

52376
1996
348

UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNIQUES DE LILLE

Thèse présentée
par

Robert BOUZERAR



pour obtenir le titre de Docteur de l'Université de Lille

Spécialité: Sciences des matériaux.

**Titre: Propriétés électrodynamiques des cuprates supraconducteurs au Bismuth Bi:2223
et 22212.**

Devant le jury:



Président:

Pr J.Labbé, Professeur à l'Université Paris XIII.

Rapporteurs:

Dr N. Bontemps, D.R. CNRS, Ecole normale supérieure.
Dr J. Schneck, CNET Bagneux.

Examineurs:

Pr R. Farhi, Professeur à UPJV.
Pr G. Biskupski, Professeur à l'USTL.
Dr C. Simon, CRISMAT, Caen.
Dr B. Mettout, Maître de Conférences à l'UPJV.

SOMMAIRE

Introduction.

CHAPITRE 1

Introduction.

- 1.1- Composition et structure des SHTC.
- 1.2- Propriétés des SHTC dans la phase normale.
- 1.3- Dimensionnalité effective des SHTC.

CHAPITRE 2

Introduction

- 2.1- Propriétés statiques des vortex.
- 2.2- Propriétés dynamiques des vortex: Etats résistif et supraconducteur.
- 2.3- La ligne d'irréversibilité des SHTC.

CHAPITRE 3

Introduction

- 3.1- Nature et géométrie des échantillons.
- 3.2- Méthode d'étude des caractéristiques courant-tension.
- 3.3- Mesures de susceptibilité AC.
- 3.4- Présentation du dispositif de mesures en continu.

CHAPITRE 4

Introduction

- 4.1- Détermination des températures caractéristiques.
 - 4.2- Discussion des résultats expérimentaux
 - 4.3- Analyse de la transition de cohérence.
- Conclusion.

CHAPITRE 5

Introduction.

- 5.1- Présentation des caractéristiques
 - 5.2- Propriétés électriques au voisinage de 100 K : Observe-t-on une transition de dissociation de paires vortex-antivortex ?
 - 5.3- Courants critiques.
 - 5.4- La ligne d'irréversibilité.
- Conclusion.

CHAPITRE 6.

Introduction.

Partie I : Situation expérimentale et théorique.

- 6.1- Hysteresis magnétique.
- 6.2- Lignes d'irréversibilité.

Partie II : Résultats expérimentaux.

- 6.3- Caractérisation de la transition normal-supra : courbes $M(T)$, céramiques.
 - 6.4- Comparaison de la poudre et de la céramique.
 - 6.5- Courbes d'hysteresis et courants critiques.
 - 6.6- Ligne d'irréversibilité.
 - 6.7- Relaxation.
- Conclusion.

CHAPITRE 7

Introduction.

1^{ère} Partie RESULTATS EXPERIMENTAUX.

- 7.1- Hysteresis magnétique.
- 7.2- Lignes d'irréversibilité magnétique.
- 7.3- Relaxation de l'aimantation.

2^{ème} Partie DISCUSSION.

- 7.4- Dimensionnalité du système de vortex et effet du Plomb dans les BISSCO.
 - 7.5- La ligne d'irréversibilité.
- Conclusion.

Conclusion générale.

INTRODUCTION

Les cuprates supraconducteurs au bismuth ou au thallium sont des composés qui se distinguent des autres supraconducteurs à haute température critique par le fait que leur très forte anisotropie structurale confère à nombre de leurs propriétés un caractère quasi-bidimensionnel. Parmi les plus importantes, citons:

-La possibilité de transitions de phases topologiques de type Kosterlitz-Thouless contrôlant soit la transition résistive des plans supraconducteurs, soit la fusion du réseau de vortex.

-La possibilité pour deux plans supraconducteurs voisins de se comporter comme une jonction Josephson.

-Les changements de dimensionnalité du système électronique ou de vortex.

Ces phénomènes influent aussi bien sur les propriétés électriques, révélées par les caractéristiques courant-tension, que magnétiques, mises en évidence par les cycles d'hystérésis et la relaxation de l'aimantation, par lesquelles on caractérise l'électrodynamique macroscopique de ces systèmes. La substitution de plomb aux atomes de bismuth rend ces composés particulièrement adaptés à l'étude de ces phénomènes. En effet, de nombreuses études effectuées dans l'état normal de ces composés indiquent que le plomb en réduit l'anisotropie chimique et électronique. Cet effet permet d'ailleurs de stabiliser la structure de la phase conventionnellement appelée 2223 qui possède la plus haute température critique de la famille des cuprates de bismuth. Cette phase n'est actuellement synthétisée que sous forme polycristalline, ce qui introduit une complexité supplémentaire dans l'étude de ses propriétés, dûes à la combinaison du désordre polycristallin et des jonctions Josephson intergranulaires.

La plupart de ces phénomènes, mis en évidence dans l'ensemble des SHTC, ont fait l'objet d'un grand nombre d'études expérimentales et théoriques depuis 1987. La situation expérimentale est très riche du fait de la diversité des composés étudiés. Bien que la situation théorique soit plus tranchée en ce qui concerne les propriétés macroscopiques des SHTC que pour leurs propriétés microscopiques, plusieurs modèles ont été proposés pour interpréter les

faits expérimentaux. C'est dans ce cadre, certes très riche mais encore en quête d'une unité, que nous présentons le présent travail de thèse.

On peut résumer les approches proposées dans la littérature concernant les propriétés statiques et dynamiques des systèmes de vortex en s'appuyant sur les notions d'ancrage et de viscosité. Cette dernière permet d'apporter une vue synthétique des principaux modèles. La viscosité est déterminée par l'ancrage sur les défauts, les interactions vortex-vortex et la « viscosité propre » d'un vortex isolé telle qu'elle est définie dans le modèle de flux-flow. Elle est donc sensible à la structure du système de vortex, liquide, cristal ou verre, au type d'ancrage, individuel ou collectif et à la dimensionnalité effective des vortex, chapelet de galettes ou cylindres. A viscosité infinie, le système de vortex est figé, les cycles d'hystérésis sont décrits par le modèle de Bean, la relaxation magnétique est inexistante et les caractéristiques courant-tension sont "plates" jusqu'au courant critique de désancrage des vortex, où la viscosité devient finie. A l'opposé, à très faible viscosité, il n'y a pas d'hystérésis magnétique et la caractéristique courant-tension est linéaire. Entre ces deux extrémités, toute une zoologie de comportements est prévisible selon la valeur et la nature de la viscosité et de l'ancrage. Les modèles qui rendent compte de ces phénomènes sont exposés et discutés dans le chapitre 2, à la suite d'un premier chapitre consacré aux caractéristiques structurales et aux propriétés physiques des composés au bismuth.

L'ancrage est d'autant plus fort que les vortex accommodent facilement leur position à celles des défauts à l'origine du puit de potentiel qui les ancrent. Si les interactions vortex-vortex sont négligeables (faible champ appliqué) les vortex profitent au maximum des sites d'ancrage et, à énergie d'ancrage U fixée, le courant critique J_c est maximum. A l'opposé, si les vortex forment un réseau rigide, les énergies d'ancrage se compensent et le système de vortex est désancré ($J_c \sim 0$). D'un autre côté, si le nombre de sites d'ancrage est plus faible que le nombre de vortex, un système localement rigide sera ancré plus facilement qu'un liquide. La rigidité du système de vortex peut donc avoir des effets contradictoires selon la portée de cette rigidité et la densité de sites d'ancrage. Dans les SHTC il semble que le système de vortex soit localement ordonné mais reste relativement mou et puisse donc assez bien profiter des sites d'ancrage. Ainsi, pour ces systèmes le réseau de vortex doit être mieux ancré que le

liquide. Lorsque le désordre induit par les défauts devient plus grand, la structure de système de vortex peut devenir vitreuse et lui conférer des propriétés encore plus complexes.

Dans les supraconducteurs à haute température critique une attention particulière est portée à la **ligne d'irréversibilité**. Sa nature est actuellement encore un sujet de controverse sur lequel les modèles s'affrontent et soulèvent de nombreuses questions:

- Cette ligne est-elle une ligne de transition de phases entre, par exemple, un liquide et un solide de vortex ?

- Le système est-il complètement réversible au-delà de la ligne d'irréversibilité ?

- Comment les processus de relaxation magnétique sont modifiés à la traversée de la ligne ?

Il existe plusieurs manières expérimentales de définir cette ligne selon la technique utilisée. Nous en avons étudié deux : la ligne magnétique, au dessus de laquelle les cycles d'hystérésis sont réversibles, et la ligne électrique, au dessus de laquelle les caractéristiques courant-tension présentent un régime dissipatif à faibles courants. cette dernière ligne est liée d'une part à la possibilité d'activer thermiquement le mouvement des vortex et de l'autre à l'existence de courants critiques.

Selon qu'ils sont mesurés par des méthodes électriques ou magnétiques, sur des monocristaux, des céramiques ou des poudres, qu'ils sont déduits de tel ou tel modèle, les valeurs annoncées de courants critiques peuvent varier. Derrière cette question apparemment sans grande portée fondamentale se dissimule en fait notre incompréhension de la combinaison des phénomènes d'ancrage et de mise en ordre dans le système de vortex.

Nous avons abordé cette question de la ligne d'irréversibilité et des courants critiques de façon statique (hystérésis) et dynamique (caractéristiques courant-tension et relaxation magnétique). L'approche statique donne accès aux informations concernant le courant critique J_c dit d'Anderson (ou de Bean), au dessus duquel un vortex ancré se libère de son site d'ancrage en raison de la force magnétique que lui fait subir le courant. Ce J_c mesure donc la réponse du système à une force extérieure (désancrage forcé) et est accessible directement sur les cycles d'hystérésis. Il se manifeste également dans les mesures électriques à travers le régime de « flux flow », mais les valeurs de courant utilisées dans ce travail resteront toujours très inférieures à J_c , au moins pas trop près de la température critique. L'approche dynamique

est, quant à elle, déterminée par l'énergie d'ancrage U qui mesure la réponse du système de vortex à une excitation thermique (désancrage thermiquement activé). Elle est mesurable à partir des courbes de résistance et de relaxation magnétique. Les variations de U et J_c en fonction des paramètres extérieurs (T , B , $J...$) et les liens qui unissent ces deux paramètres dépendent de la nature du système de vortex. Au delà d'une caractérisation des propriétés électrodynamiques macroscopiques des composés au Bi, cette étude a donc pour but de comprendre la physique qui en est la source.

Le travail que nous présentons dans cette thèse porte sur :

- L'étude de l'approche de la réversibilité dans une céramique du composé 2223 par étude de susceptibilité A.C. (Ch.4), de transport électrique (Ch.5) et des propriétés magnétiques D.C. (Ch.6).
- Une tentative de mise en évidence de l'anisotropie et des changements d'anisotropie dûs au plomb dans la phase supraconductrice des composés 2212 sous forme de monocristaux (Ch.7).

Dans le composé 2223 cette étude nous a conduit à observer des phénomènes inattendus :

- Une ligne d'irréversibilité à basse température et fort champ, qui est bien décrite par le modèle d'Anderson du désancrage thermique des vortex intragranulaires.
- Un comportement non linéaire des caractéristiques, persistant au-delà de la température critique $T_{c0}=110$ K, caractéristique des supra 2D.
- Des formes de caractéristiques interprétées comme indiquant une possible transition de dissociation des paires vortex-antivortex. La présence de ces paires et leur dissociation à $T_c=100$ K déterminent la partie haute température de la ligne d'irréversibilité électrique.

Les mesures d'hystérésis magnétique ont permis d'affiner, en comparant le comportement d'une poudre à celui d'une céramique, les rôles respectifs des phénomènes inter et intragranulaires et de mesurer les courants critiques et la ligne d'irréversibilité magnétique de ce composé. Cette ligne correspond, à peu près, à la ligne électrique et est interprétées comme reflétant une rapide décroissance de J_c avec B et T .

Dans le composé 2212 nous avons comparé l'hypothèse d'un changement de dimensionalité induit par le plomb aux formes des lignes d'irréversibilité que nous mesurons sur deux échantillons de concentration différente en plomb. Cette étude montre que cette hypothèse est compatible avec une réduction de l'anisotropie par le plomb.

CHAPITRE 1

PROPRIETES PHYSIQUES DES SUPRACONDUCTEURS A HAUTE TEMPERATURE CRITIQUE

SOMMAIRE DU CHAPITRE 1

Introduction.

1.1) Composition et structure des SHTC.

1.2) Propriétés des SHTC dans la phase normale.

1.2.1) Propriétés magnétiques.

1.2.2) Structure électronique de la phase normale.

1.3) Dimensionnalité effective des SHTC.

1.3.1) Transition supraconductrice et bidimensionnalité.

1.3.2) Approches phénoménologiques de la supraconductivité dans les systèmes lamellaires.

1.3.2.1) Théorie de Ginzburg-Landau 3-D anisotrope.

1.3.2.2) Le modèle de Lawrence et Doniach.

1: PROPRIETES PHYSIQUES DES SUPRACONDUCTEURS A HAUTE TEMPERATURE CRITIQUE.

Introduction

Ce chapitre consiste en une revue des principales propriétés physiques des supraconducteurs à haute température critique (SHTC). Nous présentons dans le premier paragraphe les diverses familles de SHTC en mettant l'accent sur leurs compositions chimiques, leurs températures critiques et les aspects structuraux. Nous insisterons plus particulièrement sur les propriétés structurales des composés au Bismuth, étudiés dans cette thèse. Le deuxième paragraphe décrit les propriétés physiques dans l'état normal des composés SHTC. Le troisième paragraphe est consacré à l'étude de la dimensionnalité des composés SHTC et à son incidence sur les propriétés supraconductrices. Ce chapitre se termine enfin par une présentation des approches phénoménologiques des SHTC en insistant sur l'anisotropie structurale et leur caractère bidimensionnel: Il s'agit des modèles de Ginzburg-Landau anisotrope et de Lawrence et Doniach.

1.1) Composition et structures des SHTC.

Les supraconducteurs à haute température critique sont des oxydes de Cuivre qui peuvent être classés en trois catégories:

- Les composés au Lanthane de formule brute $La_{2-x}M_xCuO_{4-y}$ où M désigne un cation métallique (Sr, Ba, Ca, Na, ...). Leurs températures critiques n'excèdent pas 40 K. Un point s'avère commun à tous ces oxydes: Il s'agit de la non-stoechiométrie en oxygène ayant pour conséquence un état d'oxydation mixte du cuivre¹.

- Les composés du type $MBa_2Cu_3O_{7-x}$ dont le représentant le plus connu est le composé YBaCuO. La température critique maximale de cette famille est de l'ordre de 93 K.

- Les composés au Bismuth et au Thallium: Leurs formules brutes respectives étant $Bi_2Sr_2Ca_nCu_{n+1}O_{2n+6}$ et $Tl_mBa_2Ca_nCu_{n+1}O_{m+2n+1}$. Les matériaux correspondant à $n=0$ sont dénommés "2201". Les matériaux correspondant à $n=1$ et $m=2$ sont dénommés "2212" alors que ceux pour lesquels $n=2$ et $m=2$ reçoivent l'appellation "2223". La température critique des composés au Bismuth va de 25-30 Kelvins pour la phase 2201 ($n=0$) à 110 K pour la phase 2223 ($n=2$) en passant par la valeur 90 K pour la phase 2212 ($n=1$). Celle des composés au Thallium est de l'ordre de 103 K pour le composé $m=1$ et $n=1$, 120 K pour le composé $m=1$ et $n=2$, 90 K pour $m=2$ et $n=0$, 112 K lorsque $m=2$ et $n=1$, 125 K pour $m=2$ et $n=2$. D'autres composés existent tels, par exemple, $(Nd_{2-x}Ce_x)CuO_4$ ($T_C=24$ K), $Ba_{1-x}K_xBiO_3$ ($T_C=30$ K), $Pb_2Sr_2NdCu_3O_8$ ($T_C=70$ K),...

Parmi les composés au Bismuth, seul le composé 2212 a pu être obtenu sous forme de monocristaux. Le composé 2223 de la même famille est stabilisé par l'adjonction de Plomb et se présente sous forme de céramiques². Leur structure de base est pseudo-tétraгонаle avec une maille orthorhombique très

allongée dans la direction z et accompagnée de modulations incommensurables displacives³ affectant les plans Bi-O. Il existe deux types de modulations:

- Le premier est associé à un vecteur d'onde $\mathbf{q}_1 = \delta_1 \mathbf{b}^* + \mathbf{c}^*$, avec $\delta_1 = 0.21$ et où $(\mathbf{b}^*, \mathbf{c}^*)$ sont deux des vecteurs de base du réseau réciproque.

- Le second correspond à un vecteur d'onde $\mathbf{q}_2 = \delta_2 \mathbf{b}^*$ avec δ_2 variant typiquement entre 0.11 et 0.16. Cette dernière modulation est induite par le Plomb.

Les paramètres de ces modulations δ_1 et δ_2 sont insensibles à la température³ mais dépendent du taux de substitution en Plomb. La dépendance en température est visible sur la figure 1.1, alors que l'influence du contenu en plomb est visible sur la figure 1.2. Les modulations incommensurables observées semblent dues à une frustration entre les plans Bi-O et les plans Cu-O⁴.

Les figures 1.3 et 1.4 représentent les structures^{5,6} des composés au Bismuth de type 2212 et 2223. On y distingue l'existence de plans atomiques Cuivre-Oxygène (CuO₂) et Bismuth-Oxygène (BiO). Les structures des diverses phases envisagées ici diffèrent par le nombre de plans CuO₂ présents dans la maille élémentaire. Les valeurs des paramètres de maille sont consignées dans le tableau ci-dessous.

Phase	paramètre a	b (Angströms)	c (Angströms)
2201	5.4	5.4	25
2212	5.4	5.4	30.8
2223	5.4	5.4	37

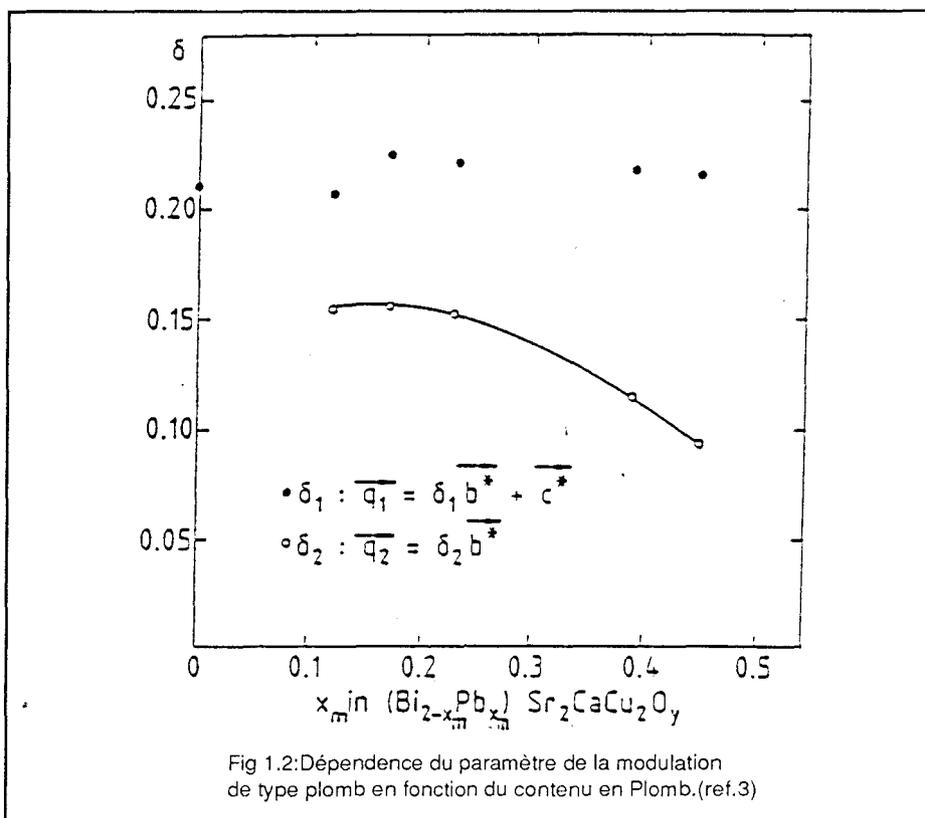
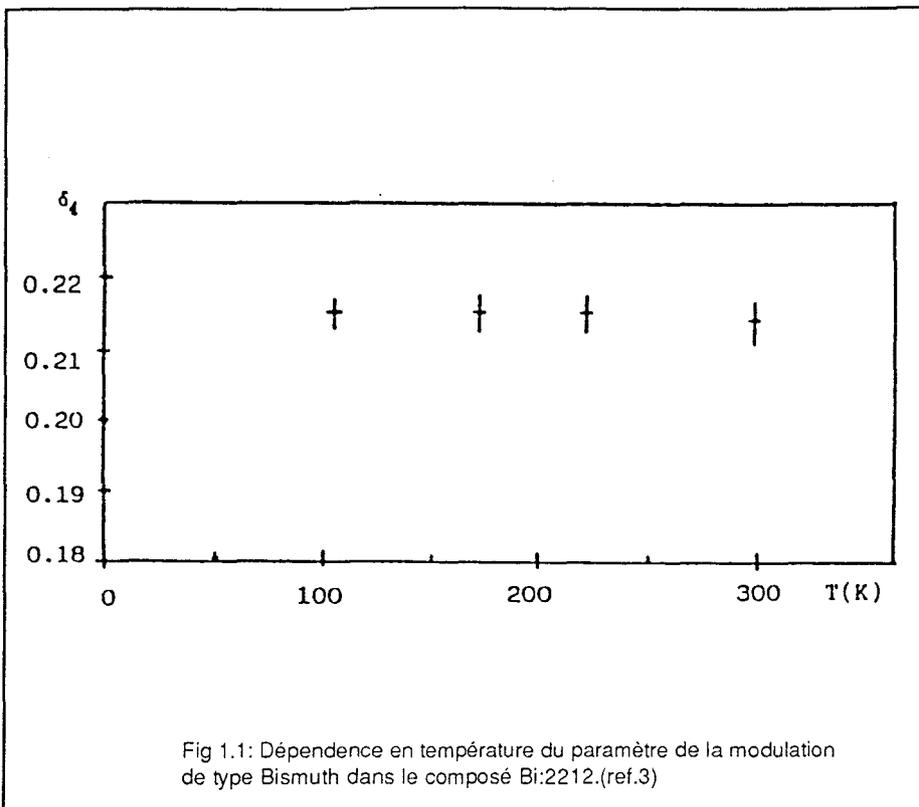
La maille élémentaire des composés 2212 et 2223 comprend quatre plans Cuivre-Oxygène, quatre plans d'oxyde de Bismuth et quatre plans d'oxyde de Strontium. La différence entre les deux phases réside dans le nombre de plans atomiques de Calcium et d'oxyde de Calcium. Les composés 2212 comprennent trois plans de Calcium dépourvus d'oxygène. Les composés 2223 contiennent trois blocs Ca-CaO. Ces blocs sont constitués de deux plans de Calcium séparés par un plan d'oxyde de Calcium. Dans les composés 2212 et 2223, les plans Cuivre-Oxygène sont groupés par paires séparées respectivement d'une distance de 15 et 18 Angströms. Les plans atomiques à l'intérieur d'une même paire sont séparés par une couche d'atomes de Calcium pour les composés 2212 et par un bloc Calcium-Oxyde de Calcium pour les composés 2223.

