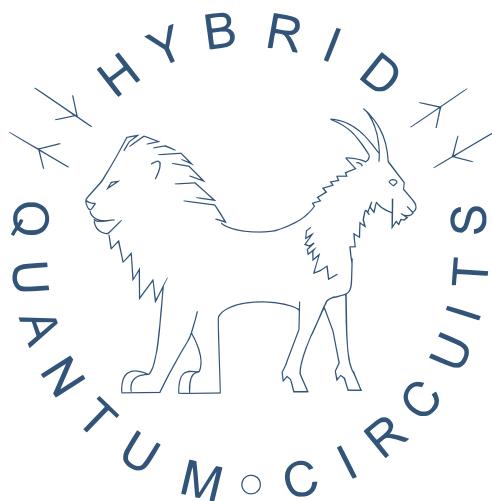

Rapport de Stage d'Application

Mise en place d'une expérience à très basse température et étude d'effets quantiques dans des systèmes nanométriques

FÉLIX PIÉDALLU

FILIÈRE PNS 2014-2015

Au sein de l'équipe HQC



Sous la direction de Takis KONTOS et Laure BRUHAT

Table des matières

Introduction	3
1 L'expérience	4
1.1 Des paires de Cooper dans une cavité à double-dot	4
1.2 Interactions avec un rayonnement micro-ondes	5
1.3 Une cohérence spatiale	6
1.4 Quelques exemples d'expériences	6
1.4.1 Cooper Pair Splitter	6
1.4.2 Couplage Spin/Trajectoire	6
1.4.3 Utilisation du champ magnétique	7
2 Le cryostat à dilution	8
2.1 Principe d'un cryostat à dilution	8
2.2 Cryostat sec : Principe du tube à gaz pulsé	9
3 Le câblage DC et RF	11
3.1 Choix des matériaux	12
3.2 Thermalisation électronique	13
3.3 Fabrication des lignes DC	14
3.3.1 Boîtier de thermalisation	14
3.3.2 Boîtier de filtrage	15
3.3.3 Blindage des câbles DC	15
3.4 Fabrication des câbles coaxiaux	16
3.4.1 Étapes de fabrication	16
4 Caractérisation des câbles coaxiaux	19
4.1 Paramètres du PNA	20
4.2 Résultats attendus	20
4.3 Guide de câblage	21
Bilan	22
Annexes	25
Guide de câblage du cryostat	26

REMERCIEMENTS

Je tiens à remercier Takis Kontos et Laure Bruhat pour m'avoir accueilli au sein de l'équipe HQC, ainsi que pour m'avoir encadré durant ce stage. De plus, je souhaite remercier l'ensemble des membres de l'équipe, avec lesquels j'ai pu échanger sur leurs projets de recherche. Enfin, je souhaite remercier Phelma Grenoble-INP pour m'avoir donné l'opportunité de réaliser ce stage.

Hybrid Quantum Circuits

L'équipe HQC fait partie du Laboratoire Pierre Aigrain, le laboratoire de l'ENS Ulm spécialisé dans la physique de la matière condensée et la physique mésoscopique.

Elle regroupe autour de Takis Kontos et Audrey Cottet plusieurs doctorants : Matthieu Baillergeau, Matthieu Desjardins, Matthieu Dartiaillh et Laure Bruhat, avec qui j'ai essentiellement travaillé durant mon stage.

L'équipe se concentre sur l'utilisation des nanotubes de carbone, en tant que double puits quantique ou qu'atome macroscopique (atome artificiel).

Le nanotube de carbone est placé dans une cavité résonnante dont on fait varier les paramètres, et donc la fréquence de résonnance. Les sujets de recherche sont donc essentiellement concertés autour de la spintronique et du transport quantique dans de tels milieux.

L'équipe met donc en place le modèle théorique d'une part, et s'occupe de la fabrication des échantillons et de la mise en place de l'expérience.

Le laboratoire est équipé d'un cryostat à Hélium3 (Oxford Heliox VL), d'un cryostat à dilution (Kelvinox Oxford MX250) et d'un cryostat à dilution sèche (Cryoconcept Cryofree), sur lequel j'ai travaillé dans le cadre de mon stage.

Introduction

Laure Bruhat a entamé depuis plus de deux ans une thèse portant sur la séparation des paires de Cooper intriquées dans une cavité micro-ondes et le transport quantique. Pour ce faire, elle a mis en place une expérience dans un cryostat à dilution sèche, fourni par CryoConcept.

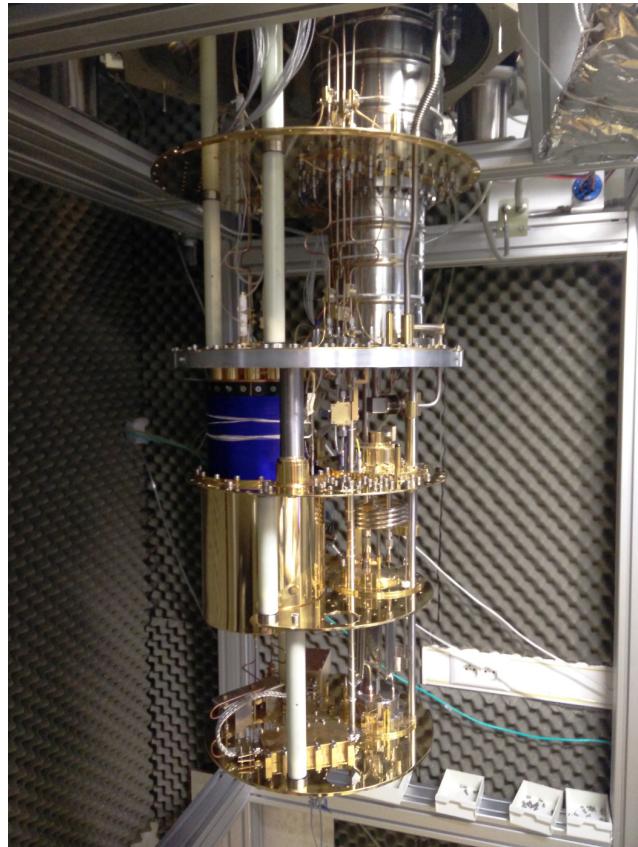


FIGURE 1 – Le cryostat ouvert avec la bobine (bleue)

Ce cryostat étant "spacieux", Takis Kontos et Laure Bruhat ont décidé d'y rajouter une expérience. Celle-ci serait placée au sein d'un champ magnétique, généré par une bobine installée dans le cryostat. Cette expérience pourra donc permettre d'étudier l'influence du champ magnétique ($\sim 700\text{mT}$) sur la séparation des paires de Cooper.

Mon travail consiste donc à comprendre l'ensemble du fonctionnement du cryostat, et à câbler la seconde expérience, de la fabrication des câbles à leur caractérisation et leur mise en place dans le cryostat. Il consiste aussi à mettre à froid pour les divers tests du cryostat après la mise en place de la bobine.

Chapitre 1

L'expérience

1.1 Des paires de Cooper dans une cavité à double-dot

L'expérience consiste à utiliser un nanotube de carbone afin de créer deux puits quantiques de part et d'autre d'une source située au milieu du nanotube.

On peut alors injecter depuis la source des paires de Cooper intriquées, afin d'étudier leur comportement dans un milieu de matière condensée, et la durée de vie de leur intrication.

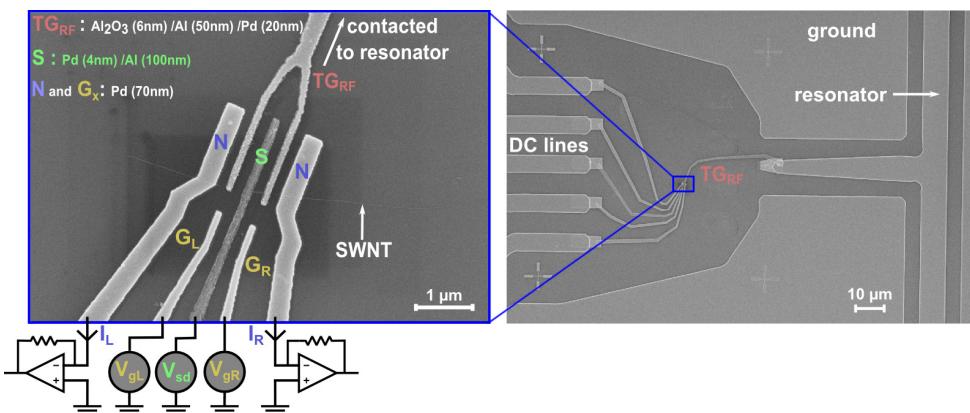


FIGURE 1.1 – Électrodes en contact avec le nanotube de carbone (SWNT)

La création des paires de Cooper s'effectue grâce à la nature supraconductrice de l'électrode source : de l'Aluminium.

On remarque sur la photo ci-dessus d'autres électrodes :

Les grilles (G_{L/R}) : Elles permettent de moduler les potentiels des puits quantiques

La grille rapide : Elle relie les grilles au résonateur, dans lequel est envoyé le rayonnement micro-ondes

Les sorties, qui permettent de mesurer le courant passé dans chaque puits quantique.

1.2 Interactions avec un rayonnement micro-ondes

On peut, grâce à une ligne HF, envoyer dans la cavité un rayonnement (=photons) autour de 6.65GHz, pour tenter de la faire entrer en résonance.

La fréquence de résonance dépend notamment des paramètres des puits quantiques du nanotube de carbone.

On peut alors mesurer les courants I_L, I_R , ainsi que la transmission du résonateur (Amplitude et phase).

