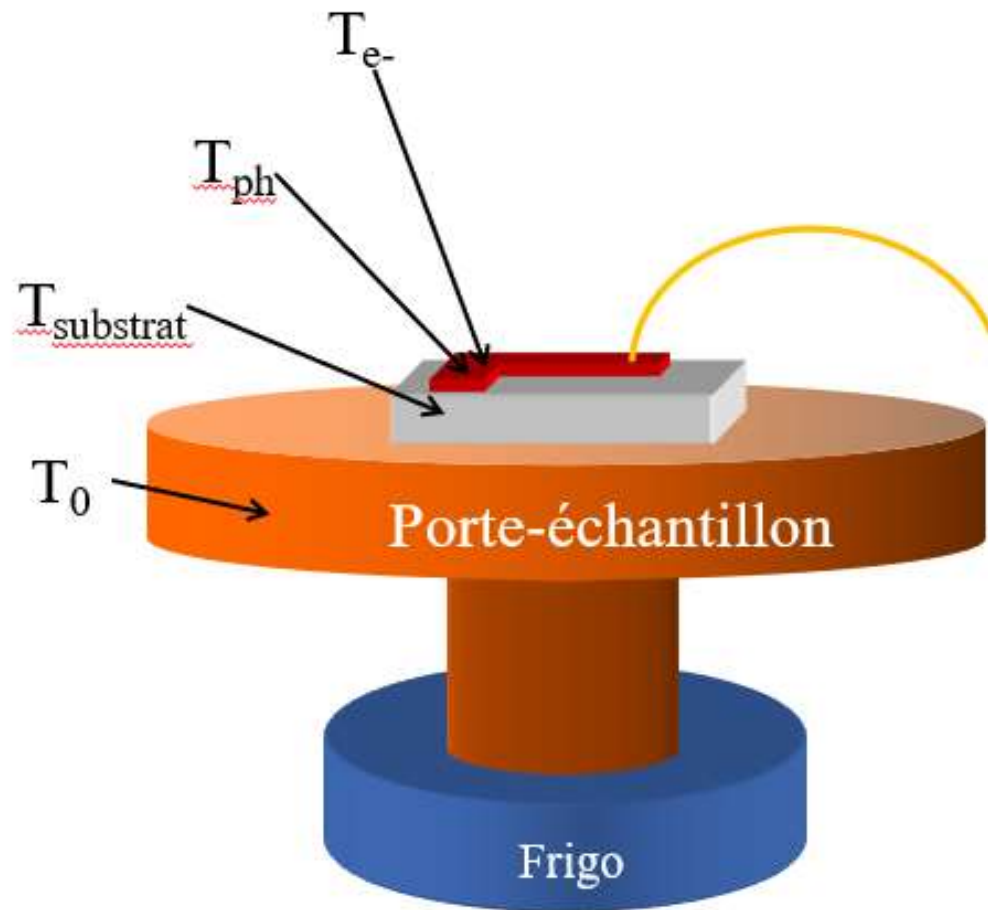
- Mesurer une résistance, surtout à TBT peut relever du casse-tête !
  - Mesure en 4 fils obligatoire :  $U = RI$ , mais quelle  $R$  mesure-t-on ?



- Choix d'une bonne électronique de mesure :
  - Mesure AC (effets thermoélectriques)
  - Mesure basses fréquences + filtres RF
  - Eviter les boucles de masse