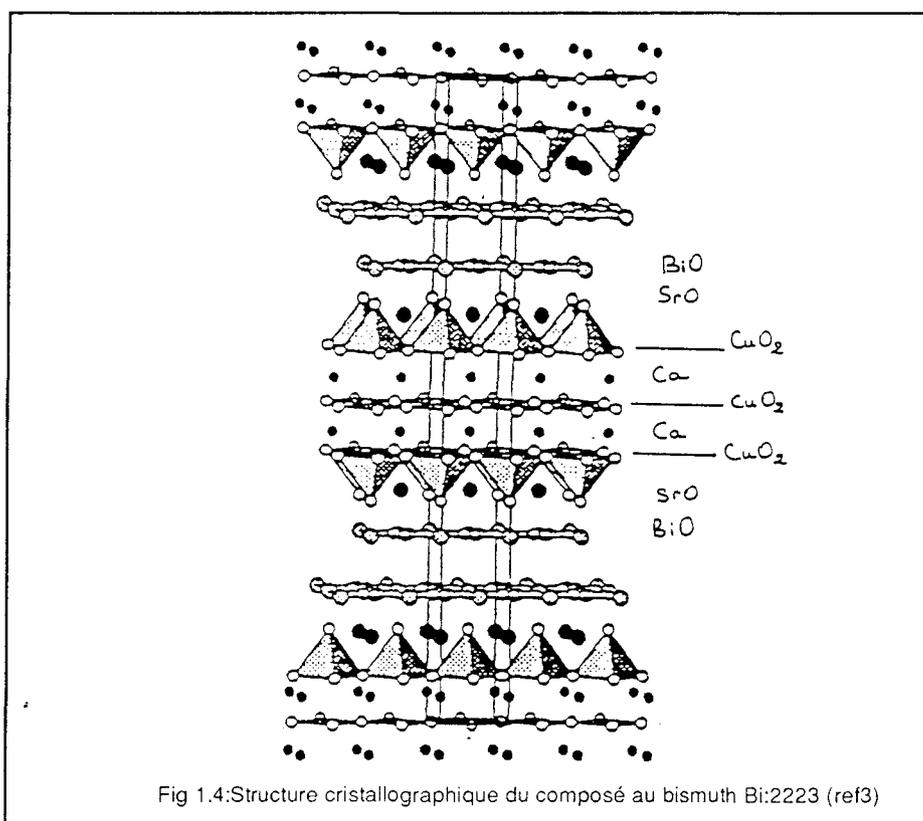
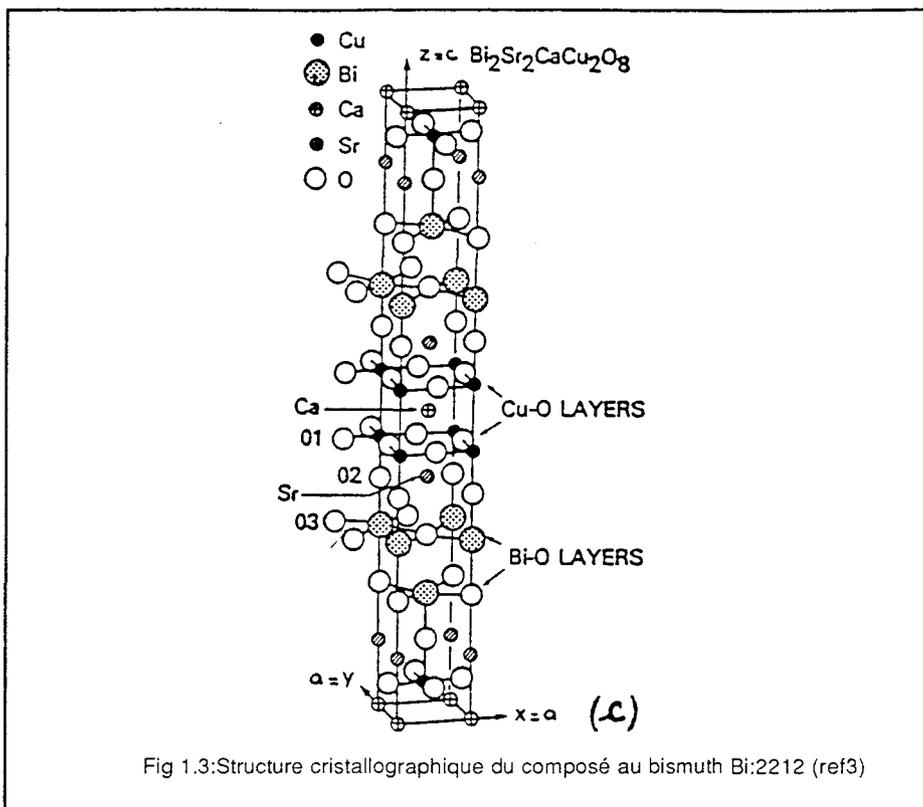
1.2) Propriétés des SHTC dans la phase normale.

1.2.1) Propriétés magnétiques.

Le magnétisme des composés SHTC est un problème important à deux points de vue. En premier lieu, l'ordre magnétique existant dans plusieurs de ces composés permet l'étude du magnétisme bidimensionnel. En second lieu, ce problème pose la question de la coexistence des ordres magnétique et supraconducteur.

Les composés SHTC sont en général antiferromagnétiques. Citons par exemple, les composés YBa₂Cu₃O_{6+x} ou encore les composés au Lanthane La_{2-x}Sr_xCuO₄.





Le premier composé possède une phase tétragonale isolante antiferromagnétique⁷ pour $x=0$ correspondant à une température de Néel $T_N=400$ K. Dans cette phase, les moments électroniques sont portés par les atomes de cuivre qui sont couplés par une interaction de superéchange^{8,9} via les atomes d'oxygène. L'introduction d'oxygène modifie la température d'ordre antiferromagnétique qui est une fonction décroissante de x . Comme on peut le voir sur le diagramme T-x (ref 9) de la figure 1.5, la décroissance est lente en dessous de $x=0.2$ puis s'accroît au-delà pour s'annuler en $x=0.4$. Au-delà le composé devient métallique/supraconducteur avec une structure orthorombique. Le diagramme de phases présenté montre clairement l'exclusion mutuelle des ordres magnétique et supraconducteur. Toutefois ces études n'excluent pas la possibilité de fluctuations antiferromagnétiques fortes dans l'état normal des composés $x>0.4$.

La situation dans le composé au Lanthane est analogue à celle qui vient d'être décrite (Fig.1.6). Le composé sans strontium est isolant antiferromagnétique avec $T_N=350$ K. Après dopage au strontium, ce qui revient à introduire des trous dans les plans Cu-O, la température d'ordre décroît. Au-delà de $x=0.04$, le système subit une transition isolant-métal présentant une phase supraconductrice. On notera qu'à des taux de substitution élevés, la supraconductivité a tendance à disparaître ($x>0.2$). Les phases antiferromagnétiques décrites précédemment ont un caractère tridimensionnel. Dans les autres composés¹⁰, les diagrammes sont analogues et montrent tous une séparation entre les régions supraconductrices et antiferromagnétiques (C'est en particulier le cas des composés au Bismuth).

1.2.2) Structure électronique de la phase normale.

La structure de bandes électroniques des SHTC est mal connue. Comme nous l'avons vu au paragraphe précédent, ces composés présentent, pour les faibles taux de substitution, une phase AF isolante où les électrons (des plans CuO_2) occupent les états de la bande hybride des orbitales 3d du cuivre et 2p de l'oxygène. Dans l'état normal, le système d'électron est fortement corrélé¹¹. Aux forts taux de substitution, les corrélations électroniques diminuent.

Pour les composés très anisotropes tels que Bi:2212 et Tl:2212 l'intégrale de transfert dans la direction perpendiculaire aux plans est petite devant E_F , énergie de Fermi dans les plans. La surface de Fermi est alors "ouverte" proche d'un cylindre de section modulée. Dans ce dernier cas, le rapport des masses effectives des électrons dans les directions parallèles et perpendiculaires aux plans ou rapport d'anisotropie, $\frac{M_{\perp}}{M_{\parallel}}$ peut être très grand.

1.3) Dimensionnalité effective des SHTC.

La structure des SHTC peut être décrite par un "empilement" de plans atomiques de différentes natures. Ces matériaux présentent donc une structure lamellaire leur conférant une très forte anisotropie structurale qui se traduit pour certaines propriétés physiques par un caractère quasi-bidimensionnel de ces systèmes. En particulier, nous étudierons dans la partie expérimentale de cette thèse la sensibilité des "lignes d'irréversibilité" magnétiques à la dimensionnalité effective de ces composés. Les mesures des propriétés de transport dans ces matériaux, à la fois dans l'état normal et dans l'état

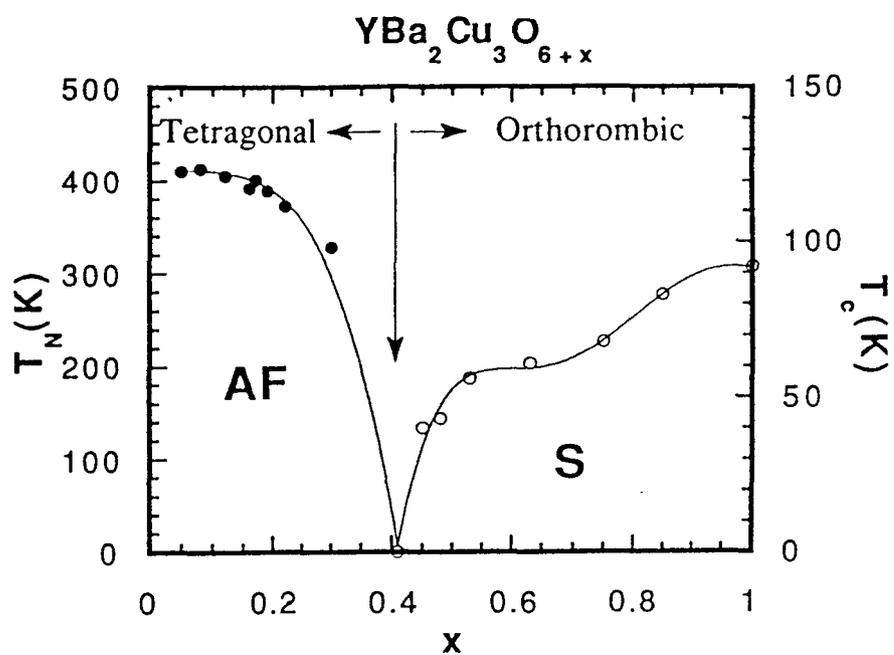


Diagramme "de phases" T-x pour le composé YBaCuO déduit de mesures de RMN et de diffusion de neutrons (Alloul et al, ref. et Rossat-Mignod et al ref.). Les domaines supraconducteurs et antiferromagnétiques ne se recouvrent pas.

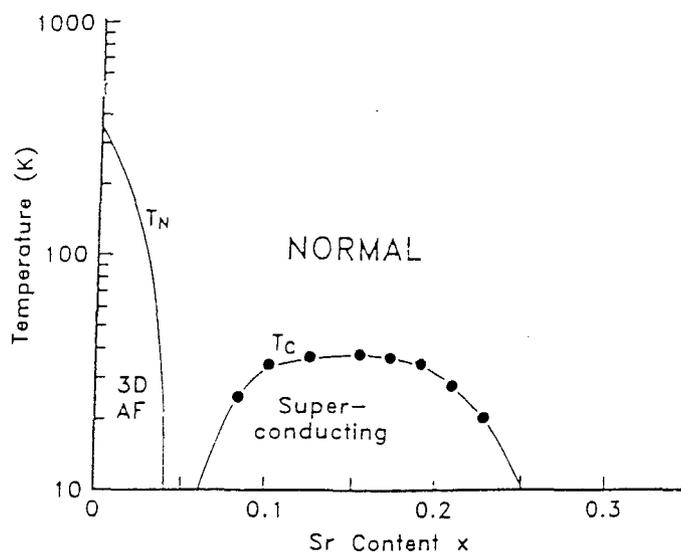


Diagramme de phases T-X pour le composé LaSrCuO en fonction du taux de substitution x en Strontium.

supraconducteur, confirment d'ailleurs leur caractère bidimensionnel¹². Les porteurs de charge ont une mobilité importante dans l'état normal, parallèlement aux plans CuO_2 et faible dans la direction perpendiculaire. Le facteur d'anisotropie, rapport des masses effectives des électrons dans les directions parallèles et perpendiculaires aux plans CuO_2 :

$$\Gamma^2 = \left(\frac{\lambda_{\perp}}{\lambda_{\parallel}}\right)^2 = \left(\frac{\xi_{\parallel}}{\xi_{\perp}}\right)^2 = \frac{M_{\perp}}{M_{\parallel}} \quad (1)$$

varie entre 25 et 200 et est le plus important pour les composés au Bismuth ou au Thallium. On voit ici que le rapport d'anisotropie s'exprime comme le rapport des longueurs caractéristiques (profondeur de pénétration λ et longueur de corrélation de Ginzburg-Landau ξ) dans les directions parallèles et perpendiculaires aux plans. La valeur élevée des températures critiques suggère une valeur élevée du "gap" supraconducteur à basse température et donc une longueur de cohérence $\xi \approx \frac{\hbar v_f}{\Delta}$ très faible.

Pour les composés au bismuth Bi:2212 , les valeurs des longueurs de corrélation sont $\xi_{\parallel} = 30 \text{ \AA}$ et $\xi_{\perp} = 4 \text{ \AA}$. La longueur de corrélation dans la direction perpendiculaire aux plans étant par ailleurs de l'ordre des paramètres du réseau a et b et petite devant c, les propriétés supraconductrices sont très sensibles à l'anisotropie structurale. La profondeur de pénétration λ est au contraire relativement élevée en raison de la faible densité de porteurs intervenant dans le condensat supraconducteur. Les SHTC sont donc des supraconducteurs fortement de type II ($\lambda \gg \xi$) possédant un second champ critique B_{c2} élevé (pour les composés au Bismuth $B_{c2}(0)=120$ Teslas) et un premier champ critique $B_{c1}(0)$ de l'ordre de quelques centaines de Gauss.

Ces composés n'exhibent que peu ou pas d'effet isotopique. Ils possèdent une faible densité de porteurs caractérisés par une mobilité faible. La chaleur spécifique à basses températures a un comportement en loi de puissance de la température manifestement incompatible avec les prévisions de la théorie BCS¹³. Toutefois les mesures de déplacement de Knight¹⁴ montrent que les particules qui s'apparient dans l'état supraconducteur sont bien des fermions. De plus les mesures de quantification du flux indiquent l'existence de paires de Cooper.

1.3.1) Transition supraconductrice et bidimensionnalité.

La structure en couches des SHTC entraîne une anisotropie très forte de leurs propriétés physiques. Il semble aujourd'hui accepté que la supraconductivité apparait d'abord dans les plans CuO_2 . Elle est stabilisée et devient "tridimensionnelle" grâce au couplage Josephson entre les plans. Ce sont les couches atomiques, telles que Bi-O et Tl-O, qui constituent les jonctions Josephson et qui jouent ainsi un rôle dans la transition vers l'état supraconducteur. Toutefois, d'autres approches ont été envisagées selon lesquelles ces couches pourraient devenir supraconductrices par effet de proximité¹⁵.

Dans les composés SHTC les plus anisotropes tels que les composés au bismuth ou au thallium, la question d'une transition de type **Kosterlitz-Thouless**¹⁶ (K-T) en champ extérieur nul, dûe aux fortes fluctuations thermiques du paramètre d'ordre supraconducteur se pose. L'approche K-T donne de la

transition résistive des supraconducteurs 2-D une interprétation en termes de dynamique des vortex. Les fluctuations thermiques très fortes dans les supraconducteurs quasi-bidimensionnels excitent, même en l'absence de champ magnétique extérieur, des paires vortex-antivortex interagissant via un potentiel logarithmique dans les plans et ayant pour effet de détruire l'ordre supraconducteur à longue portée. De façon plus précise, le système de paires vortex-antivortex thermiquement excitées se dissocient au-delà d'une certaine température T_{KT} qui définit, par ailleurs la température de transition résistive du système en champ extérieur nul. Dans les composés au bismuth, la différence théorique entre T_c^0 , température d'onset du diamagnétisme, et T_{KT} est de l'ordre de quelques Kelvins. Cette transition a été observée dans des composés massifs ou sous forme de films minces¹⁷ et se traduit par un changement très net de la forme de la caractéristique courant-tension aux très faibles courants¹⁸. En dessous de T_{KT} , la tension aux bornes de l'échantillon varie comme une loi de puissance du courant et devient linéaire au-delà de T_{KT} , en passant par une loi intermédiaire $V \propto I^3$ à T_{KT} . Au-dessus de T_{KT} , le caractère libre des vortex engendre une dissipation caractérisée par une résistivité variant exponentiellement avec la température¹⁹. Les considérations précédentes sont valables pour des systèmes strictement 2-D. Cependant, la prise en compte d'une part des interactions entre les vortex appartenant à des plans différents et d'autre part, du couplage Josephson interplanaire élargit la transition de Kosterlitz-Thouless et accroît la température de transition T_{KT} (tendance à la suppression de la transition).

1.3.2) Approches Phénoménologiques de la supraconductivité:

1.3.2.1) Théorie de Ginzburg-Landau 3-D anisotrope.

Les modèles phénoménologiques de la supraconductivité dans les systèmes tridimensionnels anisotropes reposent sur la théorie de Ginzburg-Landau (G-L) et ses généralisations. Ce modèle n'est valide qu'au voisinage de T_c , de sorte que le paramètre d'ordre y a une valeur faible. Pour les type II extrêmes (i.e. tels que $\xi \ll \lambda_L$), on peut remplacer la théorie de G-L par le modèle de London qui est une description électrodynamique valable à des échelles spatiales de l'ordre de ξ et valide dans tout le domaine de température. Les équations de G-L et London prenant en compte l'anisotropie du système décrivent, pour des champs assez forts, le réseau de vortex dans ces matériaux. Nous reviendrons plus largement au problème des vortex dans le prochain chapitre. Ces modèles prédisent la forme des premiers et seconds champs critiques en fonction des longueurs caractéristiques $\lambda_{//}, \lambda_{\perp}, \xi_{//}, \xi_{\perp}$, dans les directions parallèles et perpendiculaires aux plans:

$$B_{c2}^{\perp} = \frac{\Phi_0}{2\pi \xi_{\perp}^2} \quad \text{et} \quad B_{c2}^{//} = \frac{\Phi_0}{2\pi \xi_{\perp} \xi_{//}} \quad (2)$$

Ces expressions indiquent que la supraconductivité est détruite plus difficilement lorsque le champ est appliqué dans la direction parallèle aux plans. De la même façon, les expressions des premiers champs critiques s'écrivent:

$$B_{cl}^{\perp} = \frac{\Phi_0}{4\pi \mu_0 \lambda_{\perp}^2} \text{Ln}\left(\frac{\lambda_{\perp}}{\xi_{\perp}}\right) \text{ et } B_{cl}^{\parallel} = \frac{\Phi_0}{4\pi \lambda_{\perp} \lambda_{\parallel}} \text{Ln}\left(\frac{\lambda_{\parallel}}{\xi_{\parallel}}\right) \quad (3)$$

de sorte que $\frac{B_{cl}^{\perp}}{B_{cl}^{\parallel}} = \Gamma$, ce qui signifie que les directions parallèles aux couches sont des directions de facile pénétration du champ magnétique. La description phénoménologique de la supraconductivité dans les systèmes lamellaires les plus anisotropes se fait dans le cadre de la théorie de Lawrence et Doniach, qui prend en compte les couplages Josephson entre les plans supraconducteurs.

1.3.2.2) Le modèle de Lawrence et Doniach.

Le modèle de Ginzburg-Landau devient inadéquat lorsque la longueur de cohérence dans la direction perpendiculaire est plus faible que la distance interplanaire d . Lorsque cette condition est vérifiée le système adopte un comportement bidimensionnel. Les propriétés du système sont alors modifiées. Lawrence et Doniach ont proposé une description phénoménologique²⁰ de tels systèmes où les couches supraconductrices sont couplées par effet Josephson. Pour un système de plans supraconducteurs identiques indexés par un entier n et séparés par une distance d , la fonctionnelle d'énergie libre s'écrit, dans ce modèle:

$$\begin{aligned} \Delta F = d \sum_n \int d^2 \mathbf{r} \left[a(T) |\Psi_n|^2 + \frac{1}{2} b(T) |\Psi_n|^4 + \frac{\hbar^2}{4m} \left| (i\nabla_{\parallel} + \frac{2e}{\hbar} \mathbf{A}_{\parallel}) \Psi_n \right|^2 \right] \\ + f_J \left| \Psi_{n+1} - \Psi_n \exp\left(\frac{2ei}{\hbar} \int_{nd}^{(n+1)d} A_z dz\right) \right|^2 + \frac{B^2}{2\mu_0} \end{aligned} \quad (4)$$

où Ψ_n représente la valeur du paramètre d'ordre dans le plan numéroté n . Le premier terme représente le développement habituel de l'énergie libre en puissances du paramètre d'ordre dans la théorie de Landau, le second est le terme d'énergie cinétique des paires dans les plans et enfin le terme aux différences finies décrit l'effet du couplage Josephson entre les plans. L'exponentielle complexe qui y figure, donne le déphasage de la fonction d'onde du condensat dû au champ magnétique. La valeur du paramètre de couplage Josephson f_J peut être déduite de calculs microscopiques²¹ mais est considérée comme un paramètre ajustable.

Le modèle de Lawrence et Doniach admet pour limite la théorie de G-L 3-D anisotrope lorsque T est proche de T_c ²². A plus basse température le comportement du système est modifié. Le système est quasi-bidimensionnel ($\xi_{\perp} \ll d$). De façon plus précise le modèle de Lawrence et Doniach s'applique dès que $\xi_{\perp} < d$ soit d'après (1) lorsque:

$$\xi_{\parallel} < \Gamma d = \lambda_{\perp} \quad (5)$$

On définit ainsi une longueur caractéristique $\lambda_J = \Gamma d$. La valeur typique de ce paramètre est pour les composés Bi:2212 de l'ordre de 600-1000 Å. Nous reviendrons sur la signification physique de cette longueur dans le chapitre 2 lorsque nous discuterons les propriétés physiques des systèmes 2-D de vortex. Nous allons maintenant voir comment le paramètre ξ/λ_J contrôle le changement de comportement d'un système lamellaire supraconducteur décrit par le modèle de Lawrence et Doniach.

- Cross-over dimensionnel.