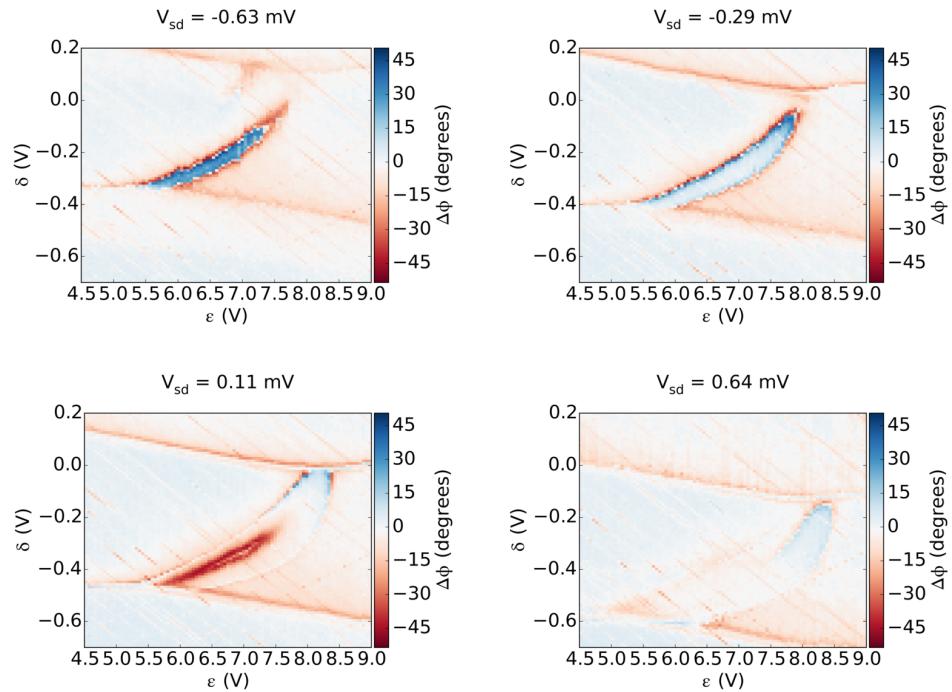


FIGURE 1.2 – Évolution du déphasage induit par le couplage de la cavité au nanotube

Ici on peut observer un fort changement de phase pour $\varepsilon(V) \uparrow$, ce qui traduit une résonance du système au niveau de la transition bleu/rouge.

En observant le courant passant dans les sorties dans des conditions similaires, on peut facilement observer un blocage de coulomb :

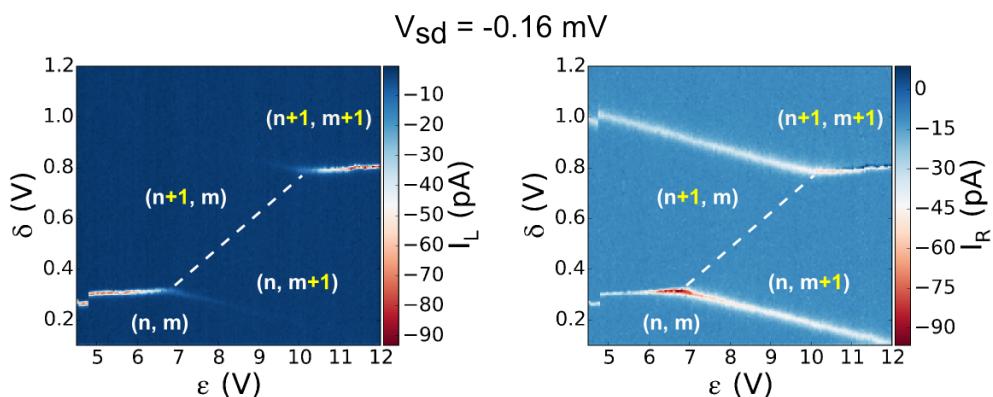


FIGURE 1.3 – Blocage de Coulomb

La résonnance entre le rayonnement et la cavité est alors conditionnée par la qualité du rayonnement. C'est pourquoi il faut avoir un contrôle excellent du signal envoyé dans la cavité, et donc des câbles coaxiaux les plus parfaits possibles.

1.3 Une cohérence spatiale

L'hypothèse d'une cohérence spatiale permettant de mesurer du transport quantique à travers le nanotube de carbone repose sur l'absence de bruit ambiant.

Autrement dit, il est nécessaire de placer le système à une température suffisamment faible, et d'empêcher les lignes de signal d'apporter du bruit électronique : une thermalisation excellente des câbles ainsi qu'un rapport signal/bruit suffisant sont nécessaires.

Nous verrons donc plus tard comment nous avons pu obtenir de telles conditions.

1.4 Quelques exemples d'expériences

1.4.1 Cooper Pair Splitter

Elle consiste, comme expliqué plus haut, à étudier le transfert de la source vers les deux sorties des paires de Cooper, en fonction du rayonnement injecté dans la cavité, et inversement la résonnance de la cavité en fonction des paramètres des trous quantiques.

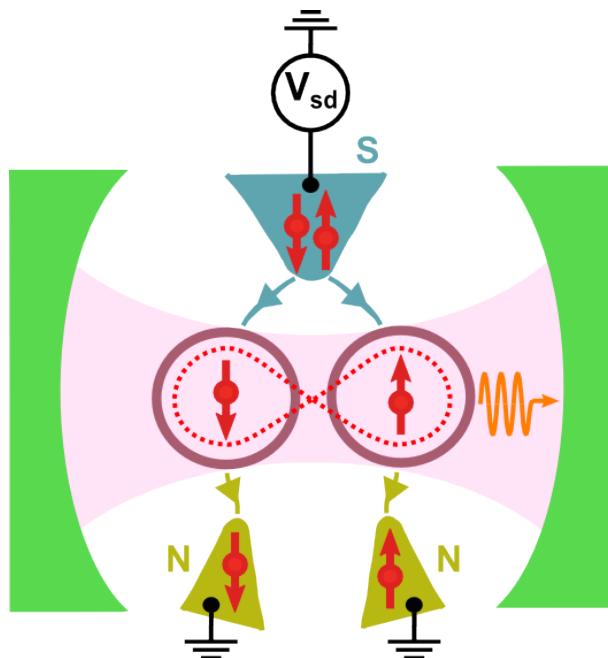


FIGURE 1.4 – Représentation du séparateur à paires de Cooper dans la cavité Micro-ondes

1.4.2 Couplage Spin/Trajectoire

Une autre expérience en cours se dirige vers de l'Électrodynamique Quantique. Elle consiste à appliquer un champ électrique au circuit hybride.

Cela permet alors un couplage fort entre le spin des électrons émis par la source et leur trajectoire. On peut alors discriminer les électrons en fonction de leur spin, grâce aux deux électrodes de sortie.

1.4.3 Utilisation du champ magnétique

La bobine qui a été placée dans le cryostat à dilution pendant mon stage permettra notamment d'appliquer à l'électrode source un champ supérieur à son champ critique supraconducteur : Redevenant métallique, elle ne permet plus de fournir des paires de Cooper intriquées.

Maintenant que le contexte et les contraintes expérimentales ont été exposées, je vais vous présenter les solutions choisies et leur mise en place.

Chapitre 2

Le cryostat à dilution

Afin d'obtenir une cohérence spatiale et un environnement peu bruité, il est nécessaire d'atteindre des températures de l'ordre de quelques milliKelvins. Pour cela on utilise un cryostat à dilution sèche.

2.1 Principe d'un cryostat à dilution

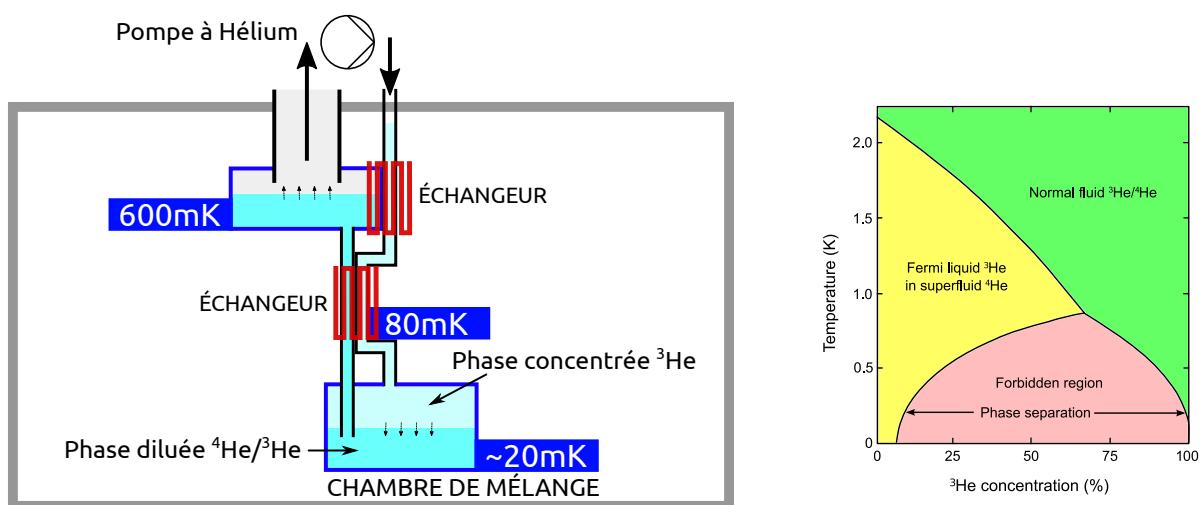


FIGURE 2.1 – Schéma du cryostat à dilution et diagramme de phase du mélange d'Hélium

Le cryostat à dilution est basé sur certaines propriétés du mélange des isotopes d'Hélium ^3He et ^4He .

Prenons un mélange équilibré liquide $^3\text{He}/^4\text{He}$ (donc pré-refroidi à 1K) ; l' ^4He étant le plus lourd, il tombe au fond et l' ^3He flotte au-dessus.

Ensuite, du point de vue des interactions quantiques dans chacun des liquides, on remarque que les interactions pour l'atome d' ^3He sont plus faibles que pour l' ^4He : les premiers vont descendre dans la phase ^4He , mais pas l'inverse.

On se trouve donc en présence de deux phases : celle, plus légère, d' ^3He pur, et celle de mélange $^3\text{He}/^4\text{He}$. Enfin, les atomes d' ^3He sont des Fermions, et le principe d'exclusion de Pauli s'y applique : la solubilité de l' ^3He dans l' ^4He sera limitée aux environs de {6,6% ^3He , 93.4% ^4He }.

Lorsqu'on pompe de l'³He de la phase diluée vers la phase pure, une pression osmotique va apparaître à l'interface des deux phases : l'³He va alors se dissoudre dans la phase diluée. Or cette réaction est endothermique, et ceci fournit la puissance calorifique au cryostat.

Ceci se passe au niveau de la chambre de mélange.