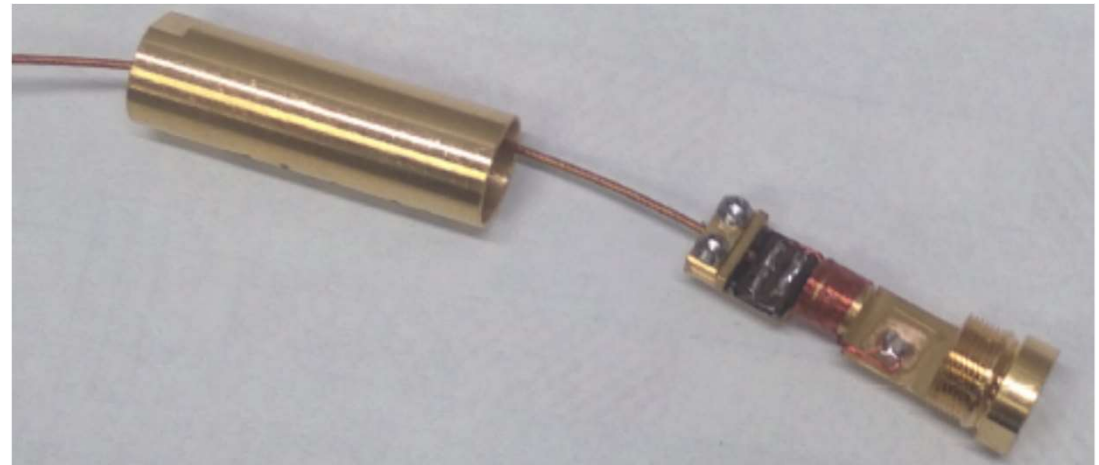
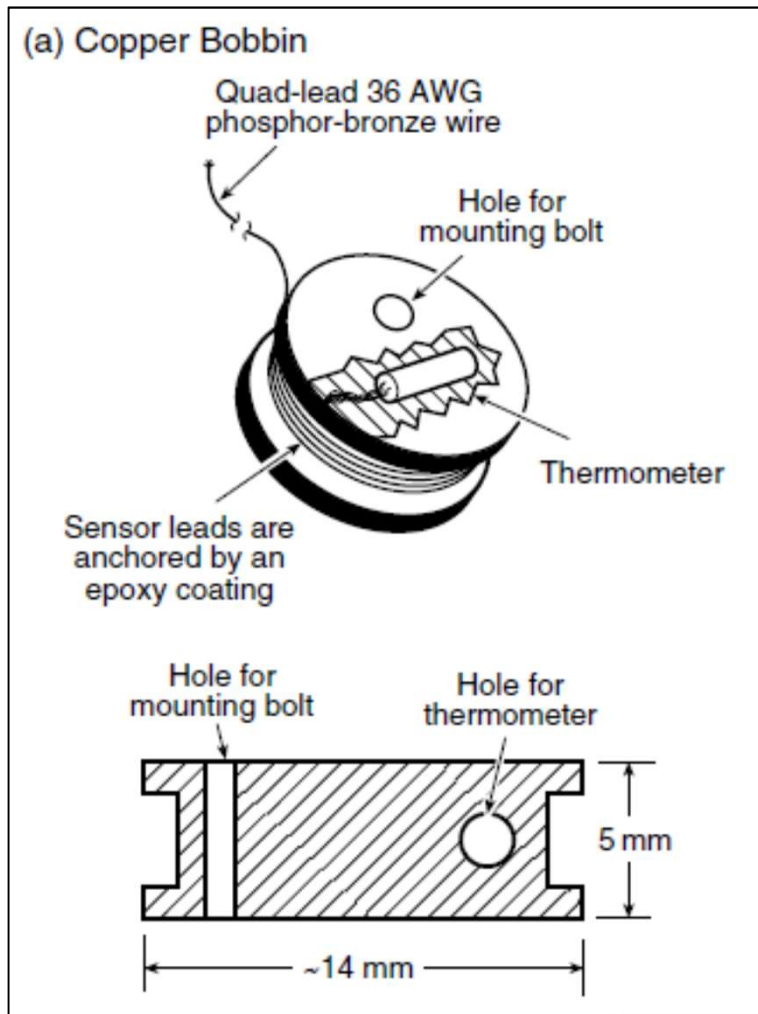