La relation (5) suggère l'existence d'une température de **cross-over** marquant le passage d'un régime 2-D à un régime supraconducteur tridimensionnel anisotrope. Ce changement de dimensionnalité se produit à une température T^* telle que $\xi_{\perp}(T^*) = \frac{d}{\sqrt{2}}$ ou bien $\xi_{\parallel}(T^*) = \frac{\lambda_J}{\sqrt{2}}$. Cette condition n'est réalisée qu'au voisinage immédiat de T_c^0 , d'autant plus près de T_c^0 que le système est plus anisotrope: Pour Bi:2212 la théorie donne $(T_c^0 - T^*)/T_c^0 = 10^{-3}$. R.A. Klemm, M.R. Beasley et A.Luther²³ ont montré que ce changement de dimensionnalité est caractérisé par une concavité positive de la courbe $B_{c2}(T)$. De plus, à la température de crossover T^* , le champ B_{c2} dans la direction parallèle aux plans diverge. Ceci correspond physiquement à une situation où les vortex peuvent s'accumuler entre les plans sans affecter la supraconductivité dans les plans. En réalité, si ce changement se produit la "divergence" du second champ critique est limitée par les processus de diffusion spin-orbite et par le paramagnétisme de Pauli propre au système électronique.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE 1

- 1:C.Rao, P.Gangly, M.Heolge, D.Sharma, J. Amer.Chem.Soc. **109**, p.6893 (1987).
- 2:L.Pierre, J.Schneck, D.Morin, J.C.Toledano, J.Primot, H.Savary, J. of Applied Phys.vol.**68** (5) (1990).
- 3:On trouvera une revue de la question dans: K.El Boussiri, Thèse 3ème cycle Université de Lille (1991).
- 4:H.W.Zandbergen, W.A.Groen, A.Smit and G.Van Tendeloo Physica **C 168**, p.426 (1990).
- 5: Hewatt, Jap. Journal of Appl. Physics (1989).
- 6:Berdet, J. Capponi et al in "**Studies of HSTC**", vol.2, Nov. Science Publisher, **Ed. A Nailikar**,p.171 (1989).
- 7:J. Rossat-Mignod, P. Regnault, M.J. Jurgens, C. Vettier, P. Burllet , J.Y. Henry et G.Lapertot, Physica **C163**, p.4 (1990).
- 8:"*Théorie du magnétisme*", A. Herpin, Bibliothèque des Sc. et Tech. Nucléaires,p.439 (1968)
- 9:H. Alloul, Proceedings of the **39th** Scottish University Summer School in Physics, June 1991.
- 10:N. Nishida et al, Physica **C 168**,p. 23 (1990).
- 11:F.C. Zhang and T.M. Rice, Phys. Rev. **B 37**, p.3759 (1988).
- 12:F.X.Regis, J.Schneck, H.Savary, C.Daguet, IEEE Trans. Appl. Supercond. (USA) Vol.3 n°1 pt.3, p.1190 (1993).
- 13:J.Bardeen, L.N.Cooper and J.R.Schrieffer Phys.Rev.**106**, 162 (1957).
- 14:"*Superconductivity* ", Vol.1, p.179-183, Ed. R.D. Parks, Marcel Dekker, Inc.,N.Y.(1969).
- 15:De Rango P.Giordanengo B., Tournier R., J. de Phys. France, Vol. **50**, p.2857 (1989).
- 16:Kosterlitz J.M. and Thouless D.J., Journal Phys.**C:Solid State Phys.C 6**, p.1181 (1973).
- B.I. Halperin and D.R. Nelson, J. Low Temp. Phys. **36**, p.599 (1979).
- 17:Q.Y. Ying and H.S. Kwok Phys. Rev. **B 42**, n°4, p.2242 (1990).
- 18:A.M. Kadin, K. Epstein and A.M. Goldman, Phys. Rev.**B 27**, p.6691 (1983).
- 19:M. Ausloos and Ch. Laurent Phys.Rev.**B 37**, p.611 (1988).
- F. Vidal, J.A. Veira, J. Maza, J.J. Ponte, F.Garcia Alvarado, Physica **C 153-155**, p.1371 (1988).
- 20:Lawrence W.E. and S.Donaich Proc.of the **12th** Conf. on Low Temp. Phys., Kyoto **Ed.Kanda E.**, p.361 (1970).

- 21:**Bulaevskii L.N., Zh. Eksp. Teor. Fiz. **64**, p.2241 (1973).
- 22:**D. Feinberg, J.Physique **III** France **4**, Fevrier 1994 169-208.
- 23:**R.A.Klemm, M.R. Beasley, A.Luther J. of Low Temp. Phys.**16**, p.607 (1974).
- R.A. Klemm,A. Luther and M.R.Beasley Phys.Rev.**B 12**, p.877 (1975).

CHAPITRE 2

PROPRIETES STATIQUES ET DYNAMIQUES DES VORTEX

SOMMAIRE DU CHAPITRE 2

Introduction.

2.1) Propriétés statiques des vortex.

2.1.1) Ligne de flux isolée.

2.1.2) Interactions entre vortex.

2.2) Propriétés dynamiques des vortex: États résistif et supraconducteur.

2.2.1) Le modèle de Bardeen-Stephen.

2.2.2) Le modèle de Flux-Creep d'Anderson.

2.2.2.1) Présentation du modèle.

2.2.2.2) Détermination de J_c à partir du modèle d'Anderson.

2.2.2.3) Densité de courants critique dans les SBTC et les SHTC.

2.2.2.4) Conclusion.

2.3) La ligne d'irréversibilité des SHTC.

2.3.1) Définition de la ligne d'irréversibilité.

2.3.2) Interprétations de la ligne d'irréversibilité des systèmes granulaires.

2.3.2.1) Réseau de jonctions Josephson.

2.3.2.1-a) Granularité et transition de cohérence.

2.3.2.1-b) Courants critiques de jonctions.

2.3.2.2) Désordre et frustration de phase dans les systèmes granulaires.

2.3.2.3) Comportement sous champ: De la phase Meissner au verre de jauge.

2.3.2.4) Verre de vortex intragranulaire.

2.3.2.5) Le désancrage thermique des vortex.

2.3.3) Ligne d'irréversibilité des systèmes lamellaires.

2.3.3.1) Systèmes quasi-bidimensionnels.

2.3.3.2) Interprétations de la ligne d'irréversibilité.

2.3.3.2-a) Propriétés élastiques du réseau de vortex.

2.3.3.2-b) Fusion du réseau de vortex.

2.3.3.2-c) Cross-over dimensionnel du système de vortex.

2.3.3.2-d) Verre de vortex et TAFF.

2: PROPRIETES DES SYSTEMES DE VORTEX ET DE JONCTIONS JOSEPHSON DANS LES SHTC.

Introduction.

Ce chapitre offre une vue synoptique des propriétés statiques et dynamiques des systèmes de vortex. Après avoir rappelé la structure des vortex d'Abrikosov dans les supraconducteurs à basses températures critiques, nous en étudions les propriétés collectives. Il s'agit essentiellement de rappeler le diagramme de phases du système de vortex dans le plan Champ-Température. Les vortex, porteurs d'une singularité de la phase de la fonction d'onde du condensat, constituent en toute rigueur un régime d'écoulement du condensat lui-même. Leur comportement dynamique n'est que la manifestation de l'hydrodynamique quantique du condensat et de son interaction avec le champ électromagnétique. Nous ne suivrons pas cette approche rigoureuse et présentons au deuxième paragraphe le modèle dynamique de Bardeen-Stephen, description plus simple mais conduisant à des prédictions quantitatives des propriétés dissipatives des supraconducteurs de type II. A ce premier modèle, négligeant l'influence des défauts, succédera la présentation d'un modèle dû à P.W. Anderson prenant en compte les interactions vortex-défauts. Dans le troisième paragraphe, nous nous intéressons à une propriété caractéristique des SHTC qui est **la ligne d'irréversibilité**. Les réseaux désordonnés de jonctions Josephson font l'objet du paragraphe suivant, qui nous révèle les transitions de phases dont ils sont le siège ainsi qu'une interprétation de la ligne d'irréversibilité des supraconducteurs granulaires. Nous terminons ce chapitre avec la troisième section dans laquelle nous examinons le comportement dynamique des vortex dans les systèmes lamellaires. Ce chapitre révèle toute la richesse du diagramme de phases des supraconducteurs lamellaires à travers de nouvelles approches de la ligne d'irréversibilité, telle que la fusion du réseau de vortex, la fusion de Kosterlitz-Thouless, le désancrage thermiquement activé ou encore le modèle du verre de vortex.

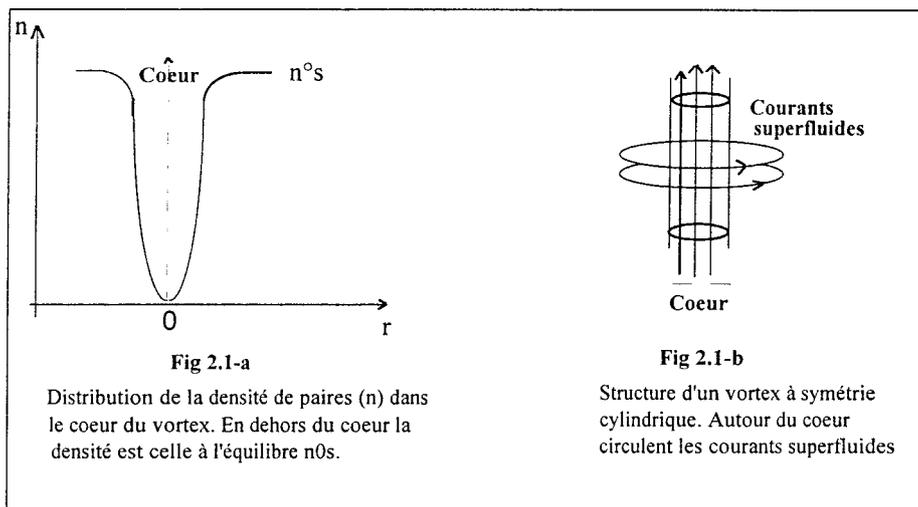
2.1) Propriétés statiques des vortex.

Les supraconducteurs à haute température critique appartiennent à la catégorie des supraconducteurs de type II. En dessous d'un champ $B_{c1}(T)$, ces systèmes excluent le champ magnétique appliqué en tout point sauf sur une certaine longueur $\lambda_L(T)$ (profondeur de pénétration de London) au voisinage de leur surface. Au-delà de B_{c1} le flux magnétique

pénètre partiellement jusqu'à un champ B_{c2} où le corps revient à l'état normal. Cet état (B est compris entre B_{c1} et B_{c2}) dit "mixte" est caractérisé par la présence de structures filamenteuses¹ ou vortex prévues par Abrikosov dans les années 60. Nous allons maintenant décrire ces objets dans le cas des supraconducteurs isotropes. L'influence de l'anisotropie structurale des SHTC sur les structures de vortex sera présentée dans un prochain paragraphe.

2.1.1) Ligne de flux isolée.

Un vortex est constitué d'une partie centrale, cylindrique, le coeur de rayon ξ . Dans le coeur, la densité de paires de Cooper décroît à partir de sa valeur d'équilibre et s'annule sur l'axe du cylindre (fig.2.1-a). En réalité, ce coeur est une zone où sont localisées des excitations de basse énergie (car l'énergie de condensation y est très faible), mais il peut être approximé par un cylindre de métal normal. Un système de courants superfluides circule autour du coeur (fig.2.1-b) jusqu'à une distance λ_L de l'axe du vortex.



Chaque vortex transporte un flux magnétique égal à un quantum de flux $\Phi_0 = \frac{h}{2e}$. La structure d'un vortex se discute dans le cadre de la théorie de Landau. Dans cette théorie, la densité de paires $n_s(\mathbf{r})$ est liée au paramètre d'ordre de G-L $\Psi(\mathbf{r})$ (interprété comme la fonction d'onde macroscopique du condensat) de la façon suivante:

$$\Psi(\mathbf{r}) = \sqrt{n_s(r)} \exp(i\phi(\mathbf{r})) \quad (1)$$

$\phi(\mathbf{r})$ désigne la phase de la fonction d'onde qui est singulière sur l'axe du vortex. Le courant superfluide, relié aux variations spatiales de la phase, s'écrit:

$$\mathbf{J}_s = -e n_s \frac{\hbar}{m} \left(\nabla\phi + \frac{2e}{\hbar} A(\mathbf{r}) \right) \quad (2)$$

L'équation (2) et l'équation de Maxwell-Ampère statique conduit à l'équation de London isotrope:

$$\text{rot}(\text{rot}\vec{B}) + \frac{\vec{B}}{\lambda_L^2} = \frac{\Phi_0}{\lambda_L^2} \delta_2(\mathbf{r}) \vec{u}_z \quad (3)$$

Dans cette formule, le second terme représente la singularité de la phase de Ψ sur l'axe du vortex. L'équation (3) prend en compte l'existence d'une singularité de la phase sur l'axe du vortex par le biais de la distribution de Dirac $\delta_2(\mathbf{r})$, définie dans un plan normal à l'axe du vortex. La solution de l'équation (3) prend la forme:

$$\mathbf{B}(\mathbf{r}) = \frac{\Phi_0}{2\pi \lambda_L^2} \mathbf{K}_0\left(\frac{r}{\lambda_L}\right) \quad (4)$$

où K_0 désigne la fonction de Hankel d'ordre zéro dont les variations à longue et courte distance permettent de déduire les comportements asymptotiques du champ magnétique et de la densité de courants:

- Si $\xi < r \ll \lambda_L$:

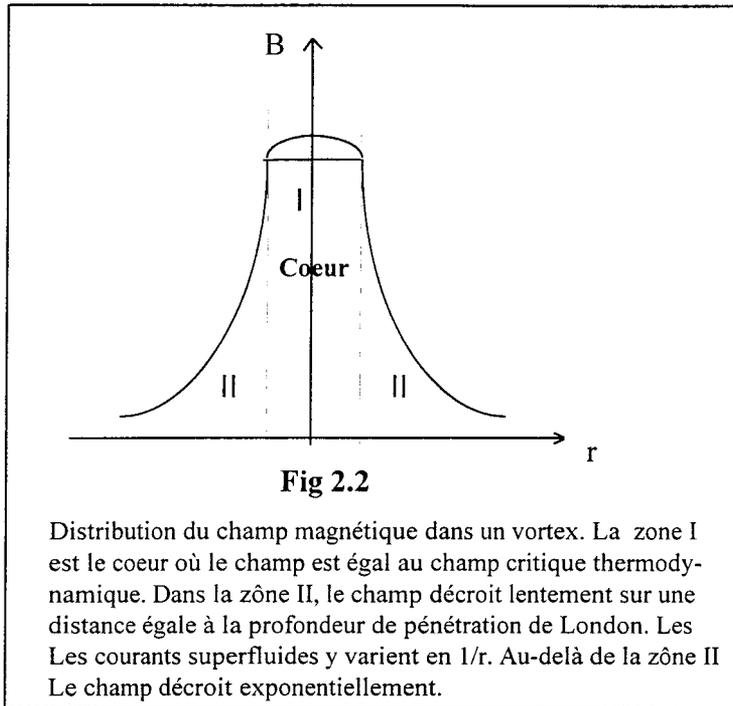
$$\begin{aligned} B_z(r) &\approx \frac{\Phi_0}{2\pi \lambda_L^2} \text{Ln}\left(\frac{\lambda_L}{r}\right) \\ J_0(r) &\approx \frac{\Phi_0}{2\pi \lambda_L^2} \frac{1}{r} \end{aligned} \quad (5)$$

- Si $r \gg \lambda_L$:

$$B_z(r) \approx \frac{\Phi_0}{2\pi \lambda_L^2} \sqrt{\frac{\pi \lambda_L}{2r}} \exp\left(-\frac{r}{\lambda_L}\right) \quad (6)$$

La figure 2.2 ci-dessous donne une représentation schématique de la distribution du champ magnétique autour du coeur. D'après (5), la vitesse des paires de Cooper varie en $1/r$. Une telle distribution de vitesses préserve la cohérence de phase du condensat supraconducteur. L'énergie propre d'un vortex, constituée de l'énergie de coeur, de l'énergie cinétique des courants superfluides et de l'énergie associée au champ magnétique environnant le coeur est donnée par:

$$E = \left(\frac{\Phi_0}{4\pi \lambda_L}\right)^2 \text{Ln}\left(\frac{\lambda_L}{\xi}\right) \quad (7)$$



2.1.2) Interactions entre vortex.

Dans ce paragraphe, nous effectuons quelques rappels sur le problème des interactions entre les vortex. Un vortex peut interagir avec le système de courants des autres vortex et ressent ainsi une force dite de Lorentz³. Le caractère répulsif ou attractif de l'interaction entre deux vortex dépend du signe des charges (la charge est ici le quantum de flux) portées par chaque vortex. L'interaction est répulsive pour des vortex de même charge. Ainsi, lorsqu'un vortex rectiligne situé en \mathbf{r}_i interagit avec un autre vortex parallèle au premier et situé en \mathbf{r}_j , l'énergie potentielle d'interaction s'écrit:

$$U_{ij} = \frac{\Phi_0^2}{2\pi\lambda_L^2} K_0\left(\frac{|\mathbf{r}_i - \mathbf{r}_j|}{\lambda_L}\right) \quad (8)$$

En présence d'un grand nombre de tels vortex, ce nombre dépendant du champ magnétique appliqué, la compétition entre la force de pression magnétique (qui fait pénétrer les vortex dans l'échantillon) et les interactions répulsives entre ceux-ci conduit à la formation d'un réseau de vortex triangulaire ou carré⁴ selon les conditions aux limites imposées au système (cf figure 2.3). Ce réseau est nommé réseau d'Abrikosov. Le réseau triangulaire est visualisé sur la figure 2.4. Le paramètre du réseau d est relié à la valeur d'équilibre du champ magnétique B , moyennée sur plusieurs distances intervortex, et vaut pour le réseau triangulaire:

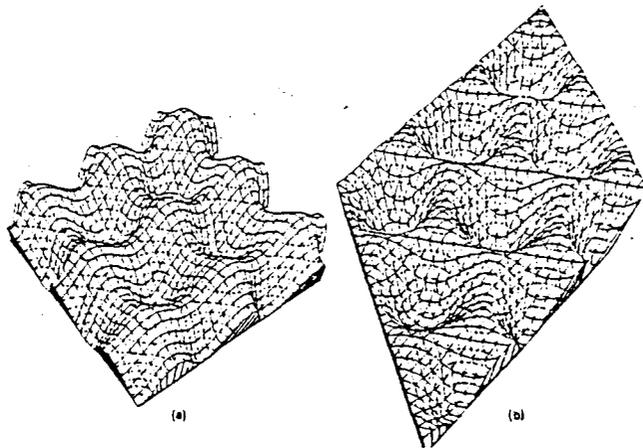


Fig. 2.3: Vue en perspective donnant la symétrie du réseau de vortex.
Sa nature dépend des conditions aux limites appliquées au système (Référence 4):

2.3-a) Réseau carré de vortex.

2.3-b) Réseau triangulaire de vortex.

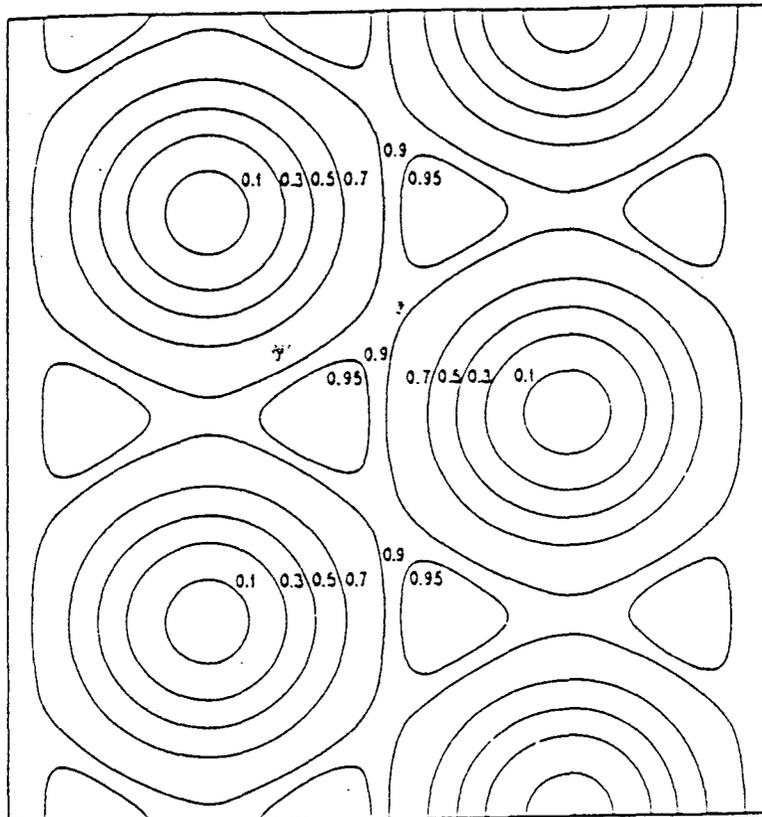
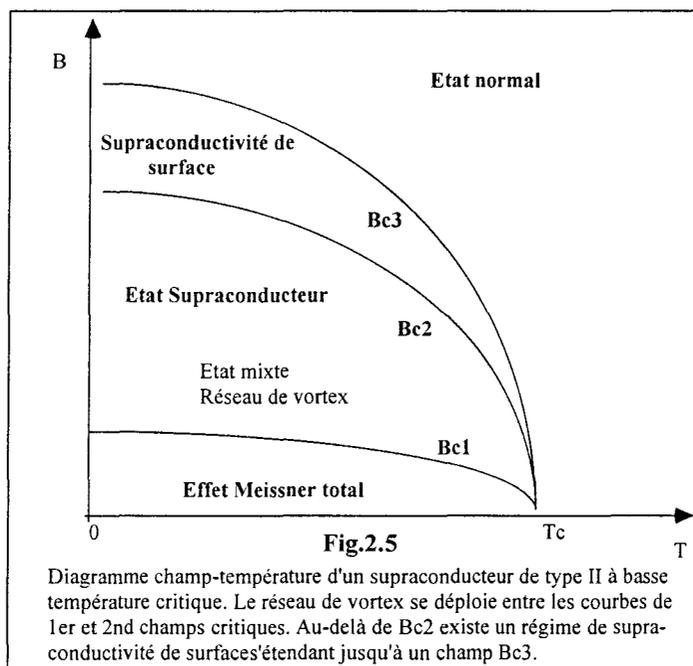


Fig.2.4: Courbes d'isodensité électronique du « paramètre d'ordre » supraconducteur.

Le calcul est fait au voisinage du 2^{ème} champ critique B_{c2} et correspond à un réseau triangulaire. Les nombres attachés à chaque courbe donnent le carré du paramètre d'ordre normalisé à sa valeur maximale (D'après R.D.Parks, Réf.4).

$$B = n\Phi_0 = \frac{2}{\sqrt{3}} \frac{\Phi_0}{d^2} \quad (9)$$

où n est la densité de vortex dans le système considéré. Dans les supraconducteurs à basse température critique, le réseau de vortex est stable dans tout le domaine du plan B - T situé entre les courbes $B_{c1}(T)$ et $B_{c2}(T)$. La figure 2.5 donne le domaine de stabilité du réseau d'Abrikosov pour les *SBTC*.