Lorsque la pompe diminue la pression dans cette chambre de mélange, la phase diluée va monter jusqu'au réservoir supérieur. Ici, la température est aux alentours de 600-800mK et la pression de $\sim 10\text{Pa}$.

L'³He va essentiellement s'évaporer du mélange. En effet, il a une pression partielle bien plus élevée que l'⁴He, qui lui va en grande partie rester confiné dans le réservoir et dans la chambre de mélange.

La vapeur, constituée donc essentiellement d'³He, va alors passer par la pompe (à température ambiante), être refroidie pour revenir jusqu'à la chambre de mélange où la pression osmotique entre les deux phases va augmenter d'autant plus : de l'³He va alors passer dans la phase diluée en refroidissant le cryostat, et recommencer le processus.

Les échangeurs thermiques permettent à l'³He réinjecté d'être remis à basse température pour ne pas réchauffer l'ensemble du cryostat. Cela permet aussi d'augmenter la température dans le réservoir supérieur et permettre à l'³He de s'évaporer.

Une résistance chauffante est située au niveau du réservoir, pour la même raison.

2.2 Cryostat sec : Principe du tube à gaz pulsé

Le mélange doit être pré-refroidi avant d'être injecté dans le cryostat.

Il passe tout d'abord par un bain d'azote liquide à 77K qui permet aussi de nettoyer le mélange des impuretés (le "piège").

La plupart des cryostats utilisent ensuite un bain d'⁴He liquide à 4,2K, puis un bain d'⁴He liquide à faible pression à 1K (diminuer la pression de l'⁴He permet d'abaisser son point de condensation).

Ces derniers bains nécessitant un apport supplémentaire d'⁴He, il peuvent être remplacé par un tube à gaz pulsé, d'où l'appellation de cryostat sec (mis à part le bain d'azote liquide qui est à l'extérieur du cryostat).

Un tube à gaz pulsé fonctionne selon un cycle proche du cycle de Stirling, grâce à un piston et un compresseur. Ceux-ci engendrent des vibrations importantes, qui pourraient empêcher toute mesure dans le cryostat. C'est pour cela que le tube pulsé est séparé du cryostat.

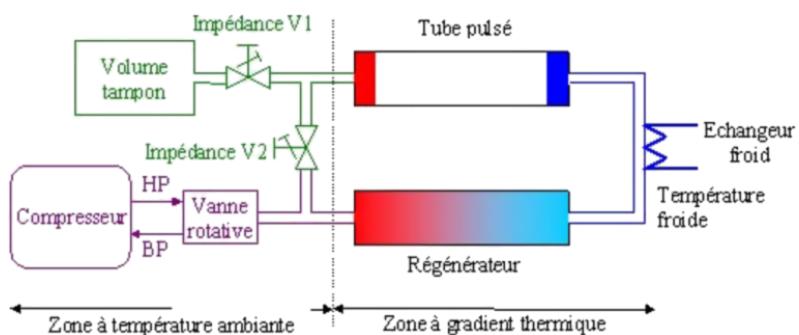


FIGURE 2.2 – Schéma du tube à gaz pulsé

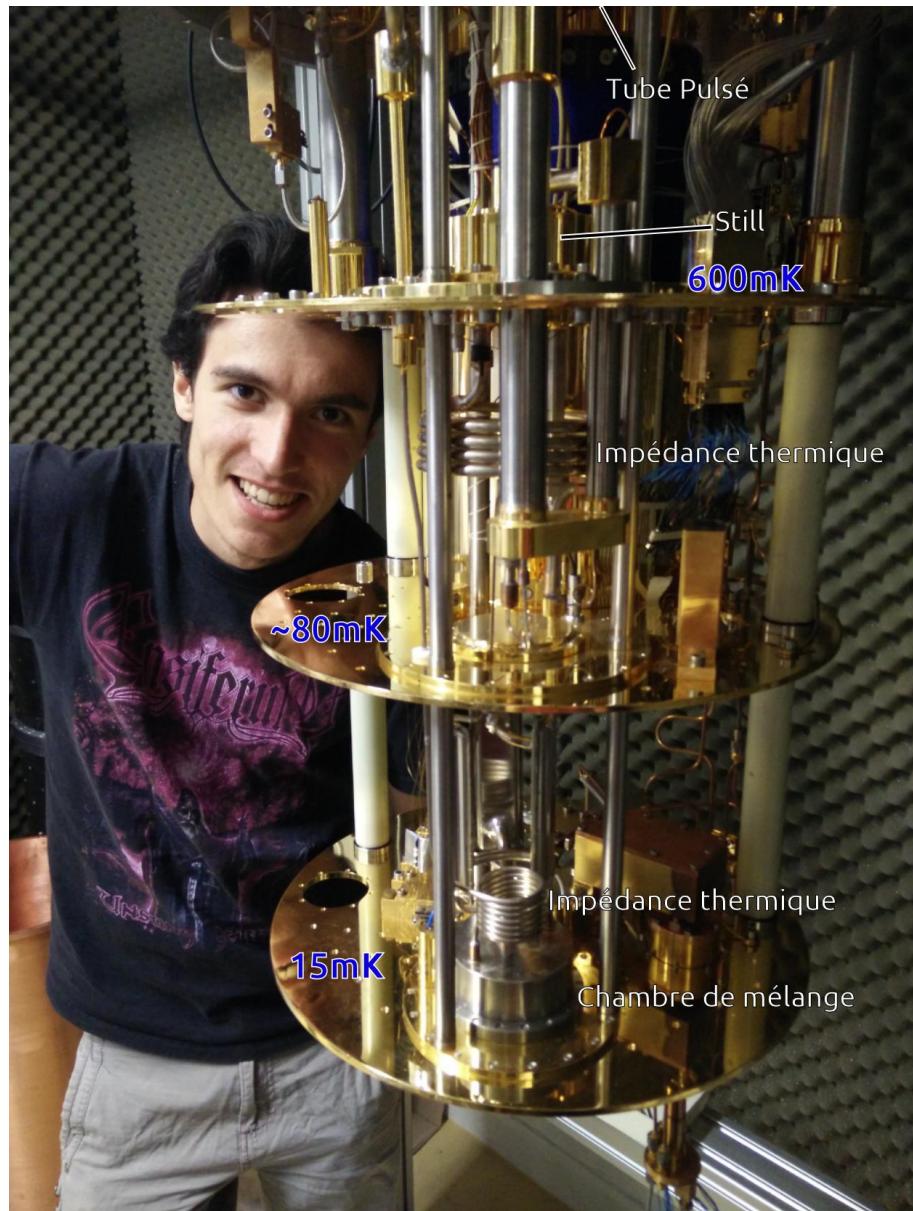


FIGURE 2.3 – Organisation du cryostat à dilution sèche

Chapitre 3

Le câblage DC et RF

Je vais ici détailler les choix de matériaux effectués, puis la fabrication et le montage des différentes lignes électroniques de signaux et de mesure.

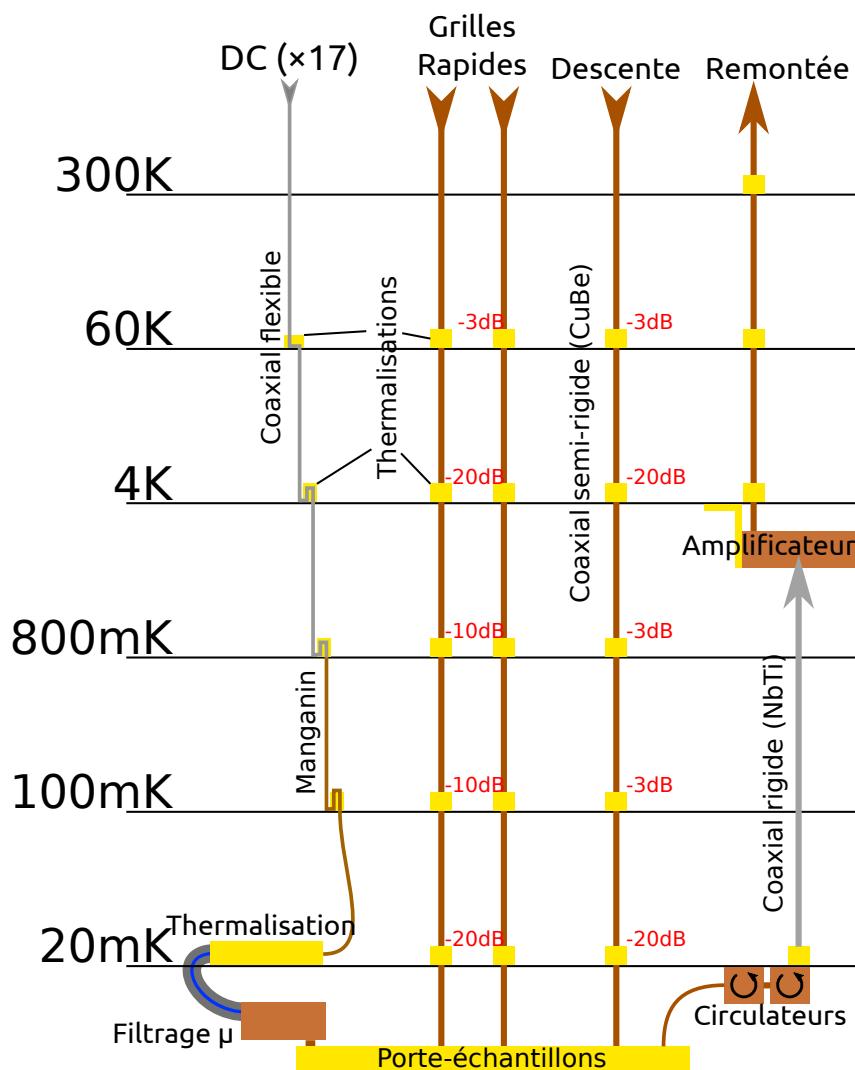


FIGURE 3.1 – Schéma de câblage de l'expérience

Le câblage du cryostat consiste en deux parties :

Les câbles DC : ils véhiculent les signaux continus. Au nombre de 17, ils sont thermalisés à chaque étage pour limiter le bruit thermique. Quatre lignes sont à haute impédance.

Les câbles coaxiaux : les deux grilles rapides, le signal d'entrée et le signal de sortie. Ils font l'objet de beaucoup d'attention, afin d'avoir les meilleures mesures possibles.