- Principal risque à BT : mauvaise thermalisation / auto-échauffement



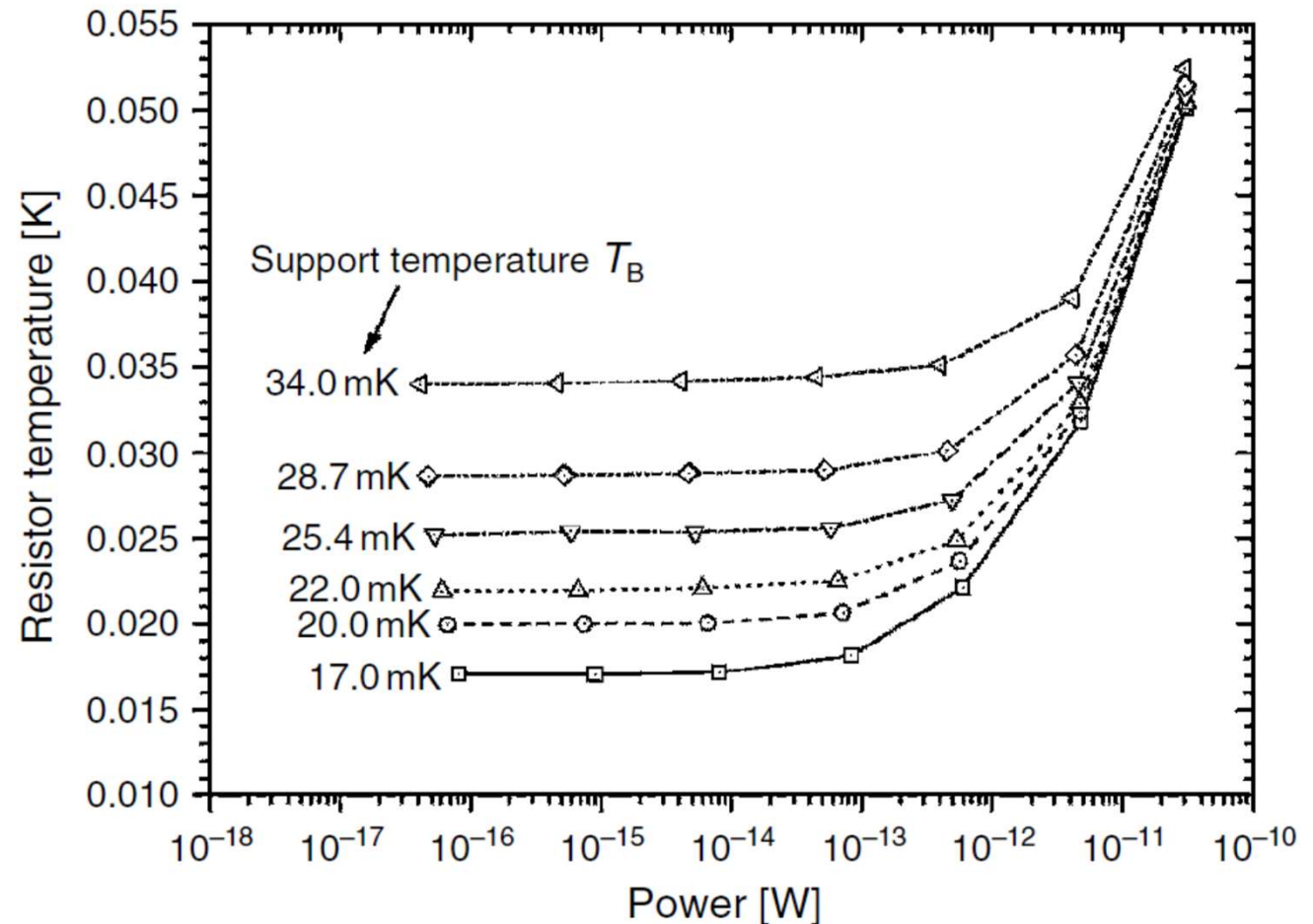
Giazotto *et al.*, RMP **78**, 217 (2006)

- La thermalisation est essentielle, y compris (et surtout) les fils de mesure :