La description précédente du réseau de vortex est valable en l'absence de défauts dans le système (i.e. pour un échantillon pur). L'influence des défauts (structuraux, inhomogénéités chimiques ou autres) sur le réseau de vortex est un problème important puisqu'elle détermine la densité de courants critique du système. Nous examinerons ce problème crucial dans un prochain paragraphe.

2.2) Propriétés dynamiques des vortex: Etats résistif et supraconducteur.

Dans ce paragraphe nous présentons les modèles, proposés initialement pour les supraconducteurs conventionnels, décrivant le comportement dynamique des vortex ainsi que sa manifestation à l'échelle macroscopique. Cette dynamique est déterminée par l'action de deux forces antagonistes qui peuvent s'exercer sur un vortex. Une force de Lorentz est présente lorsque le vortex se trouve plongé dans un courant électrique. Elle se manifeste soit lorsque le vortex évolue en présence d'un courant de transport, soit à travers l'interaction vortex-vortex. C'est elle qui engendre les mouvements collectifs des vortex. La deuxième force, au contraire, s'exerce en présence de défauts dans le système et s'oppose au mouvement des vortex en ancrant ceux-ci sur les défauts.

Le modèle de Bardeen-Stephen, que nous allons décrire en premier lieu, décrit le mouvement des vortex en l'absence de défauts. Dans un deuxième temps, nous présentons le modèle d'Anderson qui s'applique à décrire leurs mouvements lorsqu'ils sont fortement ancrés sur les défauts.

2.2.1) Le modèle de Bardeen-Stephen.

Ce modèle datant des années soixante⁵ est l'approche la plus simple du mouvement d'un vortex. Ce modèle décrit la dynamique individuelle des vortex en ne considérant que le mouvement « libre » des vortex (Flux-Flow), c'est-à-dire en l'absence de défauts. En présence de défauts, les vortex ont tendance à s'ancrer sur ceux-ci. La force d'ancrage trouve son origine dans le fait que la région entourant un défaut correspond à une dépression de l'énergie de condensation et que, de ce fait, cela coûtera moins d'énergie de former le coeur dans une telle région. La force d'ancrage correspondante est liée au gradient de l'énergie de condensation disponible autour d'un défaut. De la même façon, un courant de transport injecté dans l'échantillon exercera sur le vortex une force, **la force de Lorentz**, qui aura tendance à le désancrer. En pratique, le modèle de Bardeen-Stephen (B-S) sera donc valable pour des courants appliqués assez élevés pour que la force d'ancrage soit faible devant la force de Lorentz. Dans ce modèle si la force de Lorentz \mathbf{F}_L est plus faible que la force d'ancrage \mathbf{F}_p , le vortex est immobile, dans le cas contraire le vortex se déplace comme un vortex libre soumis à une force effective $\mathbf{F}=\mathbf{F}_L-\mathbf{F}_p$. Bardeen et Stephen traitent le vortex à l'approximation du coeur normal de rayon ξ . Cette approximation est justifiée par un calcul de C. Caroli et al⁶ montrant que la densité des états de quasi-particules au voisinage de l'axe du vortex était correctement représentée par un tel modèle. En présence d'un courant de transport \mathbf{J}_T , le vortex est soumis à la force de Lorentz⁷:

$$\mathbf{F}_L = \Phi_0 \vec{v} \times \mathbf{J}_T \quad (10)$$

où v désigne un vecteur unitaire tangent à l'axe du vortex. Sous l'influence de cette force le vortex se déplace à la vitesse v_L . Le vortex entraînant ses lignes de courants propres, ce mouvement donne naissance à un courant superfluide $\mathbf{J}_S(\mathbf{r}-\mathbf{v}_L t)$ par rapport au vortex. Parallèlement, les processus de diffusion des excitations de coeur sur le réseau cristallin, elles-mêmes entraînées de façon complexe par le vortex mobile, donnent lieu à une deuxième composante de courant $\mathbf{J}_N(\mathbf{r}-\mathbf{v}_L t)$. Cette composante est responsable de la dissipation visqueuse accompagnant le mouvement du vortex. A température assez basse ($T \ll T_c$), les quasi-particules sont surtout présentes dans les coeurs de vortex. C'est donc principalement dans le coeur des vortex qu'a lieu la dissipation: La théorie de B-S est une approximation locale. Lorsqu'un vortex se déplace, celui-ci induit dans l'espace environnant un champ électrique donné par:

$$\vec{E} = \vec{B} \times \vec{V}_L \quad (11)$$

\mathbf{B} désignant l'intensité du champ magnétique en un point de l'échantillon. La formule (11) a donné lieu à un débat controversé sur la nature induite ou non de ce champ⁸. Une fois encore, pour de faibles champs magnétiques appliqués, le champ électrique n'a de valeur appréciable que dans le coeur ou au voisinage immédiat de celui-ci. A des distances grandes devant λ_L , ce champ est très faible. Le coeur normal mobile, soumis au champ électrique de la formule (11), donne lieu à un courant "normal":

$$\mathbf{J}_n = \sigma_n \mathbf{E} \quad (12)$$

où σ_n est la conductivité du coeur normal du vortex. La puissance dissipée dans le coeur est $W_c = \pi \xi^2 \sigma_n E^2$. Le champ électrique induit au niveau du coeur étant approximativement⁸ $E \approx \frac{\Phi_0}{\pi \xi^2}$, cette puissance se réécrit $W_c = \eta V_L^2$ où $\eta = \sigma_n B_{c2} \Phi_0$ est le coefficient de viscosité de sorte que le vortex est soumis à une force dissipative:

$$\mathbf{F}_d = -\Phi_0 \cdot B_{c2} \cdot \sigma_n \cdot \mathbf{V}_L \quad (13)$$

En régime permanent, la vitesse du vortex vérifie l'équation:

$$-\eta V_L + (J - J_c) \Phi_0 = 0 \quad (14)$$

où $F_p = J_c \Phi_0$ désigne la force d'ancrage moyenne due aux défauts, proportionnelle à la densité de courants critiques J_c . D'après (11) et (14), l'on a :

$$\mathbf{E} = v_L \mathbf{B} = \frac{B \Phi_0}{\eta} (J - J_c) \quad (15)$$

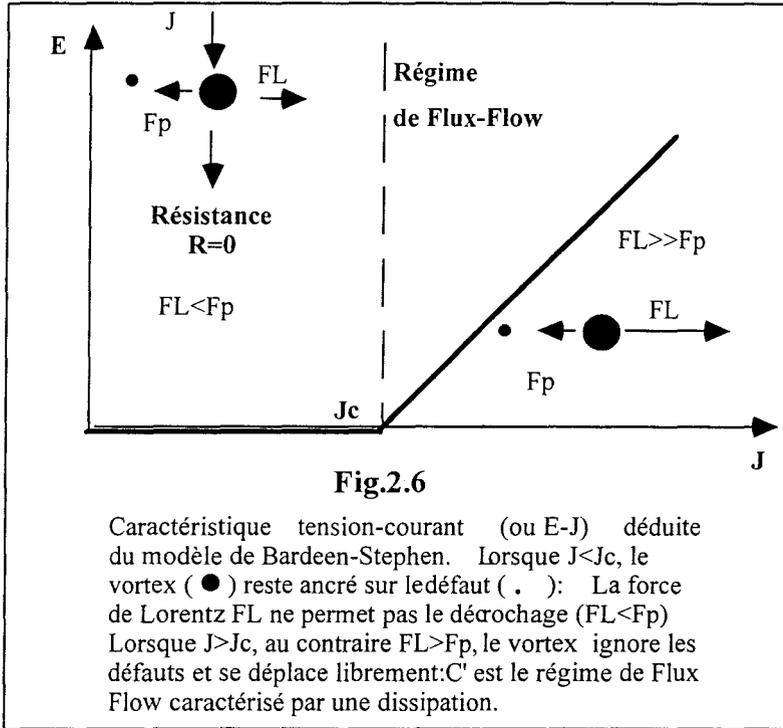
Cette dernière formule donne l'équation de la caractéristique E-J d'un système de vortex dans le régime de Flux-Flow (figure 2.6). La caractéristique est linéaire. On déduit de (15) la résistivité de "Flux-Flow" due au mouvement des vortex:

$$\rho_{FF} = \frac{dE}{dJ} = B \frac{\Phi_0}{\eta} = \rho_n \frac{B}{B_{c2}(0)} \quad (16)$$

Ceci est l'expression de la résistivité dans le modèle B-S⁹. A température plus élevée, Kim et al¹⁰ ont obtenu la loi empirique suivante pour la résistivité de Flux-Flow:

$$\frac{\rho_{FF}}{\rho_n} = \frac{B}{B_{c2} \left(\frac{T}{T_c}\right) f\left(\frac{T}{T_c}\right)} \quad (17)$$

où f est une fonction lentement variable de la température tendant vers un lorsque T tend vers zéro. A basse température, la formule (17) montre que le rapport ρ_{FF}/ρ_n est proportionnel au volume occupé par les coeurs de vortex.



En fait, le modèle de B-S n'est qu'une approximation locale dans laquelle le paramètre d'ordre Δ s'annule brutalement sur la frontière du coeur. En réalité, Δ décroît rapidement lorsque l'on se rapproche du coeur pour s'annuler sur l'axe du vortex. Dans le modèle de B-S, la dissipation se fait pour moitié environ dans le coeur normal et pour moitié dans la zone entourant le coeur. Une approche plus rigoureuse du problème se fait par la théorie de G-L dépendant du temps¹¹. Seule cette approche peut conduire à une description satisfaisante de la situation dans le cas impur (forte concentration en impuretés) puisque la théorie locale de B-S n'est valable que dans le cas pur où $l \gg \xi_0$ (l est le libre parcours moyen électronique). Dans le cas impur, $l < \xi_0$ (ou à température finie), la situation est quelque peu modifiée. A température finie, une correction à la viscosité est nécessaire; celle-ci prend en compte une modification liée à des mécanismes de dissipation en dehors du coeur. Cette correction relève de deux processus: L'un correspond à l'excitation de quasi-particules à partir du condensat, l'autre est lié à la diffusion des électrons sur les impuretés. Ce dernier processus peut d'ailleurs l'emporter sur la diffusion électrons-réseau.

2.2.2) Le modèle de Flux-Creep d'Anderson.

2.2.2.1) Présentation du modèle.

Dans le paragraphe précédent, nous avons décrit le modèle le plus simple de dynamique des vortex valable pour des courants appliqués grand devant la densité critique J_c (vortex libres de se déplacer): Celui-ci est basé sur une conception individualiste de la dynamique des vortex puisqu'il ne prend pas en compte l'effet des interactions entre les vortex (effets collectifs). P.W. Anderson a introduit dans les années 60 la notion de Flux-Creep¹² qui prend en compte d'une part l'interaction vortex-défauts et d'autre part les interactions entre vortex "voisins". Ce modèle valable pour les courants d'intensité voisine du courant critique suppose en outre que les processus de désancrage des vortex sont thermiquement activés. Si U désigne l'énergie d'ancrage sur un type de défauts donné, le nombre de vortex passant d'un défaut à un défaut voisin pendant l'unité de temps est:

$$v = v_0 \left[\exp\left(-\frac{U - \delta U}{k_B T}\right) - \exp\left(-\frac{U + \delta U}{k_B T}\right) \right] \quad (18)$$

où v_0 est une fréquence caractéristique de saut allant de 10^5 à 10^{11} Hz, $\delta U = JBvd$, J étant la densité de courants dans le système, d une distance de saut typique et V un volume caractéristique prenant en compte les effets collectifs. Le volume V du "bundle" ou paquet de vortex a été introduit par Anderson qui, remarquant que les interactions entre vortex sont de portée λ_L (profondeur de pénétration de London), un vortex quittant son point d'ancrage a tendance, afin de maintenir autour de lui un certain ordre local, à entraîner les vortex environnants situés à une distance $d < \lambda_L$. La force de Lorentz s'exerce alors non pas sur un seul vortex mais sur le "bundle":

$$F_L = J\Phi_0 \frac{B}{\Phi_0} \pi d^2 L = J.V.B \quad (19)$$

L désigne la longueur d'un vortex et $B/\Phi_0 = n_V$ la densité superficielle de vortex. L'énergie δU représente alors simplement le travail de la force de Lorentz sur la distance de saut d . La détermination précise de l'énergie d'ancrage U nécessite la connaissance des mécanismes d'ancrage. Lorsque ces mécanismes ne sont pas connus (ce qui est le cas en général) les données expérimentales sont traitées à partir d'un spectre plus ou moins large d'énergies d'activation. On peut toutefois (par exemple lorsque l'on analyse les mesures des propriétés électriques) n'en considérer qu'une lorsqu'une valeur particulière du spectre domine. En posant :

$$J_c^{\text{And}} = \frac{U}{BVd} \quad (20)$$

grandeur qui sera interprétée par la suite, et en remarquant que la vitesse moyenne du vortex s'écrit $v_L = v d$ où d désigne la distance de saut des vortex entre deux pièges voisins et que, par ailleurs, le champ électrique induit par le mouvement des vortex vaut $E = v_L B$, on obtient:

$$E(J) = 2 \rho_c J_c^{\text{And}} \exp\left(-\frac{U}{k_B T}\right) \sinh\left(\frac{JU}{J_c^{\text{And}} k_B T}\right) \quad (21)$$

Cette équation, où ρ_c est homogène à une résistivité, définit la caractéristique J-E d'un supraconducteur de type II dans l'état mixte. Elle est plus complexe que celle du modèle simple de Bardeen-Stephen (cf formule 17). Cette caractéristique a la forme indiquée sur la figure 2.7 ci-dessous. Cette caractéristique est constituée de trois régions, correspondant à trois régimes dynamiques différents des vortex. La première région, celle des faibles courants, définit un comportement ohmique dénommé "TAFF" (thermally activated flux flow). Dans cette région, la relation entre courant et champ électrique est linéaire:

$$E_{\text{TAFF}} = 2J\rho_c \frac{U}{k_B T} \exp\left(-\frac{U}{k_B T}\right) = J\rho_{\text{TAFF}} \text{ pour } J \ll J_c^{\text{And}} \frac{k_B T}{U} = J_0 \quad (22)$$

Ce régime est caractérisé par une résistivité ρ_{TAFF} indépendante de J et obéissant à une loi d'Arrhénius. La deuxième région correspond aux valeurs de J situées autour de $k_B T / U J_c^{\text{And}}$. Dans ce cas l'argument du sinus hyperbolique dans la formule (22) étant grand, on approxime la fonction "Sh" par "exp".

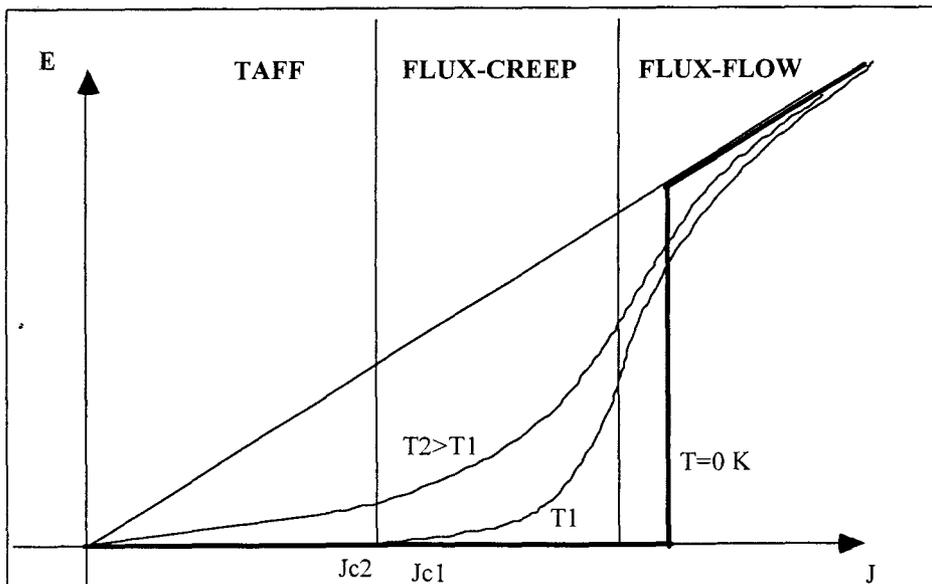


Fig.2.7

Allure de la caractéristique courant-tension dans le modèle d'Anderson à différentes valeurs de la température. Le courant critique J_c y est indiqué.

La résistivité augmente exponentiellement avec J/J_0 où $J_0 = \frac{J_c^{\text{And}}}{U} k_B T$ comme le montre la relation qui suit:

$$E_{\text{creep}} = J_c^{\text{And}} \rho_c \exp\left[\left(\frac{J}{J_c^{\text{And}}} - 1\right) \frac{U}{k_B T}\right] \propto \exp\left(\frac{J}{J_0}\right) \text{ pour } J \approx J_c^{\text{And}} \frac{k_B T}{U} \quad (23)$$

Enfin, dans la région des forts courants le modèle de flux creep ne s'applique plus et laisse place au régime de Flux-Flow pour lequel la caractéristique est représentée par la relation:

$$E_{\text{FF}} \approx J \rho_{\text{FF}} \text{ pour } J \gg J_c^{\text{And}} \frac{k_B T}{U} \quad (24)$$

Dans cette relation ρ_{FF} représente la résistivité de Flux-Flow que nous avons déjà rencontrée dans le modèle de Bardeen-Stephen. La formule (24) prédit un changement de courbure de la caractéristique lorsque l'on rejoint le régime de Flux-Flow: La courbure devient négative. La caractéristique tend asymptotiquement vers le régime linéaire de Flux-Flow défini par Bardeen-Stephen.

2.2.2.2) Détermination de J_c^{And} à partir du modèle d'Anderson.

Pour déterminer J_c^{And} à partir de la formule d'Anderson (équation (21)), on remarque d'abord que dans la zone de « flux creep » ($J \approx J_c^{\text{And}} \frac{k_B T}{U}$) cette équation peut se réécrire:

$$E \approx E_0 \exp\left(\frac{-U(B, T) + JBVd}{k_B T}\right) \quad (25)$$

où E_0 se déduit de l'équation (21). A $T=0$ K on n'a $E=0$ (qui correspond à une vitesse de ligne nulle) que si $JBVd < U(B,0)$ (ou de façon équivalente $J < J_c^{\text{And}}(B,0)$). A cette température le courant d'Anderson est donc un vrai courant critique défini sans ambiguïté: En dessous de $J_c^{\text{And}}(B,0)$ le champ induit est nul, non nul au-dessus. A température faible mais non nulle, le régime de TAFF existe mais avec une résistance non observable. Dans ce cas la caractéristique courant-tension ne présente que la zone de Creep au-dessus d'une certaine valeur de courant que nous nommerons courant critique $J_c(T,B)$, valeur minimum du courant au-delà de laquelle une tension peut être observée à l'aide d'un appareil de mesures de sensibilité donnée. Bien sûr, ce courant dépend également de la sensibilité. Si l'on appelle E_c la plus petite valeur mesurable par l'appareil de mesures, on déduit de (25) la dépendance de J_c en fonction de la température, du champ magnétique et de la sensibilité de l'appareil:

$$J_c(T, B) = \frac{1}{BVd} (U(B, T) - k_B T \ln(\frac{E}{E_c})) \quad (26)$$

La connaissance de $U(B, T)$ permet alors de connaître les variations de J_c en fonction de la température et du champ magnétique. La dépendance de J_c vis-à-vis de la sensibilité de l'appareil de mesures provient de la grandeur E_c . Lorsque la température croît encore, la zone de TAFF devient observable. L'analyse précédente peut être étendue à cette gamme de températures en remplaçant la relation (25) par l'équation (21). Il est cependant évident que la présence d'un régime linéaire rend cette définition purement formelle. Dans ces conditions, il est évident que, indépendamment de la sensibilité de l'appareil, J_c est ramené à zéro.

2.2.2.3) Densités de courants critique dans les SBTC et les SHTC.

Selon le modèle d'Anderson, la densité de courants critiques n'est pas une propriété intrinsèque des corps supraconducteurs. A ce point de vue, la situation est radicalement différente lorsque l'on passe des SBTC aux SHTC.

Dans les supraconducteurs conventionnels, du fait des grandes valeurs de la longueur de cohérence ξ et de la faiblesse des températures de travail, le régime linéaire aux faibles courants (TAFF dans le modèle d'Anderson) n'est pas observable. A bas courants, la résistance linéaire est nulle. On observe un régime dissipatif non ohmique seulement dans la zone de Flux-Creep. La densité de courants critique est définie sans ambiguïté. Elle correspond au seuil de courant au-delà duquel une dissipation est observée. En pratique ce seuil correspond à la valeur de la plus petite tension mesurable à l'aide d'un appareil de sensibilité donnée.

Bien que le phénomène de Flux-Creep existait déjà dans les supraconducteurs à basse température critique, le phénomène de dissipation ohmique observé aux faibles courants est quant à lui propre¹² aux supraconducteurs à haute température critique. L'observation plus aisée de ce régime dans les SHTC est due à la petitesse des longueurs de cohérence et aux fluctuations thermiques des positions des lignes de flux qui y sont plus importantes. L'existence des processus de dissipation à bas courants rend caduque la définition habituelle de J_c . En effet, le courant critique J_c est ramené à zéro avant la transition vers l'état normal.

Lorsque le régime TAFF est observable, une deuxième densité de courants caractéristique doit être distinguée. Ce courant, noté J_{lim} , sépare la zone linéaire de la caractéristique de la zone de Creep. Ce courant, tout comme J_c , dépend d'un critère expérimental. Il n'est pas mesurable lorsque le régime TAFF n'est lui-même pas observable. Lorsque ce régime apparaît, J_{lim} dépend des paramètres $U/k_B T$ et E_c/E_0 . On peut déduire cette dépendance de l'équation de définition de J_{lim} : $E(J_{lim}) - E_{lin}(J_{lim}) = E_c$ où E_{lin} est la caractéristique dans le régime TAFF (équation (22)) et E est donné par la relation (21).

On notera pour finir que le modèle d'Anderson et sa définition du courant critique pour les SBTC ont été vivement critiqués à propos de matériaux "soft"¹³. En effet, dans ces matériaux pratiquement exempt de défauts, aucun régime de Flux-Creep n'est observé sans pour autant que la densité de courants critique soit nulle. Pour ces systèmes, un vrai courant critique est mesuré en dessous duquel la tension mesurée est effectivement nulle¹⁴ (ceci a été mis en évidence par des mesures de bruit de tension).

Nous verrons dans la suite de ce chapitre comment cette notion de courant critique est liée à un autre propriété importante des SHTC, la ligne d'irréversibilité.