3.1 Choix des matériaux

Parlons tout d'abord des câbles de descente. Ceux-ci véhiculent le bruit thermique d'étage en étage, ce que nous voulons limiter au maximum.

Nous faisons donc le choix de câbles atténuant le signal afin de limiter l'apport de bruit. Ceci permet en plus de limiter les ponts thermiques entre étages dûs à la conductivité thermique des câbles.

Les câbles DC sont alors :

- des câbles coaxiaux souples entre 300K et 800mK, peu résistifs (le signal est suffisant pour avoir un bon rapport signal/bruit)
- des câbles de Manganin, très résistifs ($\sim 45\Omega/m$), jusqu'à 20mK (l'étage le plus froid)
- des câbles peu résistifs ($\sim 0.4\Omega/m$) jusqu'au porte-échantillons

et les câbles RF coaxiaux semi-rigides de descente sont :

- en Cuivre-Béryllium, thermalisés à chaque étage, jusqu'à 20mK. Le CuBe est beaucoup plus résistif que le Cuivre.
- en Cuivre jusqu'au porte-échantillons

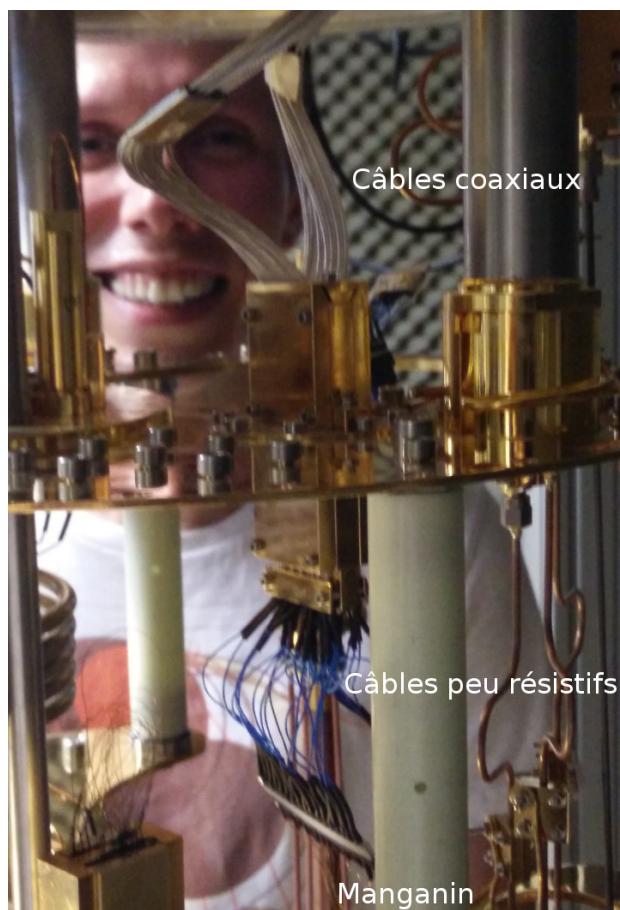


FIGURE 3.2 – Aperçu des différents câbles DC et de Takis Kontos

Les câbles sont cintrés en "U" entre chaque étage, afin de limiter le passage des radiations au maximum. Ceci permet de plus d'avoir une certaine souplesse dans les câbles pour les connecter sans trop de difficultés.

Enfin, on rajoute à chaque étage un atténuateur (valeur en rouge sur le schéma). Ceci permet d'envoyer en amont du cryostat un signal très fort (qui détruirait les échantillons) pour avoir dès le départ un rapport signal/bruit très bon, pour ensuite atténuer le signal et le bruit et conserver ce bon rapport signal/bruit.

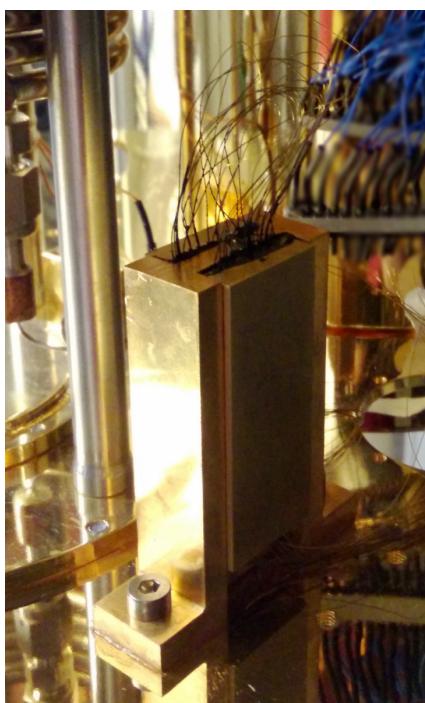
Pour le câble de remontée, on raisonne différemment : il faut atténuer le signal le moins possible jusqu'à l'amplificateur haute fréquence qui est situé à 4K (sa température nominale de fonctionnement). Un câble rigide de Niobium-Titane est alors utilisé.

Afin de limiter le "retour" de signal de l'amplificateur par ce câble, on thermalise deux circulateurs à 20mK. On utilise des câbles de Cuivre pour les connexions avec le porte-échantillons.

3.2 Thermalisation électrique

Une grande partie du bruit provient de la température électrique. Si les câbles ne sont pas bien thermalisés, on risque de ne mesurer qu'un bruit à 300K.

Les câbles coaxiaux sont thermalisés à chaque étage du cryostat par des pinces, reliées par des câbles de cuivre jusqu'aux plaques du cryostat. L'ensemble des pièces est bien sûr doré pour avoir les meilleurs contacts thermiques possibles ; les pores des parois en contact sont bouchées par de l'Apiezon N, à l'instar de la pâte thermique de nos processeurs.



(a) Fils de Manganin (DC) "stycastés" dans une presse dorée



(b) Câbles coaxiaux thermalisés

FIGURE 3.3 – Thermalisation des câbles sur la plaque du cryostat

Les câbles DC sont thermalisés à chaque étage par des presses dorées grâce à de la Stycast. Cette époxy permet une très bonne thermalisation des câbles fins aux presses dorées et montées sur les platines du cryostat.

Une thermalisation s'effectue aussi au niveau du boîtier de thermalisation où les câbles font des méandres afin d'assurer une bonne thermalisation électronique.

3.3 Fabrication des lignes DC

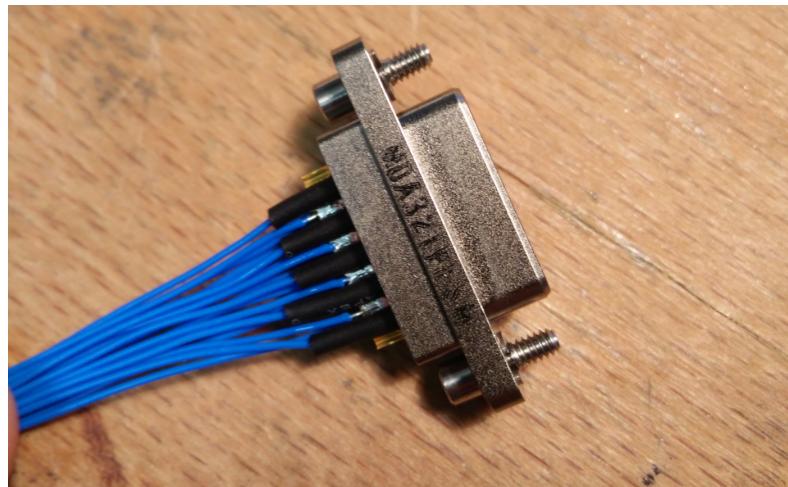


FIGURE 3.4 – Prise μ D

3.3.1 Boîtier de thermalisation

En plus de la thermalisation à chaque étage, les lignes DC sont filtrées à l'étage 20mK. Un premier filtrage est effectué dans le boîtier de thermalisation à l'aide d'un filtre Passe-Bas RC du second ordre.

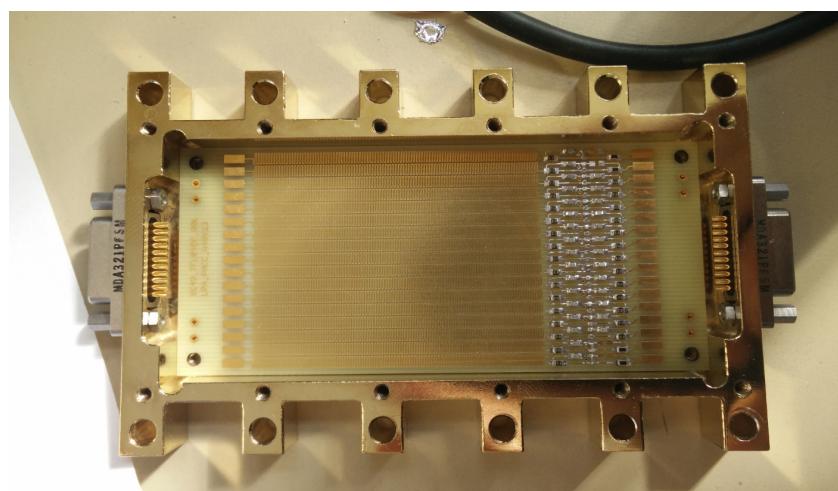


FIGURE 3.5 – Boîtier de thermalisation non soudé

3.3.2 Boîtier de filtrage

Un second filtrage est effectué grâce à l'Eccosorb. Cette résine composite à base d'époxy (même fabricant que la Stycast, même solution) absorbe très efficacement les micro-ondes résultant du bruit électronique.

Il a donc fallu mettre en place un petit boîtier, dans lequel nous faisons passer 17 câbles bleus de 80cm, compartimenté pour que l'Eccosorb n'abîme pas les prises lors du durcissement et des cycles de refroidissement.

J'ai donc décidé de dessiner des pièces en 3D sous OpenSCAD afin de former ces compartiments. Après quelques recherches, il est apparu que le matériau le plus utilisé en impression 3D, le PLA, peut être utilisé dans un cryostat (bien que jamais utilisé jusqu'ici en tant qu'impression 3D).