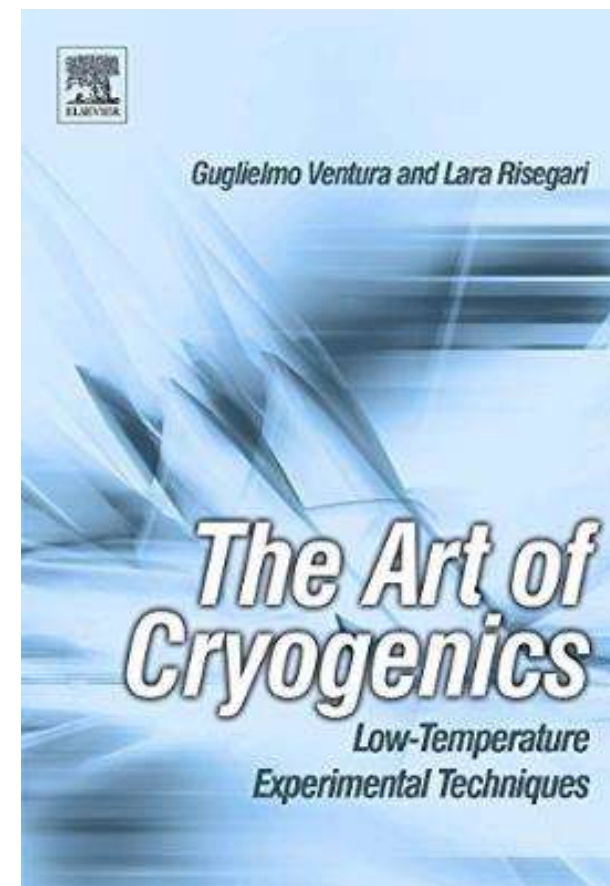
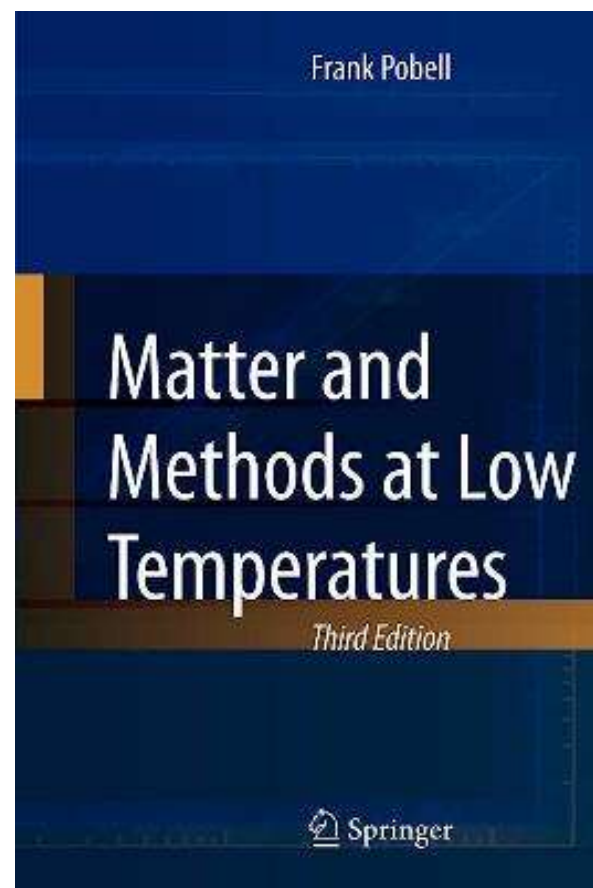
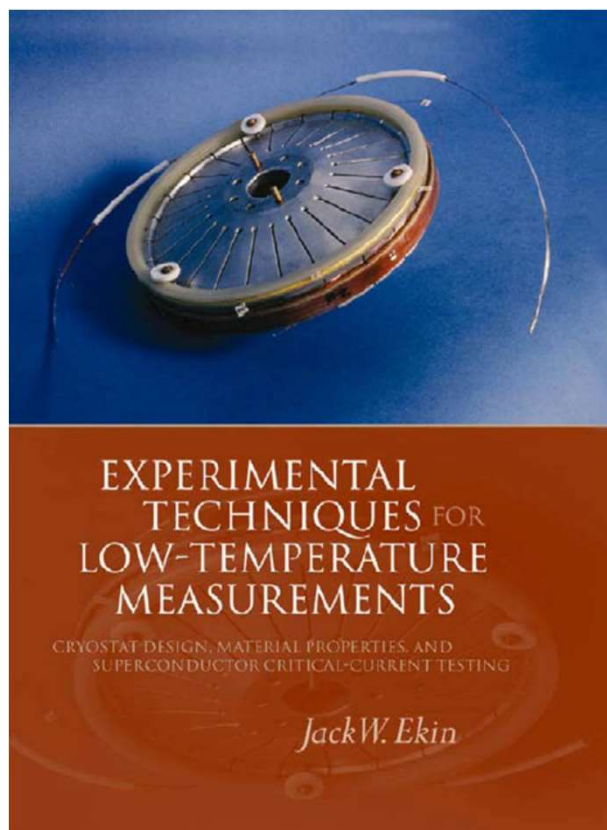


- A TBT : même des courants très faibles peuvent conduire à un auto-échauffement de la sonde

Attention aux mesures à courant fixe avec des sondes type semi-conducteur ( $Ri^2$ )



- Le cryostat n'est pas à la température attendue ?  
Commencer par incriminer la mesure de T !
  - La sonde est elle correctement thermalisée ?
  - Le courant de mesure est-il adapté ?
  - Rayonnement direct sur la sonde ?
  - L'étalonnage est-il fiable ?





- Autres thermomètres « primaires » :
  - Thermomètre à blocage de Coulomb (conductance tunnel à travers des jonctions supraconductrices)
  - Thermomètre à orientation nucléaire (émission  $\gamma$  anisotropique sous fort champ)

$$V_{1/2} = 5.439 N k_B T / e,$$