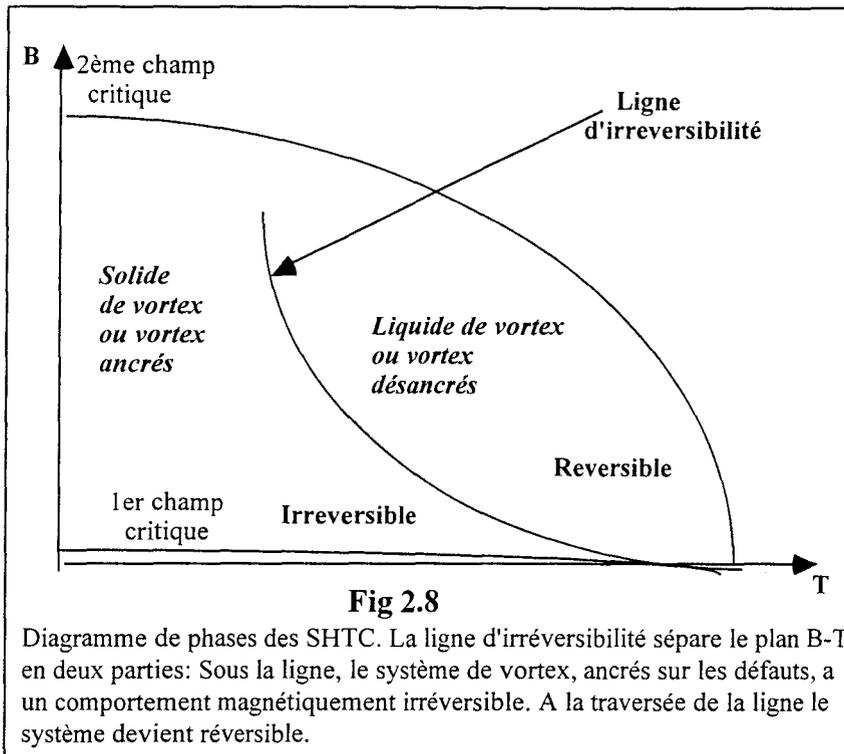
2.2.2.4) Conclusion.

Le modèle d'Anderson prédit une dépendance linéaire en température de J_c à des températures assez basses (cf formule 26). La majorité des mesures de courant critique sur les SHTC ne reflètent pas cette variation en température. En fait des modèles plus raffinés existent, qui prennent en compte une modulation spatiale de l'énergie d'ancrage U ¹⁵. De plus l'inconvénient essentiel du modèle d'Anderson est que le courant critique est soumis à un critère de sensibilité des appareils, de sorte que la notion de densité de courants critique n'est pas une propriété intrinsèque du matériau. Le modèle d'Anderson revient à considérer l'existence d'un état résistif à toute température non nulle. Un état rigoureusement supraconducteur (au sens d'une résistance nulle) n'existe pas dans l'état mixte du fait des processus de désancrage thermique.

2.3) La ligne d'irréversibilité des SHTC.

2.3.1) Définition de la ligne d'irréversibilité.

Une propriété caractéristique des supraconducteurs à haute température critique est l'existence dans le plan champ-température d'une ligne d'irréversibilité venant s'intercaler entre les courbes de premier et second champs critiques. Une telle ligne est schématisée sur la figure 2.8. Cette ligne dite d'irréversibilité, mise en évidence par Bednörz et Müller sur les composés LaBaCuO¹⁶, sépare le plan B-T en deux parties: La zone située en dessous de la ligne est caractérisée par un comportement magnétique irréversible du matériau alors que dans la zone située au-delà de celle-ci le système est magnétiquement réversible. La ligne d'irréversibilité magnétique est une propriété du système de vortex. Nous verrons par la suite que, dans la partie irréversible, les vortex sont caractérisés par une dynamique lente se manifestant expérimentalement par une relaxation logarithmique¹⁷ de l'aimantation. Au contraire, dans la partie forts champs- fortes températures, et loin de la ligne d'irréversibilité les lois de relaxation de l'aimantation sont exponentielles.



Il y a deux façons de mettre en évidence une telle ligne:

- Par le biais de mesures magnétiques (cycles d'hystérésis ou courbes d'aimantation en fonction de la température).

- Par le biais de mesures de transport électrique sous champ (ligne d'irréversibilité électrique). En effet, d'après la définition de la ligne que nous avons donnée, les vortex étant désancrés au-dessus de la ligne, ils doivent dissiper en présence d'un courant de transport.

La réalité expérimentale (voir le chapitre 5) montre que ces deux types de mesures, aussi fines soient-elles, conduisent à des lignes distinctes. Cette différence est due d'une part à la complexité des phénomènes d'ancrage (individuel ou collectif), d'autre part aux fortes corrélations du système de vortex (possibilité de fusion du solide de vortex).

Une telle ligne n'a jamais été observée dans des échantillons massifs de supraconducteur à basse température critique. Par contre cette ligne, bien que proche de la courbe de deuxième champ critique, est présente dans les films minces de ces mêmes composés. C'est le cas des films minces de Niobium¹⁸. Ces faits remarquables suggèrent le rôle important de la faible dimensionnalité des systèmes où la ligne est présente. Paradoxalement, des mesures effectuées par une équipe japonaise¹⁹ sur un film ultramince (de 1500 à 2500 Å) du composé au Bismuth Bi: 2212, conduit à des conclusions surprenantes. En effet, cette équipe a mis au point un microscope électronique en transmission permettant de suivre en temps réel le comportement des vortex dans l'état mixte. Leurs observations, faites à faible champ, montrent clairement que le réseau de vortex est stable dans toute la gamme de température allant de 4 Kelvins à T_c^0 . A aucun moment, ces chercheurs n'ont décelé un

changement de comportement dynamique des vortex à la traversée de la ligne d'irréversibilité. Nous verrons dans la suite de ce chapitre comment le système de vortex peut changer de comportement de part et d'autre de la ligne.

2.3.2) Interprétations de la ligne d'irréversibilité des systèmes granulaires.

2.3.2.1) Réseau de jonctions Josephson.

2.3.2.1-a) Granularité et transition de cohérence.

Peu de temps après la découverte des premières céramiques supraconductrices à haute température critique, l'élargissement de la transition supraconductrice par des champs magnétiques même faibles, ainsi que le passage du système d'un comportement magnétique irréversible à un comportement réversible au-delà d'une certaine température $T_{irr}(B)$ furent rattachés à une hypothétique phase vitreuse de ces céramiques.

La granularité n'est pas nécessairement structurale, comme cela est par exemple le cas dans une céramique conçue comme assemblage de grains monocristallins. En fait, un comportement granulaire apparaît dès que les variations spatiales des propriétés physiques du système sont contrôlées par une longueur caractéristique macroscopique (i.e. grande devant les paramètres du réseau cristallin par exemple), cette longueur définissant la taille des « grains » supraconducteurs. La granularité peut provenir de la présence de défauts tels que les inhomogénéités chimiques. Dans ces systèmes, la transition vers l'état supraconducteur se fait en deux étapes caractéristiques. Dans un premier temps, les grains transitent individuellement à une température T_c^g , les phases des fonctions d'onde associées à chaque grain étant aléatoires. Puis selon l'intensité des couplages Josephson entre les grains, se produit une transition de verrouillage des déphasages intergranulaires, appelée transition de cohérence. Un supraconducteur granulaire est en effet conçu comme un réseau désordonné de jonctions Josephson. Le couplage Josephson entre deux grains étant à courte portée, l'énergie d'interaction entre deux grains adjacents i et j s'écrit:

$$U_{ij} = -J_{ij} \cos(\Delta\phi_{ij}) \quad (27)$$

où $\Delta\phi_{ij} = \phi_i - \phi_j$ désigne le déphasage des fonctions d'onde respectives de chaque grain et J_{ij} , la constante de couplage entre les grains i et j . L'énergie du système global est donc:

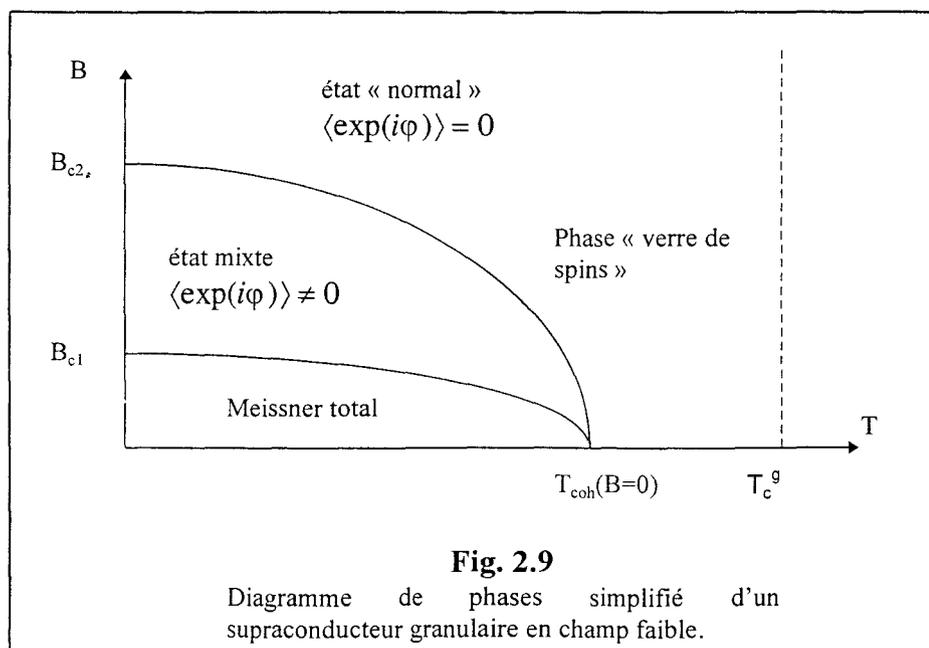
$$H_J = -\sum_{\langle ij \rangle} J_{ij} \cos(\phi_i - \phi_j) \quad (28)$$

où le symbole $\langle \rangle$ indique une sommation sur les grains voisins. La prise en compte du désordre se fait en assimilant les couplages J_{ij} à des variables aléatoires mais intervient également au niveau des déphasages. La transition de cohérence a lieu à une température

$T_{\text{coh}} \propto \frac{J}{k_B}$ (J étant le couplage Josephson moyen), c'est-à-dire d'autant plus faible et donc

séparée des transitions intragranulaires, que le couplage est plus faible. En effet, les températures T_{coh} et T_c^g sont bien distinctes lorsque l'énergie de couplage Josephson J_{ij} est petite devant le gap supraconducteur intragranulaire Δ . Dans la limite opposée, i.e. lorsque $\langle J_{ij} \rangle \gg \Delta$, c'est-à-dire pour un couplage fort, il est difficile de distinguer la transition de cohérence de phase de la transition supraconductrice, c'est-à-dire que $T_{\text{coh}} = T_c^g$.

La transition de cohérence est analogue à la transition paramagnétique-ferromagnétique décrite à partir d'un modèle XY 3D (réf. 20). On peut lui associer un paramètre d'ordre effectif (qui joue le rôle de l'aimantation) $S_i = \langle \exp(i\phi_i) \rangle_T \neq 0$ où ϕ désigne la phase d'un grain. Dans l'état cohérent le supraconducteur granulaire peut être traité comme un milieu effectif inhomogène équivalent à un supraconducteur de type II. On y définit en effet un premier champ critique en dessous duquel l'effet Meissner est total, i.e. le champ magnétique ne pénètre pas dans le système de grains. Au-dessus de celui-ci, le champ pénètre entre les grains (et pas nécessairement dans les grains caractérisés par leurs propres champs critiques). Dans l'état mixte, des vortex de structure particulière décrite par Lubensky et al (voir la suite de ce paragraphe ou la réf. 31) pénètrent jusqu'à ce que leurs coeurs se recouvrent au-delà du second champ critique²⁰ $B_{c2}^i \approx \frac{\Phi_0}{a^2}$ (a taille de grain), le système basculant dans l'état « normal » où $\langle \exp(i\phi) \rangle = 0$. Les diverses phases décrites ici sont résumées sur la figure 2.9. La valeur typique des tailles de grain étant de l'ordre du micron, le deuxième champ critique est de l'ordre de quelques dizaines de Gauss (à 0 Kelvin). La nature de l'état « normal » des supraconducteurs granulaires est en fait fort complexe. En effet, l'application de forts champs magnétiques induit, en agissant sur les déphasages (cf formule (27)), de forts effets de **frustration** pouvant donner lieu à une phase de type « verre de spins » que nous décrirons dans un prochain paragraphe. On notera ici que cette phase verre de spins est présente localement dans l'état mixte, au sein des coeurs de vortex excités dans la phase cohérente.



2.3.2.1-b) Courants critiques de jonctions.

La formule (28) permet de calculer l'intensité du courant supraconducteur passant du grain i au grain j:

$$I_{ij} = \frac{\partial H}{\partial \Delta\varphi_{ij}} = I_0(T) \sin(\Delta\varphi_{ij}) \quad (29)$$

La grandeur $I_0(T)$ est le courant critique de jonctions, fonction de la température et du champ appliqué. Il s'agit de la valeur maximale du courant traversant la jonction sans dissipation. Sa valeur dépend de la nature de la zone intergranulaire.

- Lorsque cette zone est isolante, i.e. pour une jonction SIS, le modèle d'Ambegaokar et Baratoff (1963)²¹ développé dans le cadre de la théorie BCS conduit à:

$$I_0(T) = \frac{\pi \Delta(T)}{2e R_n} \text{th}\left(\frac{\Delta(T)}{k_B T}\right) \quad (30)$$

où $\Delta(T)$ représente le gap supraconducteur et R_n la résistance d'une jonction dans l'état normal. Au voisinage de T_c^0 , $\Delta \propto (1 - \frac{T}{T_c^0})^{1/2}$, de sorte que:

$$I_0(T) \propto 1 - \frac{T}{T_c^0} \quad (31)$$

Cependant, suivant la valeur de la longueur de corrélation de G-L $\xi(T)$, $I_0(T)$ peut être fortement modifié. Lorsque $\xi(T)$ est grande devant la dimension a d'un grain, l'exposant de la formule (31) passe de 1 à 3/2 (Clem et al,1987,cf ref 22). Par contre, lorsque ξ est de l'ordre de a , Deutscher²³ a montré que le courant critique varie comme $(1-T/T_c^0)^2$.

- Dans le cas d'une jonction Supra/Normal/Supra, le courant critique de jonction vaut:

$$I = \frac{e\hbar \Lambda}{m \xi_0} \left(\frac{b}{\xi(T)}\right)^2 \Psi_0^2 \quad (32)$$

où Λ définit un élément de matrice tunnel des paires de Cooper. Le paramètre d'ordre $\Psi_0(T)$, variant comme $(1-T/T_c^0)^{1/2}$ au voisinage de la température critique, on peut écrire

$$I_0(T) = k (1-t)^2 \quad (33)$$

où k est une constante. On remarquera que l'on retrouve le comportement prévu par Deutscher. En effet lorsque la longueur de cohérence $\xi(T=0)$ est de quelques distances interatomiques, on ne peut distinguer le caractère de la jonction.

Le courant $I_0(T)$ est aussi très sensible au champ magnétique appliqué. Le courant Josephson est modulé par l'application d'un champ magnétique extérieur. Le champ magnétique appliqué est, en dessous d'une certaine valeur critique, écranté par la jonction sur une profondeur:

$$L_J = \left(\frac{\Phi_0}{8 \pi^2 J_0 (2\lambda_L + t)} \right)^2 \quad (34)$$

où t est l'épaisseur de la jonction, J_0 le courant de paires en champ nul, λ_L la profondeur de pénétration de London du supraconducteur. Il faut alors distinguer deux cas. Si L est la largeur de la jonction, ces situations sont délimitées par les valeurs possibles du rapport L/L_J .

- Cas où $L \ll L_J$:

Le champ magnétique créé par le courant Josephson est négligeable. Le courant vérifie alors la formule:

$$I(B) = J_0 L W \frac{\sin\left(\frac{\pi B}{B_0}\right)}{\pi \frac{B}{B_0}} \quad (35)$$

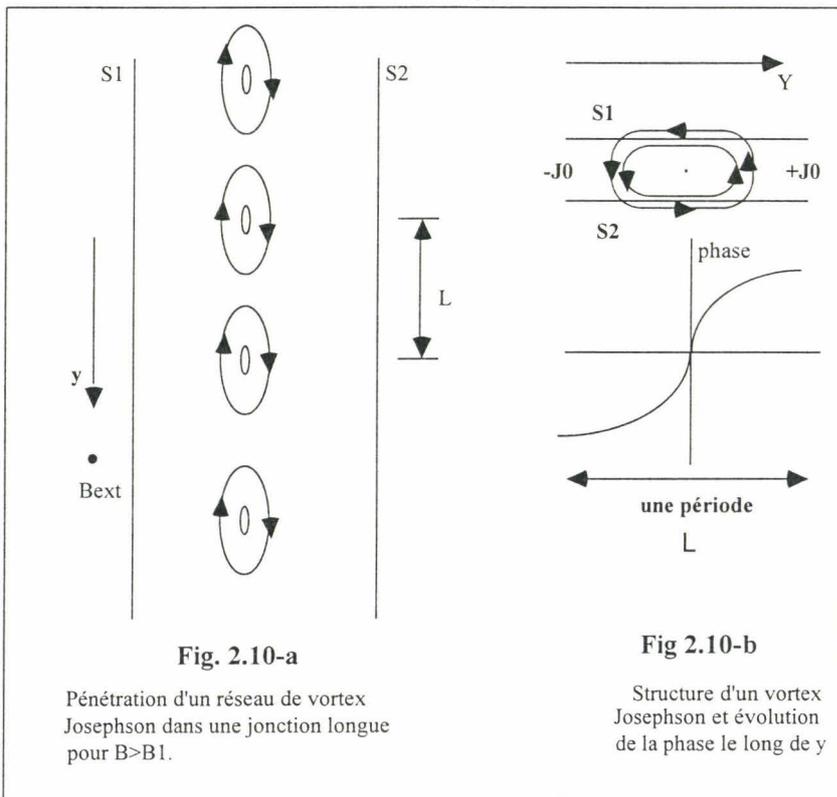
où $B_0 = \frac{\Phi_0}{L(2\lambda_L + t)}$ qui représente la valeur du champ dans la jonction lorsque un quantum de flux a pénétré. Dans un supraconducteur granulaire, il y a de nombreuses jonctions et les oscillations de la formule (35) ont tendance à s'effacer. Le courant critique varie alors en $1/B$.

- Cas où $L \gg L_J$:

Ce cas se réfère aux jonctions larges dont C.S. Owen²⁵ et J.Matisoo²⁶ ont montré en 1967 que le courant critique décroît linéairement en champ selon la loi:

$$I_0(T, B) = I_0(T, 0) - \alpha B \quad (36)$$

où $I_0(T, 0)$ désigne toujours le courant critique de jonctions en champ. B.D. Josephson a montré en 1965²⁷ qu'un réseau linéaire de vortex pénètre dans une jonction lorsque le



champ magnétique extérieur, appliqué parallèlement à la jonction excède une limite B_1 . Ce réseau linéaire, représenté sur la figure 2.10, peut se déplacer facilement et engendrer une tension perpendiculairement à la barrière. Cet effet limite considérablement le courant critique lorsque $B > B_1$. Les vortex pénétrant dans les jonctions ont une structure différente de celle des vortex d'Abrikosov. Ils sont schématisés sur la figure 2.11. Lorsque le champ magnétique statique est appliqué parallèlement à la jonction comme indiqué sur la figure 2.10, le déphasage entre S_1 et S_2 obéit à une équation de type Sine-Gordon dite équation de Ferrel-Prange²⁸ que nous ne détaillerons pas ici. Disons simplement que le déphasage croît le long de la direction y . La densité de supercourants Josephson oscille (spatialement) le long de cette même direction entre les valeurs $\pm J_0$, où J_0 est la densité de courants critiques de la jonction. Les vortex occupent, dans l'espace, la zone correspondant à une période d'oscillation des courants. Le point où le courant change de signe est le coeur du vortex. On remarquera que les vortex Josephson sont dépourvus du coeur normal, mais ils peuvent dissiper selon le mécanisme indiqué un peu plus haut (glissement de phase). Nous verrons un peu plus loin que ces vortex existent dans les supraconducteurs lamellaires.

2.3.2.2) Désordre et frustration de phase dans les systèmes granulaires.

Dans une céramique ou tout système de jonctions désordonné les déphasages $\phi_i - \phi_j$ ainsi que les constantes de couplage Josephson sont des **variables aléatoires**. En présence d'un champ magnétique, les déphasages intergranulaires sont donnés par:

$$\phi_i - \phi_j = \phi_{ij}^0 + \frac{2e}{\hbar} \int_i^j \mathbf{A} \cdot d\mathbf{s} \quad (37)$$

où ϕ_{ij}^0 est le déphasage intergranulaire en champ nul et \mathbf{A} le potentiel-vecteur. Le caractère aléatoire des déphasages intergranulaires et la présence du champ magnétique conduisent à une frustration²⁹ du système. En effet les déphasages induits par des champs suffisamment forts varient sur un intervalle étendu, conduisant à des changements de signe des couplages effectifs entre grains voisins et donc à de fortes frustrations de phase. Cet effet établit une analogie formelle entre le Hamiltonien (35) et celui d'un modèle de verre de spins³⁰. S. John et T.C. Lubensky³¹ ont établi théoriquement l'existence d'une transition vitreuse dans un système de jonctions Josephson diluées dans une matrice non supraconductrice. Ces auteurs établissent le diagramme de phases en champ moyen pour le système granulaire et démontrent l'existence d'une phase présentant un effet Meissner (et donc supraconductrice), d'une phase d'Abrikosov, que nous avons évoquée plus haut, et d'une phase verre de spins liée à la transition de gel des boucles de courant Josephson.

2.3.2.3) Comportement sous champ: De la phase Meissner au verre de jauge.

En champ faible, un effet Meissner affectant le volume complet du système granulaire aura lieu si la limite suivante est non nulle³¹ quand i est différent de j :

$$\lim_{q \rightarrow 0} \frac{\delta \langle J_i^\alpha(\mathbf{q}) \rangle_T}{\delta A_j^\beta(-\mathbf{q})} (\equiv \gamma_{ij}^{\alpha\beta}(\mathbf{q})) \quad (38)$$

où le crochet $\langle \rangle_T$ désigne une moyenne thermique, i et j sont des indices associés aux positions des centres des grains et α et β des indices associés aux "répliques" considérées. Une réplique du système désigne une configuration possible du désordre. L'expression (38) est au signe près, l'équivalent de l'inverse du carré de la profondeur London.