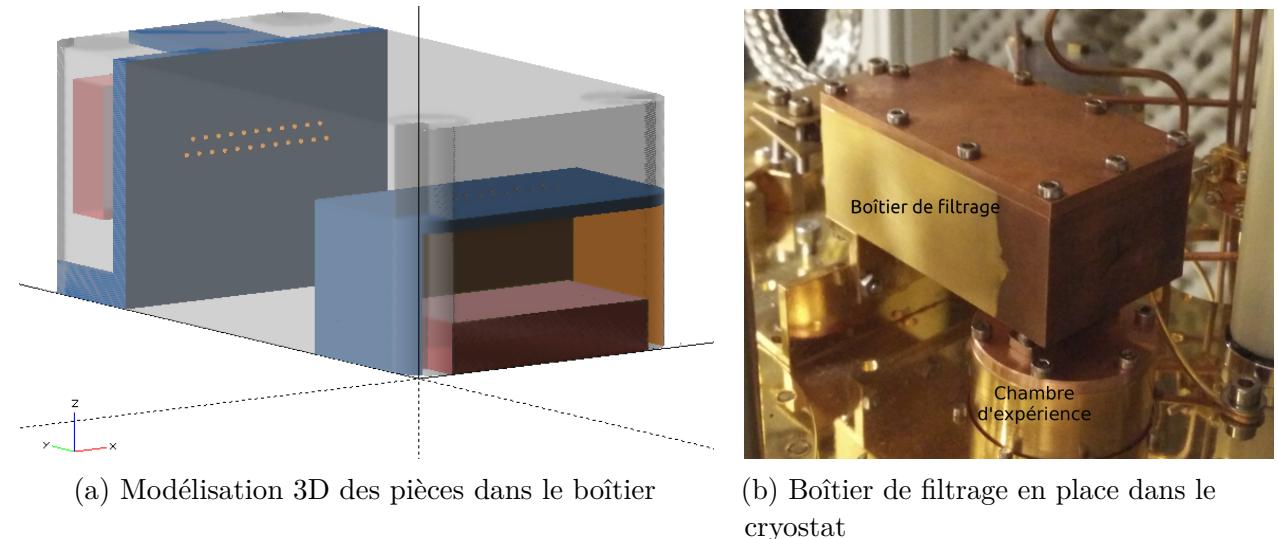


FIGURE 3.6 – Boîtier de filtrage, rempli d'Eccosorb

En fait, beaucoup de matériaux ne sont pas compatibles avec de telles applications. Notamment, la faible pression dans le cryostat peut faire dégazer les matériaux (air dans les parois poreuses, ou des composants du matériau lui-même qui s'évapore). La plupart des matériaux élastiques sont dans ce cas.

De plus, certains matériaux supportent mal les cycles de refroidissement dans le cryostat. C'était le cas des précédentes séparations, qui ont alors cassé les câbles qui passaient au travers.

3.3.3 Blindage des câbles DC

En aval du boîtier de thermalisation, les câbles sont bien thermalisés et déjà bien filtrés. On ne voudrait donc pas laisser les câbles DC non blindés, au risque de recevoir des radiations, ne serait-ce que de l'étage à 100mK.

Une tresse métallique soudée à la masse entoure donc les câbles jusqu'au boîtier de filtrage micro-ondes. Celui-ci est directement branché sur le porte-échantillons, les câbles restent donc isolés.

3.4 Fabrication des câbles coaxiaux

Comme je l'ai précisé plus haut, les signaux RF sont véhiculés par essentiellement des câbles coaxiaux semi-rigides. J'ai donc procédé intégralement à la fabrication et la caractérisation de ces câbles.

La moindre imperfection des câbles coaxiaux se ressent fortement sur leur atténuation – nous verrons cela plus tard – , il faut donc les manier et les cintrer en faisant attention à ne pas les tordre.

3.4.1 Étapes de fabrication

Je vais ici décrire les différentes étapes de fabrication d'un câble coaxial connectorisé. Elles peuvent être trouvées en annexe dans le guide de câblage.

Dénudage Il faut dénuder quelques millimètres du câble pour souder la pin sur l'âme du câble coaxial, à l'aide d'une petite scie.



FIGURE 3.7 – Dénudage d'un câble coaxial

Soudure de la pin centrale On fixe une broche sur l'âme du câble, puis on serre le tout en place. Pour prévoir la dilatation du diélectrique lors de la soudure, on place une petite entretoise juste avant la broche.



FIGURE 3.8 – Pin centrale soudée sur le câble

Soudure de la prise extérieure On fixe sur la prise mâle une prise femelle factice qui permet de positionner à la distance correcte la prise mâle. Celle-ci a une partie mobile avec le pas de vis.

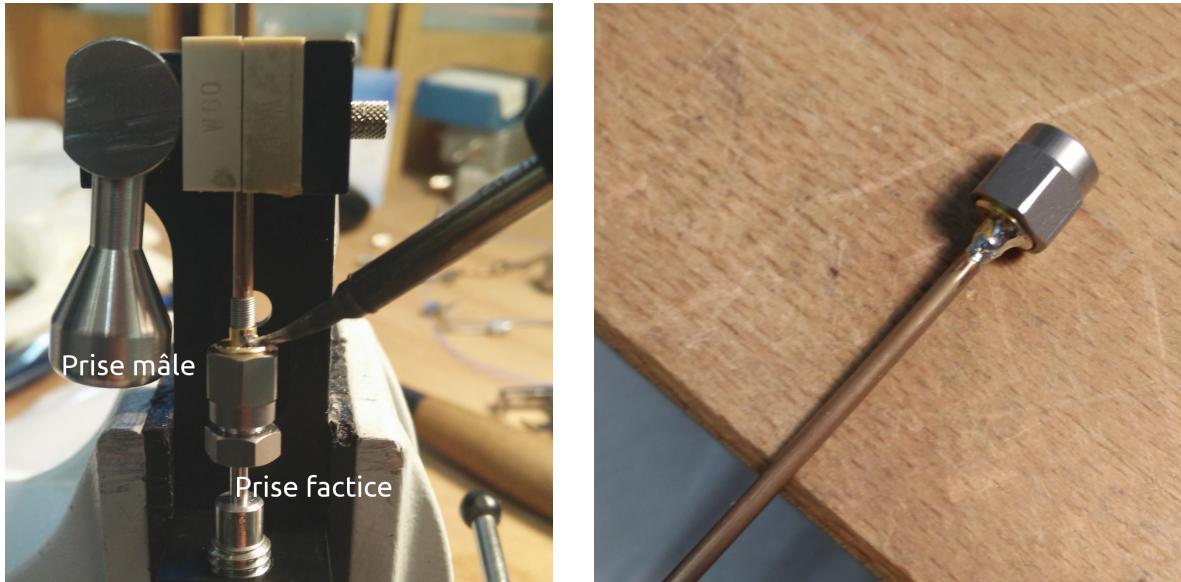


FIGURE 3.9 – Soudure de la prise extérieure

Fixation de l'isolant La dernière étape est de mettre un petit cylindre diélectrique entre la prise et la broche. On utilise alors une pièce creuse qui se visse dans le connecteur pour enfoncer le diélectrique.



FIGURE 3.10 – Fixation de l'isolant

Cintrage des câbles coaxiaux Comme évoqué plus haut, les câbles doivent être cintrés entre chaque étage du cryostat. Néanmoins la fragilité des câbles nous impose de respecter un rayon de courbure minimal de 9mm.

Une cintreuse "sur mesure" permet de cintrer les câble correctement.

Pour les mesures, il faut prendre en compte 28mm de câble pour faire un demi-tour. Un cintrage en "U" nécessite alors 35mm de câble de plus qu'un câble droit.

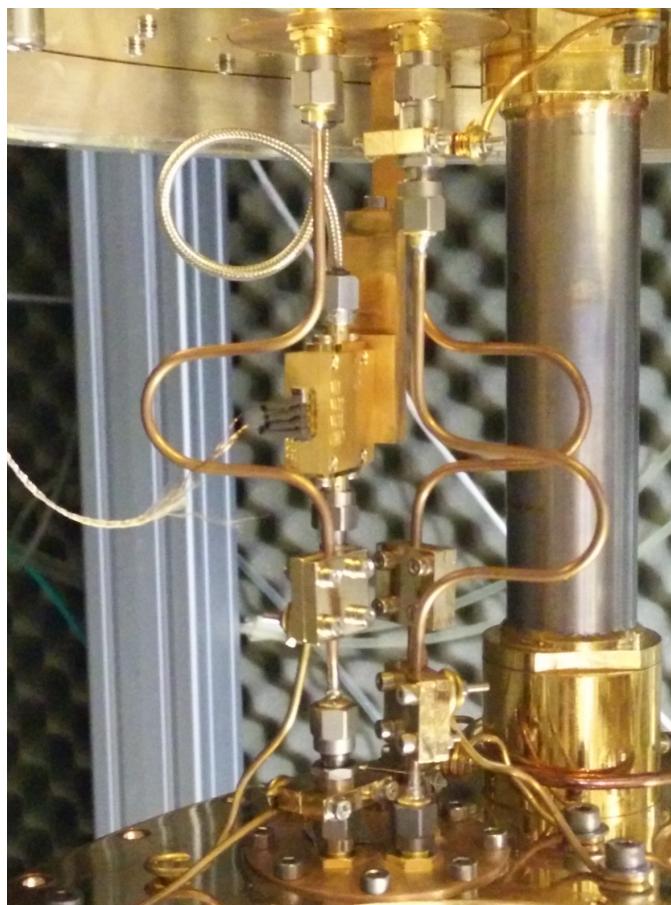
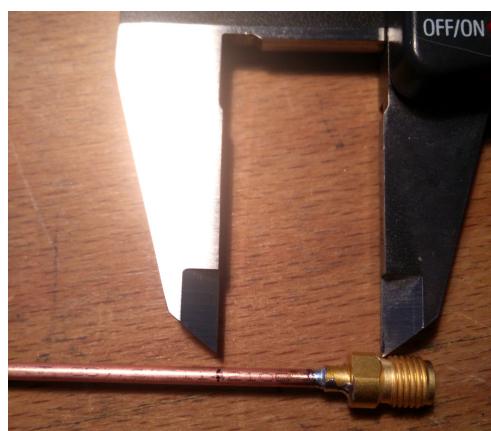


FIGURE 3.11 – Câbles coaxiaux cintrés en "U" et connectés

Mesure du câble nécessaire Après avoir connectorisé une extrémité du câble, il faut mesurer précisément la longueur de câble nécessaire. Il faut alors prendre en compte la longueur de câble qui se trouvera dans le connecteur (sinon, il manquera quelques millimètres).