Lorsque l'intensité du champ magnétique appliqué croît, T.C.Lubensky et S.John (réf.31) ont montré l'existence d'une phase de type "**verre de spins**" ou **verre de jauge**, dans laquelle l'on a:

$$\gamma_{ij}^{\alpha\beta} = \delta_{ij} \gamma_g \text{ avec } \gamma_g = - \left[\langle J(q) \rangle_T \right]_c \neq 0 \quad (39)$$

où $[\dots]_c$ représente une moyenne sur le désordre et $J(\mathbf{q})$ la transformée de Fourier des courants Josephson. Cette relation montre l'absence de corrélations entre grains différents (pas d'effet Meissner global) mais assure l'existence d'un écrantage diamagnétique fini pour chaque grain (et donc que la densité superfluide est non nulle). De plus, elle fournit une estimation de l'amplitude des courants Josephson circulant entre grains adjacents. La phase vitreuse est donc caractérisée par une distribution aléatoire de boucles de courants "gelées" dans le système. Les fluctuations de ces courants produisent de fortes fluctuations (à l'équilibre) du champ magnétique de sorte que la fonction de corrélation:

$$\langle \delta \mathbf{A}_i^\alpha \delta \mathbf{A}_j^\beta \rangle_T = k_B T \delta_{ij} \mathbf{M}_{\alpha\beta}^{-1} \text{ où } \mathbf{M}_{\alpha\beta} \propto (\mathbf{q}^2 \delta_{\alpha\beta} + \gamma_g) \quad (40)$$

adopte une valeur non nulle. Le second membre fait intervenir l'inverse d'un tenseur $\mathbf{M}_{\alpha\beta}$ (homogène à une masse) et $\delta \mathbf{A}_i^\alpha(\mathbf{q}) = \mathbf{A}_i^\alpha - \langle \mathbf{A}_i^\alpha \rangle_T$ qui représente la transformée de Fourier des fluctuations spatiales du potentiel-vecteur. La formule (40) est en fait l'expression du théorème de fluctuations-dissipation. La susceptibilité magnétique est ici $\chi_{\alpha\beta} \propto \mathbf{M}_{\alpha\beta}^{-1} \propto \frac{1}{\mathbf{q}^2 \delta_{\alpha\beta} + \gamma_g}$. Ainsi à la transition de gel, $\mathbf{M}_{\alpha\beta}$ s'annule et la susceptibilité du système entier diverge. On peut déduire de la formule (40) la fonction de corrélation des fluctuations locales du champ magnétique:

$$\left[\langle \delta \mathbf{B}(\mathbf{x}) \delta \mathbf{B}(\mathbf{0}) \rangle_T \right]_c \propto \frac{1}{|\mathbf{x}|^n} \quad (41)$$

Ces corrélations spatiales décroissent donc très lentement avec la distance. Ce comportement des fluctuations spatiales est caractéristique d'un système vitreux. En théorie des verres de spins³², De Almeida et Thouless (A-T), ont montré dans le cadre du modèle de Sherrington et Kirkpatrick³³ (S-K) l'existence dans le plan B-T d'une ligne définissant la frontière de stabilité de la phase S-K qui est ici l'analogie de la phase vitreuse évoquée dans ce paragraphe. En dessous de cette ligne, le système est métastable, caractérisé par une variation très lente des propriétés physiques au cours du temps et en particulier par une aimantation rémanente. La ligne A-T correspond donc à une ligne d'irréversibilité magnétique. Cette ligne apparaît ainsi comme une caractéristique des verres magnétiques. La ligne est décrite par la loi suivante:

$$B_{\text{irr}}(T) = Cste(T_g^0 - T)^{\frac{3}{2}} \quad (42)$$

où T_g^0 est la température de gel en champ nul. La transition vers l'état vitreux est du second ordre. Lors de leurs études du système LaSrCuO granulaire, Bednörz et Müller³⁴ avaient observé un tel exposant 3/2 et avaient en conséquence baptisé la ligne d'irréversibilité "ligne quasi-De Almeida-Thouless".

2.3.2.4) Verre de vortex intragranulaire.

Le réseau de vortex intragranulaire devient un verre de vortex en présence d'une grande densité de défauts cristallins ancrant les vortex. L'effet des interactions vortex-vortex, de l'ancrage et de l'agitation thermique peut conduire à une fusion de ce verre. Cette transition est associée à une modification drastique de la viscosité du système de vortex qui se traduit par un passage d'un comportement magnétique irréversible à un comportement réversible. Dans le cadre de ce modèle, la ligne d'irréversibilité s'interprète comme la ligne de fusion du verre de vortex. Aux forts champs magnétiques ($B \gg B_{c1}$), dans le cadre du modèle de l'état vitreux, des arguments de "Scaling" conduisent à une forme de la caractéristique (relation champ électrique E-J) du type³⁶:

$$E(J) = J \xi^{d-2-z} F\left(\frac{J}{J_0}\right) \quad (43)$$

où ξ est une longueur de corrélation (associée à la transition vitreuse du système de vortex) variant comme $\xi \propto \frac{1}{|T - T_g|^v}$ et où J_0 est une densité de courants caractéristique de la forme $J_0 = \frac{k_B T}{\Phi_0 \xi^{d-1}}$ (d étant la dimensionnalité du système). Enfin, z est un exposant

dynamique associé au comportement critique des temps de relaxation du système. On voit immédiatement que J_0 s'annule à $T=T_g$. La fonction F intervenant dans la formule (43) possède le comportement suivant: Lorsque $x=J/J_0$ tend vers zéro, F est une constante et l'équation (43) prédit, aux faibles courants, une forme linéaire pour la caractéristique, la résistivité étant alors donnée par:

$$\rho_L = \left(\frac{dE}{dJ}\right)_{J=0} \propto (T - T_g)^{\nu(z+2-d)} \quad (T > T_g) \quad (44)$$

La résistivité linéaire s'annule donc à $T=T_g$ et en dessous de T_g . Aux forts courants, c'est-à-dire lorsque $x \gg 1$, la fonction F varie comme:

$$F \propto \exp\left(-\left(\frac{J}{J_0}\right)^\mu\right) \text{ avec } 0 < \mu \leq 1 \quad (45)$$

A $T=T_g$ le modèle prédit un changement de comportement de la caractéristique. Le champ électrique induit aux bornes de l'échantillon suit alors une loi de puissance de J avec un exposant $(z+1)/(d-1)$. Enfin lorsque $T < T_g$ et pour $J < J_0$ on aura, dans l'état vitreux:

$$E_\pm \propto \exp\left(-\left(\frac{J}{J_0}\right)^\mu\right) \quad (46)$$

Ces dernières considérations montrent qu'à $T < T_g$, l'on s'attend d'après ce modèle à un changement de courbure de la caractéristique $\text{Ln}J\text{-Ln}E$ (courbure négative). A une valeur de champ magnétique donnée, on devrait observer un changement de régime de la caractéristique au passage du point de gel. La dimensionnalité du système impose des contraintes sur les valeurs des exposants critiques ν et z . Comme dans le cas des verres de spins, l'approximation de champ moyen³⁶ valable pour $d \geq 6$ donne les valeurs $\nu=1/2$ et $z=4$. En dimension trois, on aura $z > 4$ et un développement au premier ordre en $\varepsilon=6-d$ conduit à $\nu = \frac{1}{2} + \frac{5}{24}\varepsilon$, soit un exposant ν compris entre 1 et 2.

2.3.2.5) Le désancrage thermique des vortex.

2.3.2.5-a) Présentation du modèle.

Yeshurun et Malozemoff³⁷ ont proposé une alternative au modèle de l'état vitreux. Ils interprètent l'apparition d'un comportement magnétique réversible au passage de la ligne d'irréversibilité comme étant dûe à un désancrage thermique des vortex intragranulaire, processus que nous avons déjà décrit dans le modèle d'Anderson. Je me contenterai, dans ce paragraphe, de présenter les conséquences de ce modèle sur la ligne d'irréversibilité. Le

désancrage thermique se produit lorsque $k_B T > U_0$ où U_0 est une énergie d'ancrage typique des vortex sur les défauts. U_0 peut être évaluée simplement. Elle correspond à l'énergie de condensation disponible dans un cylindre de rayon ξ (volume du coeur) entourant le défaut:

$$U_0 = \frac{B_c^2}{2\mu_0} \pi \xi^2 L_p \quad (47)$$

B_c est le champ critique thermodynamique et L_p est la portée de la force d'ancrage. Sous cette forme, l'énergie d'ancrage ne dépend que peu de la température. De plus, la petitesse de la longueur de cohérence ξ explique pourquoi le désancrage thermique est observé avec une telle amplitude dans les SHTC, en particulier à basse température. De ce fait les processus de sauts "thermiques" des vortex d'un piège au piège voisin seront plus importants et l'on observera une résistance non nulle même à très basse température. Dans ce sens la transition résistive s'étend de T_c jusqu'à 0 K. En fait en raison du caractère thermiquement activé de ce processus, la résistance deviendra inobservable bien avant 0 K. La température à laquelle cela se produit décroît avec la sensibilité de l'appareil de mesures. La définition de la largeur de transition est donc liée à un critère expérimental arbitraire. Tinkham³⁸ prévoit un élargissement de la transition résistive sous un champ B, de la forme:

$$\Delta T \propto B^{\frac{2}{3}} \quad (48)$$

On retrouve donc ici une loi en $B_{irr} = k \Delta T^{3/2}$, identique à celle prévue par le modèle de l'état vitreux (voir formule (42)). Selon ce modèle, la ligne d'irréversibilité n'est pas une ligne de transition, contrairement à celle du modèle de Lubensky et Sajejev (voir paragraphe 2.3.2.3). Dans le modèle de Yeshurun et Malozemoff³⁷ (Y-M), les comportements du système de part et d'autre de la ligne d'irréversibilité se distinguent par leurs propriétés dynamiques. En-dessous de la ligne, Y-M montrent que la décroissance de l'aimantation liée à une distribution hors d'équilibre du système de vortex est lente alors qu'elle devient extrêmement rapide au-dessus. Plus précisément la relaxation se fait en deux étapes (en fait une première étape existe à temps court qui n'est pas modifiée au passage de la ligne d'irréversibilité) : La première est logarithmique et la seconde exponentielle. Au-delà de la ligne d'irréversibilité, la durée de la première étape est négligeable devant le temps de relaxation de l'exponentielle. En deçà la situation est inversée et pratiquement le régime exponentiel n'est jamais observé.

- Ligne de TAFF et ligne d'irréversibilité.

Dans le cadre de ce modèle la ligne d'irréversibilité est caractérisée par trois propriétés:

- 1) Changement de régime de relaxation.

2) Apparition d'un comportement réversible de l'aimantation sur les cycles d'hystérésis.

3) Apparition d'une résistance non nulle. Ceci définit ce que l'on appelle la ligne de TAFF.

Le fait que ces trois critères concernent des mesures différentes, qui peuvent dépendre d'un critère instrumental variable et que le changement de régime à la traversée de la ligne est progressif (pas de transition de phases) peut conduire à des lignes expérimentales distinctes. On voit de la sorte que l'on peut observer simultanément une résistance non nulle et une relaxation lente de l'aimantation.

- Elargissement de la frontière d'irréversibilité par les processus TAFF.

L'existence des processus TAFF entraîne un "élargissement" de la ligne d'irréversibilité magnétique. En effet, celle-ci définit la frontière entre deux régimes de relaxation. Dans le cas où l'on a une seule énergie d'ancrage, le passage de l'un à l'autre est contrôlé par le rapport $R = k_B T / U$ de l'énergie d'agitation thermique à l'énergie d'ancrage. Lorsque $R \ll 1$, c'est-à-dire à basses températures et loin de la ligne, l'ancrage agit de façon efficace et la relaxation est lente. Lorsque $R \gg 1$, l'ancrage devient inefficace et les vortex sont quasi-libres. La relaxation est alors rapide. Dans les systèmes réels, il existe une distribution d'énergies d'ancrage. Les pièges cessent d'être efficaces les uns après les autres quand la température croît. Au fur et à mesure qu'ils cessent d'agir, l'irréversibilité s'estompe et le passage au régime réversible est progressif et large. On peut donc considérer que l'on a atteint la ligne d'irréversibilité lorsque les pièges associés aux énergies d'ancrage les plus faibles cessent d'agir, le régime réversible étant atteint lorsque les pièges d'énergies importantes deviennent à leur tour inopérants.

2.3.2.5-b) Relaxation et diffusion dans le modèle d'Anderson.

La réponse d'un supraconducteur à un champ magnétique se fait par diffusion des vortex de la surface vers l'intérieur de l'échantillon. Lorsque $B \gg B_{c1}$, la densité de courants dans le supraconducteur obéit à l'équation d'Ampère $\text{rot}(\mathbf{B}) = \mu_0 \mathbf{J}$. La force de Lorentz par unité de volume $\mathbf{J} \times \mathbf{B}$ déplace les vortex avec une vitesse:

$$\mathbf{V}_L = \frac{\mathbf{J} \times \mathbf{B}}{\eta} \quad (49)$$

où η est la viscosité du système de vortex. Le champ électrique induit par ce mouvement est $\mathbf{E} = \mathbf{B} \times \mathbf{V}_L = \mathbf{B} \times (\mathbf{J} \times \mathbf{B}) / \eta$ soit encore:

$$\mathbf{E} = \frac{B^2}{\eta} \mathbf{J}_\perp = \rho_\perp \mathbf{J}_\perp \quad (50)$$

Cette relation montre le caractère anisotrope du "Flux-Flow": Seule la composante de \mathbf{J} perpendiculaire au champ magnétique \mathbf{B} dissipe. Des modèles prenant en compte des processus de dissipation par la composante longitudinale $\mathbf{J}_\parallel = \mathbf{J} - \mathbf{J}_\perp$ ont été proposés³⁷ mais nous n'en parlerons pas ici. Ainsi pour $\mathbf{J} \parallel \mathbf{B}$ on a $\rho = \rho_\parallel = 0$ et pour \mathbf{J} perpendiculaire à \mathbf{B} on a $\rho = B^2/\eta$. L'équation d'évolution de $\mathbf{B}(\mathbf{r}, t)$ est déduite de l'équation de Maxwell-Faraday:

$$\frac{\partial \mathbf{B}}{\partial t} = -\text{rot}(\mathbf{E}) = \frac{1}{\mu_0} \text{rot}(\rho_\perp \frac{\mathbf{B} \times (\mathbf{B} \times \text{rot}(\mathbf{B}))}{B^2}) \quad (51)$$

Cette équation très générale³⁸ s'applique également aux situations où la résistivité dépend de J . Elle permet d'étudier la pénétration hystérétique du flux magnétique dans les supraconducteurs. Lorsque la densité de courants dans le système est faible, la résistivité correspond au régime TAFF. Si de plus \mathbf{B} varie peu dans l'espace, l'équation précédente peut être linéarisée et l'on obtient :

$$\frac{\partial \mathbf{B}}{\partial t} = D \nabla^2 \mathbf{B} + \rho_\perp \nabla \times \mathbf{J}_\parallel \quad (52)$$

où D est le coefficient de diffusion valant ρ_{TAFF}/μ_0 , c'est-à-dire que l'on a: $D = D_0 \exp(-\frac{U}{k_B T})$. En se plaçant dans le cadre de la théorie d'Anderson, lorsque le gradient de champ magnétique est faible et uniforme, la densité de courants induite dans le système par la répartition inhomogène des vortex au sein du matériau étant $J = dB/dx$, la dépendance linéaire de U vis-à-vis de J (modèle d'Anderson) conduit alors à:

$$U = U_0 - JVB = U_0 - |\nabla B| VBI \quad (53)$$

L'équation (52), où l'on peut négliger le second terme du second membre (gradient de champ uniforme), devient alors:

$$\frac{\partial \mathbf{B}}{\partial t} \propto \exp(-\frac{U_0}{k_B T}) \exp(\frac{|\nabla B| VBI}{k_B T}) \quad (54)$$

Cette équation admet aux faibles temps une solution approchée de forme logarithmique:

$$B(t) = B_0 (1 - \frac{k_B T}{U^*} \text{Ln}(1 + \frac{t}{t_0}))$$

$$U^* = JVIB \equiv -B_0 \left(\frac{\partial U}{\partial B} \right)_{B=0} \text{ et } t_0 \propto -e^{\frac{U_0}{k_B T}} \frac{k_B T}{\left(\frac{\partial U}{\partial B} \right)_{B=0}}.$$

Cette loi de décroissance logarithmique est également valable pour l'aimantation et valide aux temps longs³⁹. Ce type de comportement a été observé dans les supraconducteurs à basse comme à haute température critique⁴⁰. Le traitement des données expérimentales relatives à la relaxation à partir d'une telle loi s'appuie sur la détermination du taux de relaxation :

$$S \equiv -\frac{1}{M_0} \frac{dM}{d(Lnt)} = \frac{k_B T}{U^*} \quad (55)$$

La grandeur U^* qui y intervient est une énergie d'ancrage apparente qui n'est pas nécessairement une mesure de l'énergie d'ancrage associée aux pièges⁴¹.

2.3.3) Systèmes lamellaires.

2.3.3.1) Systèmes quasi-bidimensionnels.

La structure lamellaire des SHTC les plus anisotropes (tels que les composés au bismuth ou au thallium) influence bien sûr très fortement les propriétés du réseau de vortex. Avant de discuter la nature physique de la ligne d'irréversibilité d'échantillons monocristallins nous allons présenter brièvement les propriétés des supraconducteurs lamellaires.

Dans les SHTC, la supraconductivité apparaît d'abord dans les plans métalliques CuO_2 . Si les plans étaient indépendants, le théorème de Mermin-Wagner⁴² stipule que les fortes fluctuations thermiques, inhérentes aux systèmes de basse dimensionnalité, empêcheraient l'établissement d'un ordre à longue portée et rejetteraient la température critique à zéro Kelvin (suppression de la transition). Ces fluctuations de grande longueur d'onde qui sont dûes à la brisure d'une symétrie continue (Théorème de Goldstone), ont une amplitude tragiquement élevée en deux dimensions. Dans ces systèmes, le couplage Josephson interplanaire vient stabiliser la phase supraconductrice. A l'équilibre et en l'absence de champ magnétique le paramètre d'ordre supraconducteur a une valeur constante dans les plans mais il s'annule en dehors des plans sur une distance ξ_{\perp} , la longueur de cohérence de Ginzburg-Landau dans la direction perpendiculaire aux plans. Ce comportement est schématisé sur la figure 2.12. Ainsi, le système lamellaire peut être représenté comme un réseau périodique de jonctions Josephson de période la distance interplans.

2.3.3.1-a) Champ appliqué parallèlement aux plans.

Les structures de vortex dans ces systèmes dépendent de l'orientation relative du champ magnétique et de la normale aux plans. Lorsque le champ magnétique est appliqué parallèlement aux plans, les vortex sont parallèles aux plans mais ont une structure particulière illustrée sur la figure 2.13. Ce sont des vortex Josephson. Les paires de Cooper étant confinées dans les plans, le système de supercourants du vortex ne peut exister entre ceux-ci. Dans ce cas le vortex adopte une structure gondolée⁴³ parallèle aux plans supraconducteurs et intersectant ceux-ci par des galettes portant des flux alternativement positifs et négatifs. Nous reviendrons sur la description de ces galettes dans le prochain paragraphe. La portion de vortex reliant ces galettes ne présente pas de coeur (cf fig 2.10) et transporte bien sûr un quantum de flux. De plus la section droite du vortex Josephson n'est plus circulaire. La ligne de flux ainsi décrite peut être ancrée dans les plans en plusieurs de ses points (ancrage des galettes) alors que la portion Josephson est coincée entre les plans, de sorte que l'ancrage peut être plus efficace que dans le cas tridimensionnel habituel. Les courants critiques intrinsèques correspondants sont de l'ordre de quelques 10^7 A.cm⁻².

2.3.3.1-b) Champ appliqué perpendiculairement aux plans.

Lorsque le champ appliqué est perpendiculaire aux plans supraconducteurs, comme par exemple sur la figure 2.14, les vortex apparaissent comme des disques d'épaisseur ξ_{\perp} et de rayon $\lambda_{//}$ (le coeur ayant une extension $2\xi_{//}$). En fait la description des vortex en tant que disques ou "galettes"⁴³ (pancake vortices) n'est valable qu'à la limite du couplage Josephson interplanaire nul dans le modèle de Lawrence et Doniach. Cette approximation peut être suffisante lorsque ce couplage est faible. Les galettes créent un champ magnétique de nature dipolaire s'étendant sur une distance $\lambda_{//}$ de part et d'autre des plans contenant les galettes. L'allure du champ magnétique statique créé par les galettes est schématisé sur la figure 2.15. L'énergie d'interaction entre paires de vortex appartenant à une même couche est donnée par:

$$F_{v-v} = \frac{\Phi_0^2}{\lambda_{//}^2} d \ln\left(\frac{R}{\xi_{//}}\right) \quad R \ll \lambda_{//} \quad (56)$$

où R est la distance vortex-vortex dans les plans. Cette interaction est répulsive et en l'absence de défauts conduit à la formation du réseau 2-D de vortex. Un phénomène important intervient toutefois : Cette interaction est modifiée par un processus inhérent aux systèmes bidimensionnels. Les fluctuations thermiques du paramètre d'ordre planaire engendrent la création de paires vortex-antivortex dans les plans (fig 2.16). Ces paires sont excitées en densité relativement importante du fait de la petitesse de l'énergie de coeur dans les SHTC.

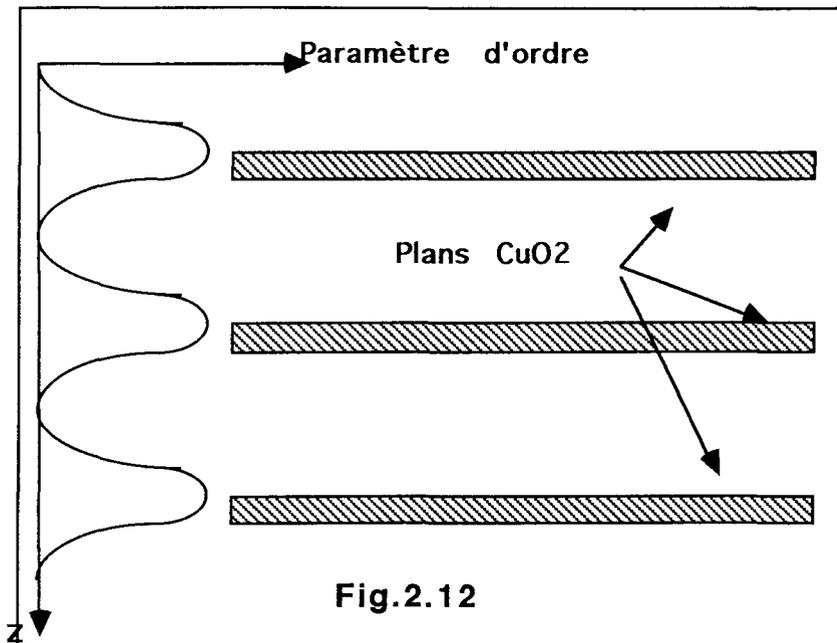


Fig.2.12

Variation spatiale du paramètre d'ordre supraconducteur dans la direction perpendiculaire aux plans, dans un syst. lamellaire. Le paramètre d'ordre s'annule très vite en dehors des plans.

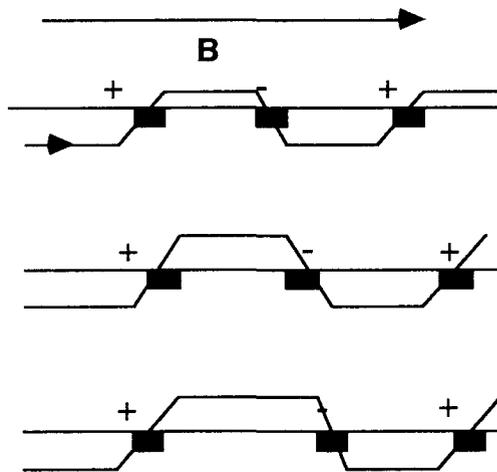
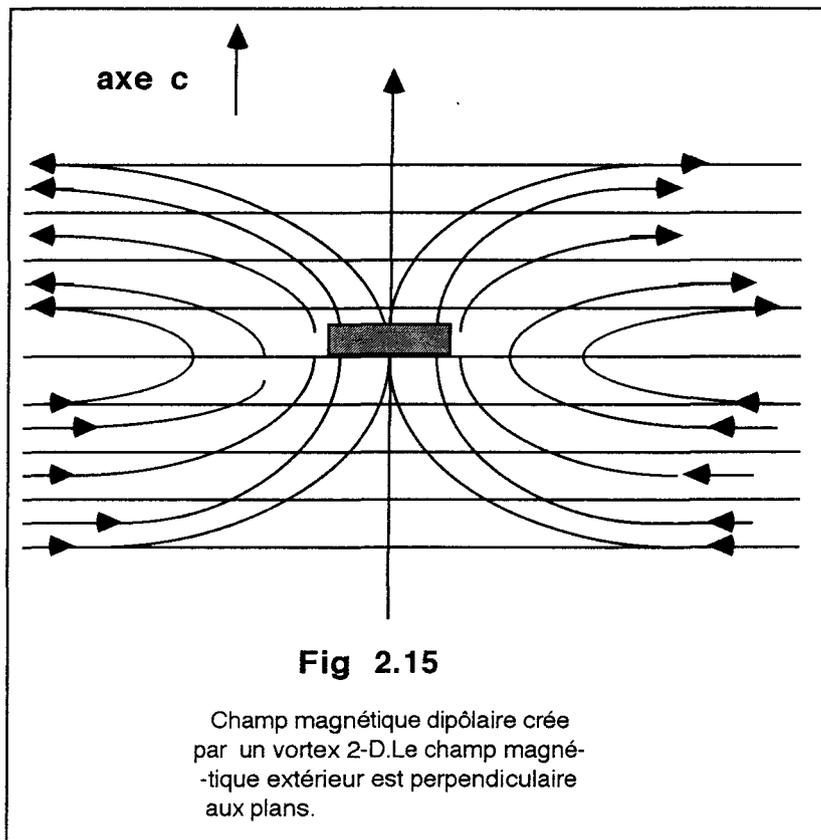
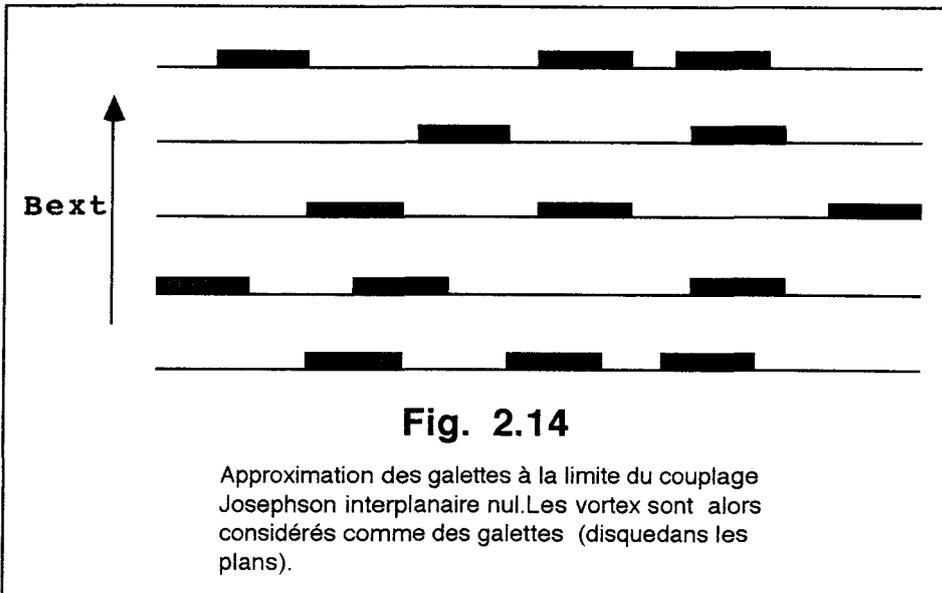
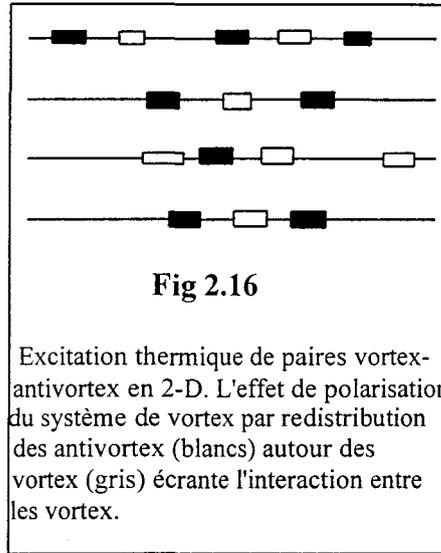


Fig 2.13

Structure "gondolée" d'un vortex pour un champ magnétique B appliqué parallèlement aux plans CuO_2 . Les intersections successives de la ligne avec les plans sont des galettes de flux alternativement + et -.





Le gaz de paires vortex-antivortex se "polarise" sous l'influence des interactions avec les galettes créées par le champ magnétique extérieur. Cet effet, analogue au phénomène de polarisation du vide de la théorie quantique des champs⁴⁴, conduit alors à un écrantage des interactions entre les galettes⁴⁵ (d'où la modification de F_{VV} aux courtes distances) qui se manifeste par une réduction de l'énergie (56) par un facteur ϵ , constante "diélectrique" effective. La forme logarithmique de l'interaction aux faibles distances est à l'origine d'une analogie des vortex 2-D avec un système d'électrons dans un espace à deux dimensions (gaz de Coulomb 2-D)⁴⁶. Les vortex appartenant à une couche donnée induisent un courant dans les couches voisines et interagissent ainsi avec les vortex des autres couches (interactions dipolaires). L'énergie d'interaction dipolaire entre galettes appartenant à des plans séparés d'une distance z est alors donnée par :

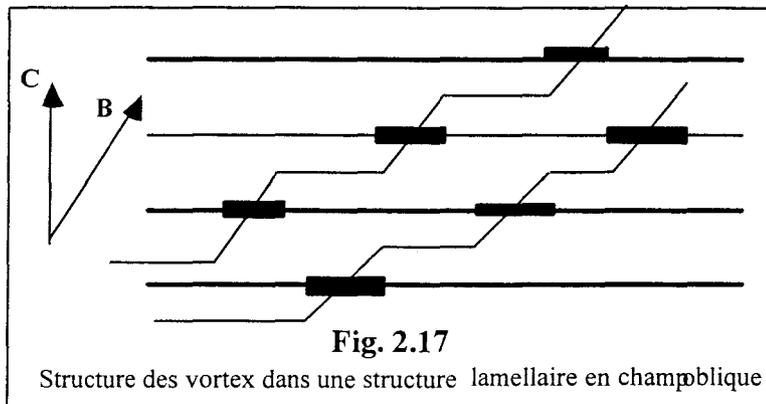
$$\begin{aligned}
 -z \gg \lambda_{//} : F_{vv}^{\text{dip}}(R, z) &= -\frac{\Phi_0^2 d^2}{\lambda_{//}^3} \text{Ln}\left(\frac{R}{\xi_{//}}\right) \exp\left(-\frac{z}{\lambda_{//}}\right) \\
 -z \ll R \ll \lambda_{//} : F_{vv}^{\text{dip}}(R, z) &= -\frac{\Phi_0^2 d^2}{\lambda_{//}^3} \frac{R}{\lambda_{//}}
 \end{aligned}
 \tag{57}$$

où d est la distance entre deux plans consécutifs et R la distance entre les vortex parallèlement aux plans. Contrairement à l'expression (56), cette interaction est attractive exprimant le fait que les vortex bidimensionnels ont tendance à s'aligner parallèlement à la direction z . Ces interactions entre couches voisines sont donc plus faibles que les interactions intraplans mais ont un caractère "longue portée" contrairement au couplage Josephson entre les plans. La prise en compte de l'ensemble de ces interactions permet, lorsque le champ est perpendiculaire aux plans, de calculer l'énergie de toute configuration spatiale du système de vortex et d'antivortex^{47,48}. Le calcul conduit à une série de réseaux

d'Abrikosov 2-D alignés le long de la direction z ⁴⁹. Ce sont les interactions magnétiques qui stabilisent le réseau d'Abrikosov planaire, permettant ainsi l'existence d'un ordre translationnel à longue portée dans les plans. Cet ordre est toutefois très sensible aux fluctuations thermiques de position des galettes.

2.3.3.1-c) Orientation oblique du champ magnétique.

Lorsque le champ magnétique appliqué fait un angle θ avec la normale aux plans, les vortex pénètrent comme indiqué sur la figure 2.17. Ils possèdent une structure en escalier, intersectant les plans par des galettes dont le coeur a une extension $2\xi_{//}$. Ces galettes sont reliées par une portion de vortex Josephson bloquée entre les plans (ancrage intrinsèque à la structure). Rappelons que le vortex Josephson a une section elliptique de grand axe $\lambda_J = \Gamma d$. A la limite du couplage Josephson interplanaire nul, la composante de \mathbf{B} parallèle aux plans (\mathbf{a}, \mathbf{b}) pénètre librement (pas d'écrantage). La composante B_z du champ engendre quant à elle un réseau d'Abrikosov de vortex 2-D⁵⁰. Toutes les propriétés d'équilibre du système (champs critiques, aimantation) sont fonction de B_z . Nous n'insisterons pas plus sur l'orientation oblique du champ magnétique.



2.3.3.2) Interprétations de la ligne d'irréversibilité.

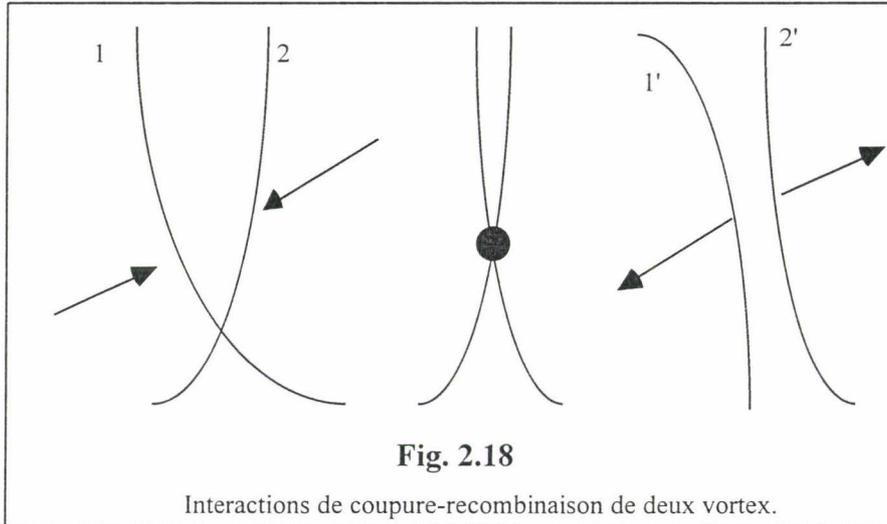
L'observabilité de la ligne d'irréversibilité à des champs magnétiques bien inférieurs au deuxième champ critique $B_{c2}(T)$, est essentiellement due à la petitesse de l'énergie d'ancrage ainsi qu'aux fortes fluctuations thermiques de positions des vortex dans les plans supraconducteurs. Les propriétés des systèmes de vortex sont dominés par les propriétés élastiques du réseau.

2.3.3.2-a) Propriétés élastiques du réseau de vortex.

L'énergie d'interaction de deux vortex dont les coeurs sont repérés par des indices i et j et constitués de tronçons de longueur \mathbf{dr}_i et \mathbf{dr}_j , tangents à leurs lignes de coeur, s'écrit dans le cas anisotrope ⁵¹ :

$$F_{ij} = \frac{\Phi_0^2}{2\mu_0} \iint \mathbf{dr}_i^\alpha \mathbf{dr}_j^\beta f_{\alpha\beta}(\mathbf{r}_i - \mathbf{r}_j) \quad (58)$$

Dans cette formule \mathbf{dr}_i^α (resp. \mathbf{dr}_j^β) représente la composante α d'un tronçon infinitésimal de vortex situé en un point \mathbf{r}_i (resp. \mathbf{r}_j) (Nous avons adopté la convention de sommation sur les indices deux fois répétés). Lorsque le système est isotrope, l'expression sous l'intégrale fait intervenir le produit scalaire $\mathbf{dr}_i \cdot \mathbf{dr}_j$ ($f_{\alpha\beta}$ est alors un tenseur sphérique). La forme explicite de $f_{\alpha\beta}$ a été calculée par E.H.Brandt⁵². Elle dépend des coefficients élastiques du réseau de vortex ^{52, 53}. Elle permet de calculer les barrières d'énergie de coupure des vortex qui jouent un rôle important dans les processus de désancrage ou de Flux-Flow. Cet effet est schématisé sur la figureci-dessous.



Considérons maintenant le cas où le champ magnétique est dirigé le long de l'axe Oz. En appelant $\mathbf{u}_i(z)$ le champ de déplacement d'un vortex de position repérée par l'indice i et $\mathbf{u}(\mathbf{k})$ la transformée de Fourier de ce déplacement avec $\mathbf{k} = \mathbf{k}_{//} + \mathbf{k}_{\perp}$ désigne un point de la zone de Brillouin du réseau triangulaire de vortex. L'énergie de déformation élastique du réseau s'écrit alors:

$$F_{el} = \frac{1}{2} \int u_\alpha(\mathbf{k}) \Phi_{\alpha\beta}(\mathbf{k}) u_\beta(-\mathbf{k}) \frac{d^3\mathbf{k}}{8\pi^3} \quad (59)$$

formule dans laquelle $\Phi_{\alpha\beta}$ est la matrice élastique du système de vortex. La matrice élastique est dispersive, i.e. elle dépend du vecteur d'onde \mathbf{k} . C'est pour cette raison que les déformations élastiques du réseau apparaissent comme non locales. La matrice élastique dépend des coefficients élastiques du réseau de vortex: C_{11} , C_{66} et C_{44} . Le coefficient C_{11} caractérise la résistance à la compression, C_{66} est le module de cisaillement et C_{44} mesure la résistance des vortex à une inclinaison par rapport à la direction du champ. L'expression de $\Phi_{\alpha\beta}$ en fonction des constantes élastiques est alors la suivante:

$$\Phi_{\alpha\beta}(k) = (C_{11}(\mathbf{k}) - C_{66})k_{\alpha}k_{\beta} + \delta_{\alpha\beta}(C_{66}k_{\perp}^2 + C_{44}k_{\parallel}^2) \quad (60)$$

Les constantes élastiques sont sensibles à la fois à l'orientation du champ magnétique et à l'anisotropie structurale très forte. Par exemple, lorsque \mathbf{B} est dirigé selon l'axe \mathbf{c} de la structure, on peut écrire:

$$\begin{aligned} C_{11}(k) &= \frac{B^2}{\mu_0} \frac{1 + k^2 \lambda_{\perp}^2}{(1 + k_{\parallel}^2 \lambda_{\parallel}^2)(1 + k_{\perp}^2 \lambda_{\perp}^2 + k_{\parallel}^2 \lambda_{\parallel}^2)} \\ C_{44}(k) &= \frac{B^2}{\mu_0} \left(\frac{1}{1 + k_{\parallel}^2 \lambda_{\perp}^2 + k_{\perp}^2 \lambda_{\parallel}^2} + \frac{\text{Ln}(\kappa)a_0^2}{\pi^2 \lambda_{\perp}^2} \right) \\ C_{66} &= \frac{\Phi_0 B}{16\pi\mu_0 \lambda_{\parallel}^2} \end{aligned} \quad (61)$$

Dans cette formule k_{\parallel} et k_{\perp} représentent respectivement les composantes du vecteur d'onde \mathbf{k} dans les directions perpendiculaires et parallèles au champ magnétique appliqué, et λ_{\parallel} et λ_{\perp} sont les profondeurs de pénétration de London parallèles et perpendiculaires aux plans. Enfin a_0 désigne le paramètre du réseau de vortex, $a_0 \propto \sqrt{\frac{\Phi_0}{B}}$. On voit sur ces formules, que la dépendance en température des coefficients élastiques se fait par le biais des longueurs de London. Ainsi, ces trois coefficients diminuent peu à peu lorsque l'on s'approche de T_c et sont pratiquement constants à basse température. Enfin ces trois coefficients sont des fonctions croissantes du champ magnétique B en raison de l'augmentation des interactions entre les vortex lorsque B croît. Il faut bien noter que ces expressions ne sont valables que dans la phase d'Abrikosov. Le comportement de ces coefficients lorsque l'on approche de la ligne d'irréversibilité sera examiné dans la suite.

2.3.3.2-b) Fusion du réseau de vortex.

- Critère de Lindemann.

Ici encore nous considérons le cas où n'interviennent pas les défauts ou encore s'ils sont présents, le cas où ils n'engendrent que de faibles déformations élastiques du réseau de

vortex. L'idée d'une fusion du réseau de vortex fut d'abord proposée par Nelson⁵⁴. En effet les fluctuations du réseau de vortex étant de forte amplitude, elles peuvent conduire, lorsque T augmente, à une fusion de ce réseau. Les fluctuations de position des vortex sont représentées par les fonctions de corrélation des déplacements: $\langle u_\alpha(\mathbf{k})u_\beta(\mathbf{k}) \rangle_T = k_B T \Phi_{\alpha\beta}^{-1}(\mathbf{k})$ avec $\alpha, \beta = x, y, z$. Les fluctuations de positions des vortex sont donc caractérisées par:

$$\langle u^2 \rangle_T = k_B T \mu_0 \sqrt{\frac{4\pi}{B\Phi_0^3}} \lambda_{//} \lambda_{\perp} \quad (62)$$

Le déplacement quadratique moyen augmente avec la température de sorte que les corrélations de position qui sont fortes dans la phase solide ordonnée s'effacent progressivement. A une certaine température, T_m , elles disparaissent. Cette température définit le point de fusion au-delà duquel se forme la phase liquide de vortex. Dans ce modèle la température de fusion est obtenue à l'aide du critère de Lindemann⁵⁵ selon lequel le système fond lorsque le déplacement quadratique moyen atteint une certaine fraction du paramètre de réseau: $\langle u^2 \rangle = 0.15 a_0$. Ce critère donne une valeur de la température de fusion égale à:

$$k_B T_m(B) \approx \frac{\Phi_0^2}{\mu_0 \Gamma \lambda_{//}^2} \sqrt{\frac{\Phi_0}{B}} \quad (63)$$

Cette expression conduit à l'équation de la ligne de fusion qui, à basses températures est donnée par:

$$B \propto \frac{1}{T^2} \quad (64)$$

Au voisinage de T_c l'équation de la ligne déduite d'un critère de Lindemann est :

$$B \propto (T_c - T)^2 \quad (65)$$

Ces deux lois limites se déduisent du comportement en température de la longueur de London dans les plans. Le critère de Lindemann ne fournit en fait qu'une limite supérieure de la température de fusion théorique. La température de fusion sera abaissée par la présence de défauts ainsi que par la présence de dislocations au sein du réseau de vortex. La fusion est de plus caractérisée par l'annulation du coefficient élastique C_{66} contrôlant le cisaillement. Une caractéristique importante du liquide est de se cisailer très facilement sous l'influence de contraintes extrêmement faibles. En l'absence de défauts en volume la phase solide (cristallisée) tout comme la phase liquide⁵⁶ sont des états d'équilibre du

système de vortex. La "ligne de fusion" dans le plan B-T, ne peut donc pas, dans le cadre de ce modèle, être assimilée à la ligne "d'irréversibilité" observée dans les oxydes supraconducteurs. Elle y est cependant étroitement associée dès que l'on tient compte des défauts, y compris les défauts cristallins de taille atomique comme les lacunes qui, en raison de la faible longueur de cohérence des nouveaux supraconducteurs, peuvent être efficaces pour piéger les vortex. C'est le changement de comportement du système de vortex vis-à-vis du piégeage, lorsque le réseau fond, qui expliquerait alors le changement de dynamique associé à la ligne d'irréversibilité. Alors que l'approche de Lindemann s'applique aux systèmes de vortex indépendamment de leur dimensionnalité, nous allons examiner dans le prochain paragraphe une approche de la fusion du réseau de vortex qui est intrinsèquement lié au caractère bidimensionnel des SHTC.

- Transition de Kosterlitz-Thouless.

L'approche de la fusion 2-D du réseau de vortex dans les oxydes supraconducteurs, par la théorie de Kosterlitz-Thouless ⁵⁷⁻⁵⁹ est analogue à celle qui fut proposée pour les superfluides bidimensionnels et les films minces supraconducteurs. Cette théorie a été proposée par Kosterlitz et Thouless pour décrire la fusion des solides strictement bidimensionnels par dissociation de paires de dislocations vis de vecteurs de Burgers opposés. Elle reposait sur un nouveau concept d'ordre, celui de l'ordre topologique à longue portée qui se substituait à l'ordre de position inexistant en dimension strictement égale à deux. Lorsque l'on approche la ligne de fusion par les basses températures, la théorie prévoit l'apparition en nombre croissant des paires de dislocations de vecteurs de burgers opposés. Cette configuration est moins coûteuse en énergie que celle des dislocations libres car le champ de déformation des paires de dislocations s'annule à longue distance. Quand la température augmente, la distance moyenne entre les deux dislocations augmente du fait de l'écrantage croissant de l'interaction entre celles-ci. Il faut noter que cette transition K-T ne peut s'observer nettement qu'à la limite du couplage Josephson interplanaires nul ou très faible ⁶⁰. Remarquons que la situation envisagée ici reste "tridimensionnelle" du fait du couplage magnétique dipolaire faible entre les plans (déjà évoqué dans la section précédente). Dans le cas strictement bidimensionnel (films minces ou plans supraconducteurs) la fusion est caractérisée par l'annulation du module de cisaillement C_{66} , dû à la dissociation de paires de dislocations apparaissant dans le réseau de vortex, à une température T_M donnée par la formule:

$$k_B T_M^{2D} = C_{66} a_0^2 \text{ avec } a_0^2 \propto \frac{\Phi_0}{B} \quad (66)$$

$$\text{soit: } k_B T_M^{2D} = \frac{1}{\sqrt{3}} \frac{\Phi_0^2 d}{8\pi\mu_0 \lambda_{//}^2(T_M^{2D})}$$

A cette température, l'énergie d'agitation thermique est de l'ordre de l'énergie de liaison de la paire dislocation-antidislocation. Au-dessus de T_M , des dislocations libres apparaissent ainsi en tous points du système et détruisent l'ordre translationnel. La transition vers la phase liquide se fait alors en deux étapes:

-Au-delà de T_M^{2D} , on note une brusque chute de C_{66} trahissant une perte des corrélations de positions à longue portée (phase solide). Néanmoins, au delà de cette température persiste un ordre d'orientation⁶¹ qui est une sorte de réminiscence de la symétrie du réseau triangulaire de vortex. Cette phase intermédiaire est la phase hexatique ou liquide orienté. On définit l'orientation locale par l'angle que fait la ligne reliant deux vortex proches voisins avec une direction fixe. Dans la phase solide ($T < T_M$) cet angle est "corrélé" sur tout l'échantillon (i.e. la fonction de corrélation associée ne s'annule pas à l'infini).