Chapitre 4

Caractérisation des câbles coaxiaux

Maintenant que les câbles coaxiaux ont été cintrés et connectorisés, il faut mesurer leur caractéristique atténuation/fréquence. D'une part pour vérifier si les câbles sont utilisables, et d'autre part pour avoir les valeurs exactes d'atténuation afin de calibrer nos mesures à fréquence fixée.

L'appareil dédié à cette tâche est le VNA (Vector Network Analyzer) ou PNA (Performance Network Analyzer). L'équipe a récemment fait l'acquisition d'un PNA N5242 de Agilent.

Les graphes obtenus représentent l'atténuation en dB, qui est l'unité de mesure habituelle pour les câbles coaxiaux.

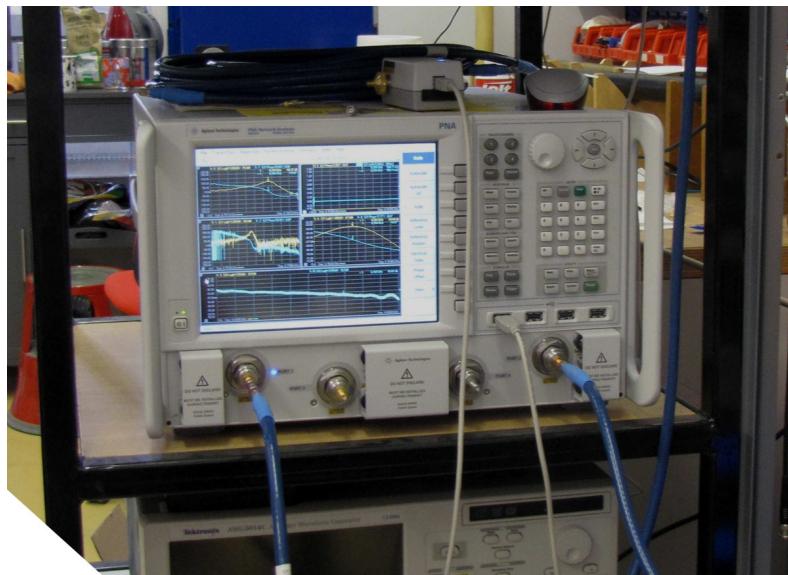


FIGURE 4.1 – Le PNA de l'équipe

En se plaçant sur un canal de mesure, on effectue une calibration électronique (à l'aide d'un boîtier externe connecté au PNA) avec les câbles flexibles supplémentaires, puis on connecte notre câble coaxial.

4.1 Paramètres du PNA

Gamme de mesure : 1GHz - 20GHz et 4-8GHz

Nombre de points : 12801

Puissance : -20dB et Power On

IF Bandwidth : 1kHz

4.2 Résultats attendus

- L’atténuation augmente avec la fréquence
- Elle est comprise entre -0.5dB et -2.5dB
- Jusqu’à 8GHz, l’atténuation doit être assez stable (peu de sinusoïdale) : L’essentiel des mesures est effectuée entre 4 et 8GHz, d’où la série de mesures restreinte à cette gamme.

On voit très facilement la différence entre un câble non abîmé et utilisable, et un câble qui ne sera pas utilisé pour une gamme de fréquences (ici, au delà de 16GHz).

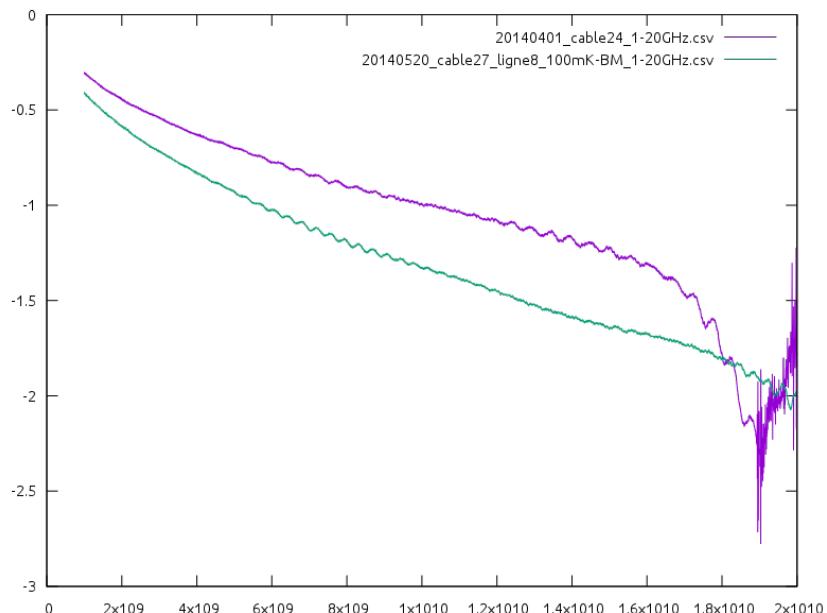


FIGURE 4.2 – La caractéristique d’un câble correct(vert) et un abîmé (violet)

On remarque ici une atténuation élevée, pour des câbles dont la longueur ne dépassent pas 30cm : C'est du Cuivre-Béryllium.

On peut constater sur la figure 4.3 qui les câbles en cuivre ont une atténuation beaucoup plus faible, ils ne sont donc pas excellents pour câbler entre deux étages de température.

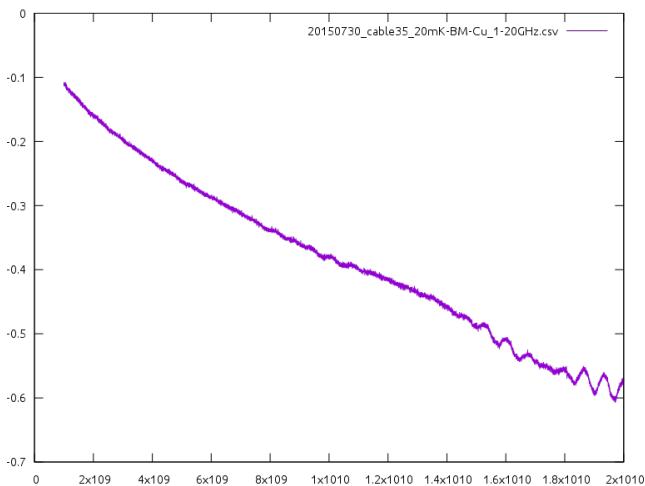
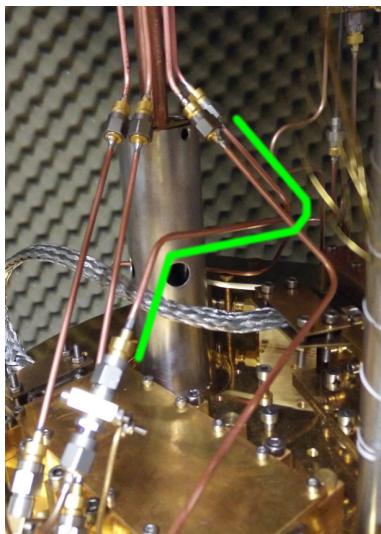
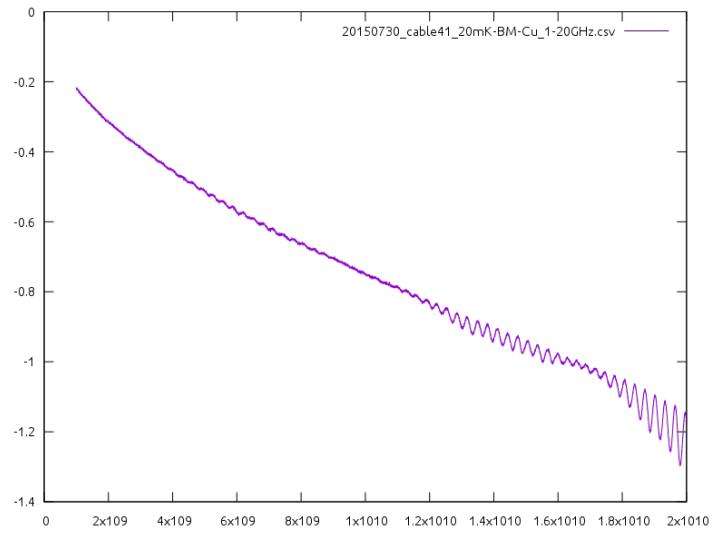


FIGURE 4.3 – Caractéristique d'un câble de cuivre, utilisé entre l'étage le plus froid et le porte-échantillon.

Néanmoins un câble très cintré n'est pas forcément synonyme de mauvaise caractéristique :



(a) Câble cintré à plus de 270°



(b) Caractéristique très bonne

FIGURE 4.4 – Câble très cintré à bonne caractéristique

4.3 Guide de câblage

En complément du travail de câblage que j'ai effectué, j'ai écrit un guide de câblage détaillant les étapes à suivre afin de connectoriser un câble coaxial, ainsi que pour le caractériser.

Celui-ci se trouve en annexe. Il détaille aussi la mise en place des boîtier de filtrage et l'utilisation du VNA.

Bilan

L'expérience a donc pu être câblée intégralement, malgré quelques aléas qui ont retardé l'installation de la bobine par CryoConcept.

J'ai malheureusement quitté le laboratoire avant de pouvoir finir le montage à l'intérieur du cryostat – les câbles étaient néanmoins assemblés et les pinces de thermalisation en place à l'extérieur –, mais j'ai pu fournir un guide de câblage complet.

De nouvelles expériences n'ont pas encore été effectuées avec les nouveaux câbles, je ne peux donc pour le moment présenter comme résultats de mesures que les caractéristiques des câbles que j'ai fabriqués qui sont largement acceptables.

Ce stage a été une opportunité pour moi de découvrir l'environnement des laboratoires de recherche, que nous n'avons pu apercevoir que rapidement pendant notre projet de recherche. Outre ma mission principale, j'ai pu m'intégrer à l'équipe Hybrid Quantum Circuits et comprendre les différents thèmes gravitant autour de la spintronique et l'étude des nanotubes de carbone.

Enfin, ce stage m'a permis de mieux appréhender les problèmes expérimentaux qui peuvent se présenter, leurs solutions techniques ainsi que les limites auxquelles nous pouvons être confrontés.

Bien que je n'aie pas eu l'occasion de mettre en application de façon apparente mes connaissances en physique durant mon stage, j'ai pu les enrichir par mon implication dans l'équipe. J'ai notamment observé le comportement d'un séparateur à paires de Cooper, ou l'effet Kondo par couplage des électrodes et du nanotube de carbone.

Bibliographie

- [1] Page de l'équipe HQC. <http://www.lpa.ens.fr/spip.php?rubrique117>.
- [2] Takis Kontos. *Transport quantique dans des nanostructures hybrides*. HDR thesis, 2009.
- [3] Jérémie J. Viennot. *Charge and spin dynamics in a hybrid circuit quantum electrodynamics architecture*. PhD thesis, 2013.
- [4] J.J. Viennot, M.R. Delbecq, L.E. Bruhat, M.C. Dartialh, M. Desjardins, M. Baillergeau, A. Cottet, and T. Kontos. *Towards hybrid circuit quantum electrodynamics with quantum dots*. 2015.
- [5] A. Martín-Rodero and A. Levy Yeyati. *Josephson and Andreev transport through quantum dots*. 2011.
- [6] A. T. A. M. de Waele. Basic operation of cryocoolers and related thermal machines. 2011.

Table des figures

1	Le cryostat ouvert avec la bobine (bleue)	3
1.1	Électrodes en contact avec le nanotube de carbone (SWNT)	4
1.2	Évolution du déphasage induit par le couplage de la cavité au nanotube	5
1.3	Blocage de Coulomb	5
1.4	Représentation du séparateur à paires de Cooper dans la cavité Micro-ondes	6
2.1	Schéma du cryostat à dilution et diagramme de phase du mélange d'Hélium	8
2.2	Schéma du tube à gaz pulsé	9
2.3	Organisation du cryostat à dilution sèche	10
3.1	Schéma de câblage de l'expérience	11
3.2	Aperçu des différents câbles DC et de Takis Kontos	12
3.3	Thermalisation des câbles sur la platine du cryostat	13
3.4	Prise μ D	14
3.5	Boîtier de thermalisation non soudé	14
3.6	Boîtier de filtrage, rempli d'Eccosorb	15
3.7	Dénudage d'un câble coaxial	16
3.8	Pin centrale soudée sur le câble	16
3.9	Soudure de la prise extérieure	17
3.10	Fixation de l'isolant	17
3.11	Câbles coaxiaux cintrés en "U" et connectés	18
4.1	Le PNA de l'équipe	19
4.2	La caractéristique d'un câble correct(vert) et un abîmé (violet)	20
4.3	Caractéristique d'un câble de cuivre, utilisé entre l'étage le plus froid et le porte-échantillon.	21
4.4	Câble très cintré à bonne caractéristique	21

Annexes

Guide de câblage du cryostat à dilution

Félix Piédallu

Juin 2015

Table des matières

1 Câbles coaxiaux	1
1.1 Guide de fabrication des câbles	1
1.2 Thermalisation des câbles RF	4
1.3 Connexion au porte-échantillon	4
2 Lignes DC	5
2.1 Soudure des prises uD	5
2.2 Presses de thermalisation	5
2.3 Boîtier de thermalisation	5
2.4 Tresse	5
2.5 Boîtier de filtrage	5
2.5.1 Connexions du bloc	5
2.5.2 Compartimentage du bloc	6
2.5.3 Préparation de l'Écosorb	6
2.6 Connexion avec la canne	6
3 Références utiles	7
3.1 Vis	7
4 Caractérisation des câbles au VNA	7
4.1 Création de la nouvelle trace	7
4.2 Paramètres du VNA	7
4.3 Calibration du VNA	7
4.4 Lancement d'une mesure	7
4.5 Enregistrement d'une mesure	7
5 Tables de câblage	8
5.1 Câbles en manganin	8
5.2 Câbles bleus blindés (tresse)	8
5.3 Boîtier de filtrage	9

1 Câbles coaxiaux

1.1 Guide de fabrication des câbles

Les câbles RF coaxiaux sont assez fragiles. Il faut faire attention à ne pas les tordre. Notamment, il faut utiliser la clé dynamométrique pour visser les prises.

Voici une liste des étapes à suivre pour fabriquer un câble coaxial connectorisé.

Le plus optimal est de connectoriser une extrémité du câble, le cintrer puis prendre les mesures exactes afin de couper précisément le câble et connectoriser l'autre extrémité.

Il faut nettoyer le bout après chaque étape de limage/coupe avec de l'air sec.

Ici on détaille pour un connecteur mâle, mais les étapes sont les mêmes pour un connecteur femelle.

Dénudage Il faut dénuder quelques millimètres du câble pour souder la pin sur l'âme du câble coaxial. On utilisera le support **21B** ainsi que la petite scie. Il faut aller doucement sans appuyer, jusqu'à ce qu'on sente que c'est "lisse".

Ensuite, il faut retirer la gaine avec un scalpel et limier pour retirer les restes d'isolant et pour adoucir les angles.



FIGURE 1 – Dénudage d'un câble coaxial

Soudure de la pin centrale On fixe la pin sur l'âme du câble, puis on serre le tout en place avec la pièce **W60**.

Pour souder il suffit de chauffer l'extérieur de la pin tout en positionnant le fil d'étain sur le trou sur le bord de la pin. On fixe une broche sur l'âme du câble, puis on serre le tout en place.

Pour prévoir la dilatation du diélectrique lors de la soudure, on place une petite entretoise **W56** juste avant la broche.



FIGURE 2 – Pin centrale soudée sur le câble

Soudure de la prise extérieure On fixe sur la prise mâle une prise femelle factice **W14M (81)** qui permet de positionner à la distance correcte la prise mâle. Celle-ci comporte la partie mobile avec le pas de vis.

Le plus efficace est de faire un tortillon d'étain au-dessus de la prise, que l'on chauffe. En étant un peu patient l'étain va fondre et rentrer naturellement dans la prise.



FIGURE 3 – Soudure de la prise extérieure

Fixation de l'isolant La dernière étape est de mettre un petit cylindre diélectrique entre la prise et la broche.

On utilise alors la pièce creuse et son "burin" associé **W52 (W53)** que l'on serre à la clé dynamométrique dans le connecteur pour enfoncez le diélectrique. On place l'isolant à l'intérieur, et on pousse d'un coup avec le "burin".



FIGURE 4 – Fixation de l'isolant

Cintrage des câbles coaxiaux Comme évoqué plus haut, les câbles doivent être cintrés entre chaque étage du cryostat. Néanmoins la fragilité des câbles nous impose de respecter un rayon de courbure minimal de 9mm.

Une cintreuse "sur mesure" permet de cintrer les câble correctement.

On utilise la cintreuse. Pour chaque câble il faut faire un "U" pour éviter les interférences d'un étage à l'autre, et pour avoir une certaine souplesse du câble.

Pour faire :

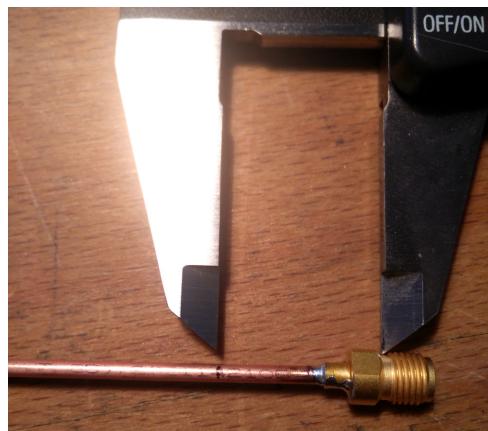
- 1/4 tour : il faut 15mm de câble
- 1/2 tour : il faut 29mm

Un cintrage en "U" nécessite alors 35mm de câble de plus qu'un câble droit.



FIGURE 5 – Câbles coaxiaux cintrés en "U" et connectés

Mesure du câble nécessaire Après avoir connectorisé une extrémité du câble, il faut mesurer précisément la longueur de câble nécessaire. Il faut alors prendre en compte la longueur de câble qui se trouve dans le connecteur (sinon, il manquera quelques millimètres).



1.2 Thermalisation des câbles RF

Les câbles coaxiaux doivent être thermalisés à chaque étage du cryostat par les pinces dorées (sur les câbles *et* sur les atténuateurs), reliées par des câbles de cuivre jusqu'aux platines du cryostat.

Les câbles RF se thermalisent grâce aux pinces dorées . On utilise l'Apiezon N pour avoir un bon contact thermique avec la pince, en comblant les pores des parois en contact.

Une des vis de chaque pince permet de fixer un fil de cuivre doré (elle est donc plus longue que les autres).

Sur câble RG405 : 3 vis 10mm + 1 vis 16mm

Sur atténuateur : 1 vis 16mm + 1 vis 2mm

1.3 Connexion au porte-échantillon

Les lignes RF arrivent par les trous sur la partie supérieure du tube. On place des double connecteurs (?) afin de relier les câbles semi-rigides aux câbles du porte-échantillon.

À l'intérieur, câble est semi-rigide tandis que les 3 autres sont flexibles (pour faciliter le branchement).

2 Lignes DC

Les lignes DC sont connectées par des prises μ D , à part au passage câbles bleus → Manganin.
On utilise les 17 lignes intérieures, c'est-à-dire pas les 4 coins de la prise.

2.1 Soudure des prises uD

Les prises μ D sont assez fragiles, il ne faut pas appuyer trop sur les pins avec le fer, au risque de les casser (rattrapable mais pas très pratique). La technique est de remplir la pin d'étain, puis de glisser le fil dedans sans avoir à apporter d'étain.

Il est préférable de mettre une gaine thermorétractable à une soudure sur deux (j'ai aussi mis de la grosse gaine thermo pour isoler les deux lignes).

2.2 Presses de thermalisation

À l'étage 100mK, on thermalise les câbles de manganin à l'aide de la (double) presse dorée.
On colle le tout à l'aide de Stycast :

Résine Stycast (Emerson & Cuming) 1kg

Durcisseur Stycast (Emerson & Cuming) 12g

Il faut utiliser 8% de durcisseur dans le mélange.

Il faut faire attention aux câbles qui se superposent : cela peut rendre le contact thermique mauvais pour l'ensemble des câbles.

On utilise une batterie au plomb pour faire poids pendant quelques heures.

2.3 Boîtier de thermalisation

Voilà.

2.4 Tresse

Entre les boîtiers de thermalisation et de filtrage, les câbles bleus sont blindés par une tresse d'aluminium. Il est préférable de faire passer les câbles une fois qu'une (seule) prise μ D est soudée.

Cette tresse sera soudée sur les prises μ D et maintenue grâce à des plaques métalliques afin de la thermaliser.

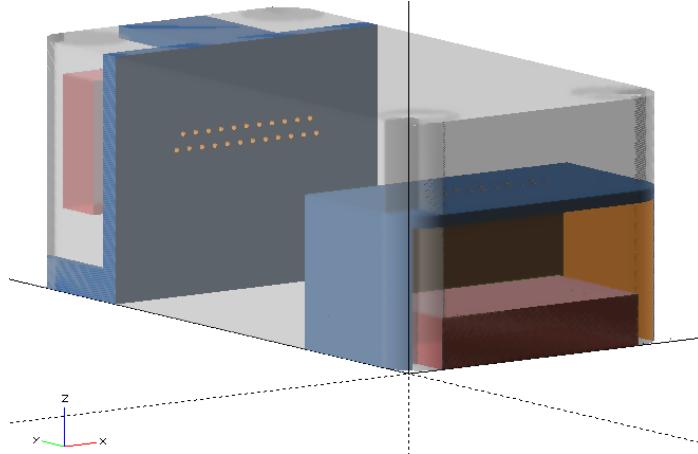
2.5 Boîtier de filtrage

Afin de filtrer les micro-ondes des lignes DC, nous faisons passer les 17 câbles par un boîtier rempli d'Écosorb.

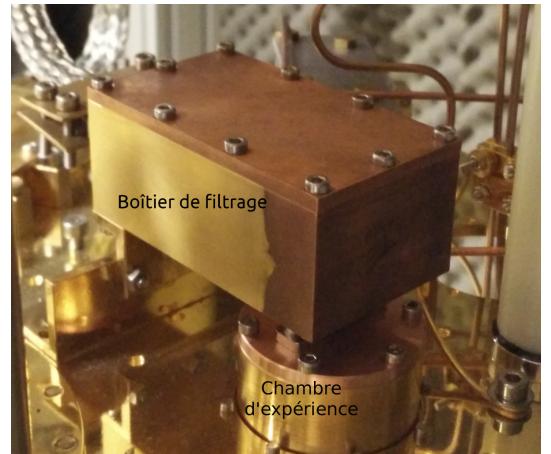
On utilise 17 câbles bleus de 80cm (faible résistivité). Ces câbles sont entortillés autour d'une chute de câble coaxial. On les passe alors d'abord dans les pièces en PLA puis on les soude sur les prises μ D .

2.5.1 Connexions du bloc

Le bloc est connecté grâce à des prises μ D . Les vis d'entrée sont "maison", les vis de sortie sont des vis Allen 2.5mm. Faire attention à l'orientation de la prise de sortie en fonction de la prise correspondante sur la canne du porte-échantillon.



(a) Modélisation 3D des pièces dans le boîtier



(b) Boîtier de filtrage en place dans le cryostat

FIGURE 6 – Boîtier de filtrage, rempli d’Eccosorb

2.5.2 Compartimentage du bloc

Malheureusement, l’Écosorb peut abîmer les soudures et les câbles au bout de quelques cycles de refroidissement. Nous avons donc décidé de compartimenter ce boîtier pour protéger les connexions.

Des pièces en PLA vont alors être imprimées. Elles ont été dessinées grâce à OpenSCAD et converties au format STL. On peut trouver tout ça sur mon dépôt Git.

2.5.3 Préparation de l’Écosorb

Résine Eccosorb (Emerson & Cuming) CRS 117 PTA 1kg

Durcisseur Eccosorb (Emerson & Cuming) CRS PTB 12g

Il faut utiliser 1,18% de durcisseur dans le mélange.

Ici on a mélangé 2,5g de catalyseur pour 212g de pâte. Il faut d’abord bien homogénéiser la résine (A) avant de mélanger au durcisseur (B).

Le mélange sèche en quelques jours. Il faut donc faire attention à poser le bloc bien à l’horizontale (en pensant aux prises) et à l’abri.

B.o.M :

- 10 × Vis M2
- 2 × Prises μ D femelle
- 4 × Vis M1 + écrou + 2 rondelles (pour les prises)

2.6 Connexion avec la canne

On utilise une prise μ D (vis maison) que l’on fixe sur le bouchon de la canne. *Faire attention au sens de branchement*, en fonction de l’aménagement du cryostat (des traits au feutre noir indiquent le sens sur ce que j’ai fait).

Le boîtier cylindrique et son couvercle (à fixer après la prise...) sont vissés par des vis M2. Les lignes sont ensuite connectées par des barrettes au porte-échantillon.

B.o.M :

- 0 × Vis M2
- 1 × Prise μ D mâle
- 17 × Barette de connexion

3 Références utiles

3.1 Vis

Vis M2 (10mm, 16mm, 20mm) [http://www.conrad.fr/ce/fr/overview/2304110/Vis-metriques?filterCatégorie=vis+cylindrique&filterNorme+DIN+\(vis\)=DIN+912&filterTaille+du+filetage=M2&filterPropriétés+du+matériau=A4&sort=Title-asc](http://www.conrad.fr/ce/fr/overview/2304110/Vis-metriques?filterCatégorie=vis+cylindrique&filterNorme+DIN+(vis)=DIN+912&filterTaille+du+filetage=M2&filterPropriétés+du+matériau=A4&sort=Title-asc)

4 Caractérisation des câbles au VNA

Il faut enfin caractériser les câbles coaxiaux fabriqués au VNA afin :

- de vérifier qu'ils n'ont pas été abîmés (mal cintrés)
- d'avoir les valeurs exactes d'atténuation des câbles à la fréquence de mesure, afin d'avoir une mesure la plus précise possible.

4.1 Création de la nouvelle trace

- Il faut se placer dans une "fenêtre" libre (clic-droit > Crée fenêtre)
- Menu Trace > New Trace.
- Sélectionner les tracés correspondants aux ports utilisés (S33, S34, S43, S44 par exemple)
- Sélectionner un Channel disponible pour ne pas risquer d'influencer d'autres mesures sur d'autres fenêtres.

4.2 Paramètres du VNA

Nombre de points : 12801 (menu Sweep)

Puissance : -20dB et Power On (Menu Power)

Gamme de mesure : 1GHz - 20GHz et 4-8GHz

IF Bandwidth : 1kHz (menu Avg)

4.3 Calibration du VNA

Avant toute mesure il faut calibrer le VNA. Nous utilisons la calibration électronique (Boîtier N4691-6006).

Menu Response > Cal Wizard

Use Electronic Calibration (ECal) > 2 Ports (sélectionner les ports branchés) > ECal Thru As... (do Orientation)

Cliquer sur Measure > Finish (pas Save).

4.4 Lancement d'une mesure

Vérifier que l'on est en Power On. Dans le menu Trigger, cliquer sur Single (mesure unique).

4.5 Enregistrement d'une mesure

File > Save As. Filetype : CSV.

Les fichiers sont nommés dans le format "yyyymmdd_cableX_GammeDeFréquences.csv".

5 Tâbles de câblage

L'"entrée" est à gauche, la "sortie" en haut de chaque tableau.

Les indices en rouge correspondent aux lignes haute impédance (= utilisables avec les grilles rapides)

5.1 Câbles en manganin

Les indices de l'entrée sont numérotés à partir du scotch métallisé.

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17
1				33.3													
2			32.9														
3																32.5	
4										32.3							
5														32.8			
6					33.0												
7									33.1								
8																	32.8
9							33.1										
10														34.0			
11		32.7															
12														32.8			
13						33.0											
14				33.3													
15												32.7					
16											32.9						
17	32.8																

5.2 Câbles bleus blindés (tresse)

Résistance de tous les fils : $0.2 - 0.3\Omega$

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17
1																×	
2		×															
3			×														
4				×													
5																×	
6												×					
7			×													×	
8																×	
9													×				
10											×						
11						×										×	
12															×		
13	×																
14								×									
15						×											
16									×								
17																	×

5.3 Boîtier de filtrage

Résistance de tous les fils : $0.2 - 0.3\Omega$

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17
1									×								
2				×													
3																×	
4					×												
5														×			
6							×										
7																×	
8												×					
9					×												
10											×						
11			×														
12								×									
13															×		
14		×															
15													×				
16	×																
17											×						

Résumé

Mise en place d'une expérience à très basse température et étude d'effets quantiques dans des systèmes nanométriques

Une expérience portant sur l'étude des paires de Cooper envoyées dans un nanotube de carbone et soumises à un rayonnement micro-ondes est très exigeante concernant la qualité de son environnement : il est nécessaire de minimiser le bruit parvenant à l'échantillon et d'être capable d'un contrôle très fin des tensions auxquelles il est soumis.

Le but de ce stage est de mettre en place le câblage continu et haute-fréquence nécessaire à une telle expérience dans un cryostat, ainsi que les différents modules de filtrage et de thermalisation qui s'avèrent nécessaires.

Les câbles doivent en effet être thermalisés régulièrement, en tirant profit du fonctionnement d'un cryostat à dilution sèche, qui est détaillé dans une première partie. La fabrication des câbles coaxiaux – pour les signaux haute-fréquence – et des câbles continus est abordée dans une seconde partie, suivie par une partie sur l'étude de la qualité des câbles coaxiaux.

Abstract

Setup of an experiment on quantum transport in nanometrics systems at very low-temperatures

Studying entangled Cooper pairs in a Carbon nanotube submitted to microwave radiations needs a high-quality environment : the thermal noise has to be minimized and we have to be able to control very finely the tensions and signals the samples receive.

The goal of this internship is to place all the necessary direct and high-frequency wiring for this experiment into a cryostat, as for the various filtering and thermalization modules that could be necessary.

The wiring has indeed to be regularly thermalized, taking advantage of the wet dilution cryostat way of operating that is detailed in a first part.

The manufacturing of the coaxial cables – for the high-frequency signals – and the direct cables is covered in a second part, then we will see the quality characterization of the coaxial cables.