-Dans la phase liquide "orientée", la fonction de corrélation angulaire varie en $(1/R^\psi)$ (ordre à moyenne portée) jusqu'à une température T_H où la fonction de corrélation décroît exponentiellement (ordre à courte portée). Ainsi, l'ordre hexatique disparaît au-delà d'une seconde température T_H où apparaît la phase liquide isotrope. Un schéma récapitulatif est présenté sur la figure 2.19.

2.3.3.2-c) Cross-over dimensionnel du système de vortex.

Dans le cas réel pour lequel le couplage Josephson entre les plans est fini, la situation est bien plus complexe. Les coefficients élastiques doivent être recalculés (Bulaevski, Glazman, Koshelev, ref 62). Nous n'entrerons pas dans le détail des calculs des propriétés élastiques dans la situation envisagée ici. Signalons seulement que deux régimes distincts se font jour, séparés par le champ de cross-over:

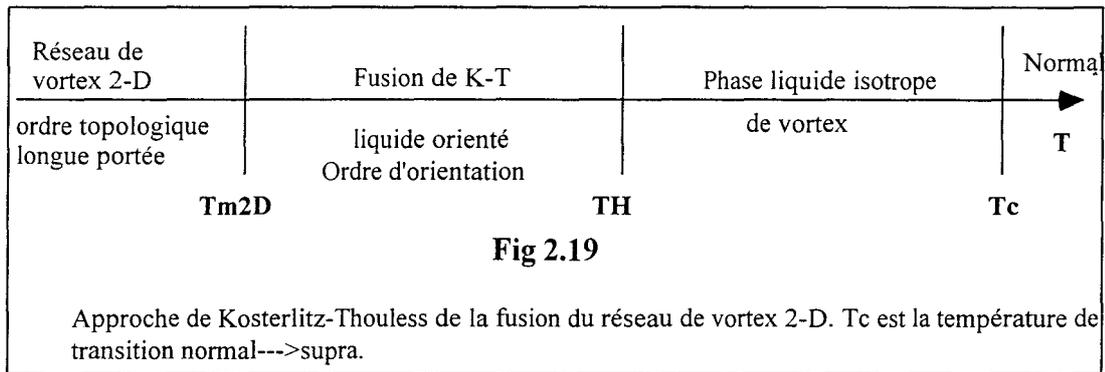
$$B_{cr} \propto \frac{\Phi_0}{\lambda_J^2} \text{Ln}\left(\frac{\lambda_J}{\xi_{//}}\right) \quad (67)$$

Dans cette formule, λ_J désigne une longueur caractéristique du systèmes de jonctions Josephson, la longueur Josephson que nous avons déjà introduite dans un précédent paragraphe.

-Si $B \ll B_{cr}$, soit encore si $a_0 \gg \lambda_J$, le concept de ligne de flux reste bien défini. Cela signifie que les processus de coupure recombinaison (cf figure 2.18) engendrant ici l'échange de galettes entre vortex, restent exceptionnels. Le couplage interplanaire est fort et la transition de fusion est dominée par les fluctuations 3-D et correspond à l'annulation du coefficient C_{66} alors que le coefficient de tilt C_{44} est fini. Cette transition est suivie d'une seconde où le coefficient C_{44} (c'est-à-dire le couplage dipolaire entre les plans) s'annule (perte des corrélations de tilt (angle que fait la ligne de flux avec l'axe z)). Cette

deuxième étape de la transition a lieu pour une température $T'=T_m(B_{cr}/B)^{1/2}$. Le système a alors un comportement tridimensionnel.

-Si $B > B_{cr}$, l'échange de galettes entre vortex se croisant devient un processus dominant. Le concept de ligne de flux perd son sens et l'on a un réseau de vortex 2-D dans chaque plan. Les plans sont indépendants les uns des autres. La transition est dominée par les fluctuations bidimensionnelles et caractérisée par l'annulation simultanée des coefficients C_{44} et C_{66} à $T=T_m$.



2.3.3.2-d) Verre de vortex et TAFF.

Ces modèles que nous avons discuté dans le cas des systèmes granulaires s'appliquent encore aux systèmes lamellaires. En ce qui concerne le modèle du verre, la présence de défauts de volume en concentration suffisante, provoque en ancrant fortement les vortex une brisure de la symétrie de translation du réseau de vortex. Les vortex ancrés sur les défauts en faible concentration, interagissent avec les vortex voisins donnant ainsi lieu à une déformation élastique locale du réseau. Les défauts, en concentration faible, déforment élastiquement le réseau de vortex mais préservent les corrélations de position à longue portée du réseau de vortex. Lorsque l'on augmente la densité de défauts, la déformation du réseau devient si forte que l'ordre à longue portée disparaît pour laisser place à une structure amorphe possédant les caractéristiques d'un verre de vortex. Parmi ces caractéristiques, citons entre autres, la dynamique lente observée dans les expériences de relaxation de l'aimantation. Lorsque le champ magnétique est appliquée perpendiculairement, il se forme à suffisamment basse température, un verre de vortex bidimensionnel dans chaque couche éventuellement couplée aux autres couches par le biais des interactions magnétiques dipolaires entre vortex. Il convient de noter que la compétition entre les interactions vortex-défauts, conduisant au désordre et les interactions intervortex (dans une couche), favorisant le cristal triangulaire de vortex conduit à une frustration du système. L'existence de cette frustration dans l'état vitreux fait davantage ressembler le système de vortex à un verre de spins⁶³. Les conséquences de ce modèle, présentées dans le paragraphe précédent, peuvent être appliquées aux structures des systèmes de vortex existant dans les systèmes lamellaires.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE 2

- 1: "*Superconductivity*" Ed R.D. Parks, Marcel Dekker Inc., New York (1969),vol2 p.817
- 2: "*Superconductivity in metals and alloys*", P.G. de Gennes, Benjamin New York (1966).
- 3: voir la référence 1 p.1128.
- 4: A. A. Abrikosov, Soviet Phys. **JETP** 5, p.1174 (1957).
- 5: J. Bardeen and M.J.Stephen, Phys. Rev.**140**, A1197 (1965).
- 6: C. Caroli et al, Phys. Letters **9**, p.307 (1964).
- 7: voir la référence 3.
- 8: voir la référence 3, p.1133.
- 9:B. Schwartz, Phys. Letters **20**, p.350 (1966).
- 10: -Y.B. Kim et al, Rev. Mod. Physics **36**, p.43 (1964).
-Y.B. Kim et al, Phys. Rev. Letters **12**, p.145 (1964).
-Y.B.Kim et al, Phys. Rev.**139**, A1163 (1965).
- 11: M. Tinkham, Phys. Rev. Letters **13**, p.804 (1964).
- 12: P.W. Anderson, Phys. Rev. Letters **9**, p.309 (1962).
- 13: P. Mathieu et Y. Simon, Europhysics Letters **5**, p.67 (1988).
- 14:B. Plaçais, Thèse de Doctorat d'état, Université de Paris, Juin 1990.
- 15: P. Manuel et al , Physica **C 177**, p.281 (1991).
- 16: K.A. Müller, M. Takashige, J.G. Bednörz, Phys. Rev. Letters **58**, p.1143 (1987).
- 17: P.W. Anderson et al, Rev. of Modern Physics **36**, p.39 (1964).
- 18: M.F. Schmidt, N.E. Israeloff and A.M. Goldman, Phys. Rev. Letters **70 n°14**, p.2162 (1992).
- 19: - La Recherche Février 1994, p.216.
- K. Harada et al, Phys. Rev. Letters **71**, p.3371 (1991).
- 20: J.Rosenblatt, A.Raboutou, P.Peyral, Proc. L.T.14 Ed. M. Krusius and M. Vuorio North Holland, Amsterdam, 1975 **vol.2**, p.361.
- 21: -V. Ambegaokar et A. Baratoff, Phys. Rev. Letters **10**, p.486 (1963).
-V. Ambegaokar et A. Baratoff Phys. Letters **11**, p.104 (1963).
- 22: J.R. Clem et al, Phys. Rev.**B 35**, p.6637 (1987).

23: -G.Deutscher, Proceedings of the Int. Conf. on HTSMMS, Interlaken, Switzerland 28 March 1988.

-G.Deutscher, Physica Scripta vol. **T 29**, p.9 (1989).

24: voir la référence 2.

25: "*Introduction to superconductivity*", M. Tinkham, International student Edition, Mac Graw Hill (1975).

26: voir la référence 25.

27: B.D. Josephson, Phys. Rev. **152**, p.211 (1966).

28: R.A.Ferrel and R.E. Prange, Phys. Rev. Letters **10**, p.479 (1963).

29: Y. Shih, C. Ebner and D. Stroud Phys. Rev. **B 30**, p.134 (1984).

30: "*Spins glasses and other frustrated systems*", D. Chowdhury, World Scientific (1986).

31: -John Sajeev and T.C. Lubensky, Phys. Rev. **B 34**, p.4815 (1986).

-John Sajeev and T.C. Lubensky, Phys. Rev. Letters **55**, p.1014 (1985).

32: voir la référence 30.

33: D. Sherrington and S. Kirkpatrick, Phys. Rev. Letters **35**, p.1792 (1975).

34: voir la référence 16.

35: voir la référence 27.

36: R.H. Koch et al, Phys. Rev. Letters **63**, n°14, p.1511 (1989).

37: Y. Yeshurun et A.P. Malozemoff, Phys. Rev. Letters **60**, p.2202 (1988).

38: M. Tinkham and C.J. Lobb, Solid State Physics **vol 42**, p.91 (1988).

39: E.H. Brandt, Int. Journal of Mod. Physics **B5**, p.751 (1991).

40: -N. Sacchetti et al, Phys. Rev. **137**, A796 (1965).

-C. Aguillon-Levillain, thèse de doctorat Université Paris Sud Orsay (1991).

41: Y. Xu et al, Phys. Rev. **B 40**, p.10882 (1989).

42: "*Théorie statistique des champs*", C. Itzykson et J.M. Drouffe, Intereditions Ed. CNRS (1989).

43: L. Bulaievskii, Int. Journal of Modern Physics **B 4**, p.1849 (1990).

44: "*Quantum Field theory*", C. Itzykson et J.B. Zuber, Mac graw Hill, Physics series (1985).

45: -M.V. Feigelman, V.B. Geshenkbein and A.I. Larkin, Physica **C 167**, p.177 (1990).

- F. Guinea, Phys. Rev. **B 42** , p.6244 (1990).
- 46:-P. Minnhagen, Phys. Rev. **B 23**, p. 5745 (1981).
- P. Minnhagen in " *Percolation, localisation and superconductivity* Ed. A.M. Goldman and S.A. Wolf, Plenum, New-York, p. 287 (1984).
- 47: D. Feinberg, Physica **C 194**, p.126 (1992).
- 48: D. Feinberg, Proceedings of the fifth NYSIS Conf. on Supercond., Buffalo 1991, Ed.Kao Y.H., **AIP Publ.** p.489.
- 49: J.R. Clem, Phys. Rev. **B 43**, p.7837 (1991).
- 50: D. Feinberg, Physica **C 194**, p.126 (1992).
- 51: E.H. Brandt, Int. Journal of Modern Physics **B 5**, p.751 (1991).
- 52: E.H. Brandt, Physica **C 195**, p.1 (1992).
- 53: -E.H. Brandt, Journal of Low Temp. Physics **26**, p.709-735 (1977).
- A.Houghton, R.A. Pelcovits and A. Sudbo, Phys. Rev.**B 40**, p.6763 (1989).
- 54: D.R. Nelson, Phys. Rev. Letters **60**, p.1973 (1988)
- 55: A. Houghton, R.A. Pelcovits, A. Sudbo, Phys. Rev.**B 40**, p.6763 (1989).
- 56: D.R. Nelson and H.S. Seung, Phys. Rev. **B 39**, p.9153 (1989).
- 57: B.I. Halperin and D.R. Nelson, Journal of Low Temp. Physics **36**, p.599 (1977).
- 58: J.M. Kosterlitz and D.J. Thouless, Journal de Phys. **C 6**, p. 1181 (1973).
- 59: V.L. Berezinski, Zh. Eksp. Teor. Fiz. **61**, p.1144 (1971).
- 60: A. Buzdin and D. Feinberg, Journal Phys. France **51**, p. 1971 (1990).
- 61: D. Feinberg, Journal Phys. Cond. Matter, Janvier 1993.
- 62:-L.I. Glazman, A.E. Koshelev, Physica **C 173**, p.180 (1991).
- L.I. Glazman, A.E. Koshelev, Phys. Rev. **B 43**, p.2835 (1991).
- 63: M.P.A. Fisher, Phys. Rev. Letters **62**, p.1415 (1989).

CHAPITRE 3

ECHANTILLONS ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES

Introduction.

3.1) Nature et géométries des échantillons:

3.1.1) Méthodes d'élaboration.

3.1.2) Géométrie des échantillons.

3.2) Méthode d'étude des caractéristiques courant-tension.

3.2.1) Description du dispositif expérimental.

3.2.2) Automatisation de l'expérience.

3.2.3) Description des échantillons et porte-échantillons.

3.2.4) Protocole de mesures

3.3) Mesures de susceptibilité A.C.

3.3.1) Dispositif de mesures et porte-échantillons.

3.3.2) Protocole de mesures et précautions expérimentales.

3.4) Présentation du dispositif de mesures magnétiques en continu:

3.4.1) Description du dispositif

3.4.2) Précautions expérimentales et inconvénients du système à Squid.

3.4.3) Préparation et positionnement des porte-échantillons

3.4.3.1) Préparation des porte-échantillons.

3.4.3.2) Influence du positionnement de l'échantillon sur les mesures.

3.4.4) Protocole de mesures.

TECHNIQUES EXPERIMENTALES

Magnétorésistance - susceptibilité en alternatif - Susceptibilité continue

Introduction

Ce chapitre est consacré à la présentation des dispositifs expérimentaux et des techniques mis en oeuvre pour l'étude des propriétés électriques et magnétiques A.C des céramiques Bi:2223 d'une part et des propriétés magnétiques en régime continu des composés au Bismuth 2223 et 2212 d'autre part. Après une présentation des méthodes de synthèse des échantillons étudiés, est décrit le montage expérimental concernant les mesures de caractéristiques courant-tension sous champ magnétique. La description du montage est suivie d'une esquisse des programmes de contrôle de l'ensemble de l'expérience élaborés par nos soins. Nous suivrons ensuite la même démarche pour la présentation technique de l'expérience de mesures de la susceptibilité magnétique en alternatif. Enfin, la dernière partie de ce chapitre est consacrée à la présentation des expériences de mesures des propriétés magnétiques en continu des composés au Bismuth.

3.1) Nature et géométries des échantillons:

3.1.1) Méthodes d'élaboration:

Les mesures des propriétés électriques ont été faites sur des céramiques du composé Bi:2223 à 20% de plomb de formule brute $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_8$ alors que les mesures magnétiques en continu ont été menées sur des monocristaux et des polycristaux du composé Bi:2212 avec et sans plomb de formule brute $\text{Bi}_{2-x}\text{Pb}_x\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_6$ ainsi que sur les poudres et les céramiques du composé Bi:2223 à 20% Plomb.

Les échantillons ont été fabriqués au CNET Bagnex (équipe de J.C.Tolédano et J.Schneck)¹. Les produits de base sont des oxydes de Bismuth, de Plomb, de Cuivre et des carbonates de Calcium et de Strontium. Les carbonates de Calcium sont portés à une température de 1250 °C afin d'en assurer la décomposition puis sont mélangés aux oxydes métalliques. L'ensemble, après broyage, est porté à haute température (800-900 °C), compacté sous haute pression puis recuit à l'air. Lorsque le mélange ne contient pas de plomb, la phase 2212 est seule présente. La substitution de Bismuth par le Plomb favorise² la croissance de la phase 2223. Les conditions de recuit sont également déterminantes pour l'obtention de cette dernière phase³. Les temps de recuit courts favorisent la formation de la phase 2212, alors que les temps longs conduisent à un mélange riche en la phase 2223 à 20 % de plomb. On notera la formation quasi inévitable d'une phase parasite Ca_2PbO_4 .(ref.1).

L'équipe du CNET a pu obtenir des échantillons à plus de 95% de la phase 2223⁴ en entrecoupant les phases de recuit de broyages intermédiaires. La richesse des échantillons en la

phase 2223 est limitée par la croissance de phases parasites à l'oxyde de plomb PbO_4 (réf. 4). En ce qui concerne les monocristaux, l'équipe du CNET a utilisé un mélange de base analogue à celui utilisé pour les céramiques. Ces cristaux sont obtenus selon une méthode de bain fondu, décrite dans la référence 5.

3.1.2) Géométrie des échantillons.

- Composés Bi:2223 à 20 % Plomb:

Les céramiques Bi:2223 utilisées pour les mesures de transport électrique ont la forme de parallélépipèdes de section $5 \times 3 \text{ mm}^2$ et de longueur 10 mm, les contacts étant distants de 5 mm. Les céramiques utilisées pour les mesures des propriétés magnétiques en continu sont des parallélépipèdes de dimensions $5 \text{ mm} \times 3 \text{ mm} \times 5 \text{ mm}$. Elles sont constituées par un assemblage de grains (microcristallites) de diverses tailles. Nous avons estimé la dispersion en tailles de ces grains à l'aide de clichés de microscopie électronique à balayage au Laboratoire de Réactivité et Chimie des Solides d' Amiens sur une poudre de ces composés. Les tailles de grains vont de $1 \text{ }\mu\text{m}$ à $10 \text{ }\mu\text{m}$ en majorité, la taille maximale n'excédant pas $20 \text{ }\mu\text{m}$. Ces grains se présentent plutôt sous forme de "plaques" planes. Les microcristallites sont relativement homogènes du point de vue de l'orientation cristallographique.

- Composés Bi:2212 :

Les composés Bi:2212 se présentent sous deux formes:

-Des monocristaux substitués à 20% de Plomb ($x=0.4$) et sont des parallélépipèdes dont les dimensions sont $700 \times 360 \times 5 \text{ }\mu\text{m}^3$. La plus faible dimension du cristal est parallèle à l'axe **c** de la structure.

-Des polycristaux exempts de Plomb ($x=0$) constitués de plusieurs monocristaux empilés le long de l'axe **c** de la structure et désorientés dans les plans (**a,b**) (Orientations (**a,b**) arbitraires d'un monocristal à l'autre) et de dimensions $1000 \times 1000 \times 50 \text{ }\mu\text{m}^3$.

3.2) Méthode d'étude des caractéristiques courant-tension.

3.2.1) Description du dispositif expérimental.

L'étude des propriétés électriques sous champ magnétique des céramiques Bi: 2223 constitue la première partie du travail présenté dans cette thèse. Cette étude a consisté en la mesure des caractéristiques courant-tension dans une large gamme de température et de champs magnétiques. Le dispositif expérimental, dont une vue synoptique est présentée sur la figure 3.1, comprend:

-Un cryogénérateur à circuit fermé d'Hélium gazeux offrant une plage de température s'étendant de 10 Kelvins à l'ambiante.

-Une régulation de température modèle APD-K munie d'un thermocouple Or-Fer-Chromel (sonde de température) associée à une résistance chauffante d'une puissance maximale de 25 W installée sur le doigt froid du cryostat. Elle est équipée d'une interface GPIB. La stabilité moyenne en température est de $\Delta T = 0.05$ Kelvins.

-Un nanovoltmètre Keithley 181, d'une sensibilité de **50 Nanovolts** et une source de courants faibles Keithley 220 délivrant des courants dont l'intensité va de 10^{-4} à 100 mA. Les deux appareils sont munis d'une interface GPIB.

-Un électroaimant fournissant un champ maximal de 2 Teslas.

-Un ordinateur de contrôle IBM PS-II.

-Un cryostat, réalisé par la société TBT (Groupe Air Liquide), présenté sur la figure 3.2. Il est muni d'un "doigt froid" permettant de placer le porte-échantillons au centre de l'entrefer de 3 cm de l'électroaimant. La tête froide du cryogénérateur est prolongée par une tige de cuivre de diamètre 20 mm et de longueur 12 cm. Cette tige est elle-même prolongée par un cylindre de cuivre de même diamètre, sur lequel est vissé le porte-échantillons. La tige est découplée mécaniquement du reste du cryostat. Son refroidissement est assuré par des tresses de cuivre qui ne transmettent pas les vibrations mécaniques du displax (premier étage du cryostat: C'est dans cette partie que l'hélium subit une décompression afin de permettre le refroidissement de l'ensemble du système). Ce dernier étage est fixé à l'enceinte extérieure du cryostat, elle-même fixée à la masse de l'électroaimant. Ce système assure ainsi un très faible gradient thermique le long de la tige. Nous avons pu estimer cette différence de température en comparant la variation de la température critique (110 K) de nos échantillons dans le système sans tige (dispositif initial) et avec tige: Cette différence est de moins de deux dixièmes de Kelvins sur une longueur de 12 cm.

Ce système assure l'absence de vibrations du porte-échantillons dans le champ magnétique qui pourraient occasionner un bruit électrique dans le système de mesures de tension. Les matériaux utilisés pour la tige et les enveloppes du cryostat ont été choisis pour leur neutralité magnétique et assurent que le champ magnétique à l'intérieur du cryostat n'est pas perturbé par ce dernier. L'ensemble du système (tige et doigt froid) est recouvert par un premier écran en époxy ayant un rôle d'immobilisation. Le doigt froid est lui-même recouvert par un premier écran thermique. L'ensemble est enfin coiffé par un écran extérieur visible sur la figure 3.2.

3.2.2) Automatisation de l'expérience.

En raison de la durée longue des expériences et pour faciliter l'analyse statistique des signaux, l'ensemble du dispositif expérimental a été automatisé. L'ensemble des appareils de mesures (nanovoltmètre, source de courants faibles et régulation de température) sont munis d'une interface GPIB et sont placés sous le contrôle de l'ordinateur hôte, lequel est muni d'une carte-interface GPIB PC-II (National Instruments). La configuration retenue pour la connexion des appareils à l'ordinateur est la configuration dite étoilée (cf Fig 3.3). L'alimentation de l'électroaimant a été modifiée pour pouvoir être commandée informatiquement. Cette

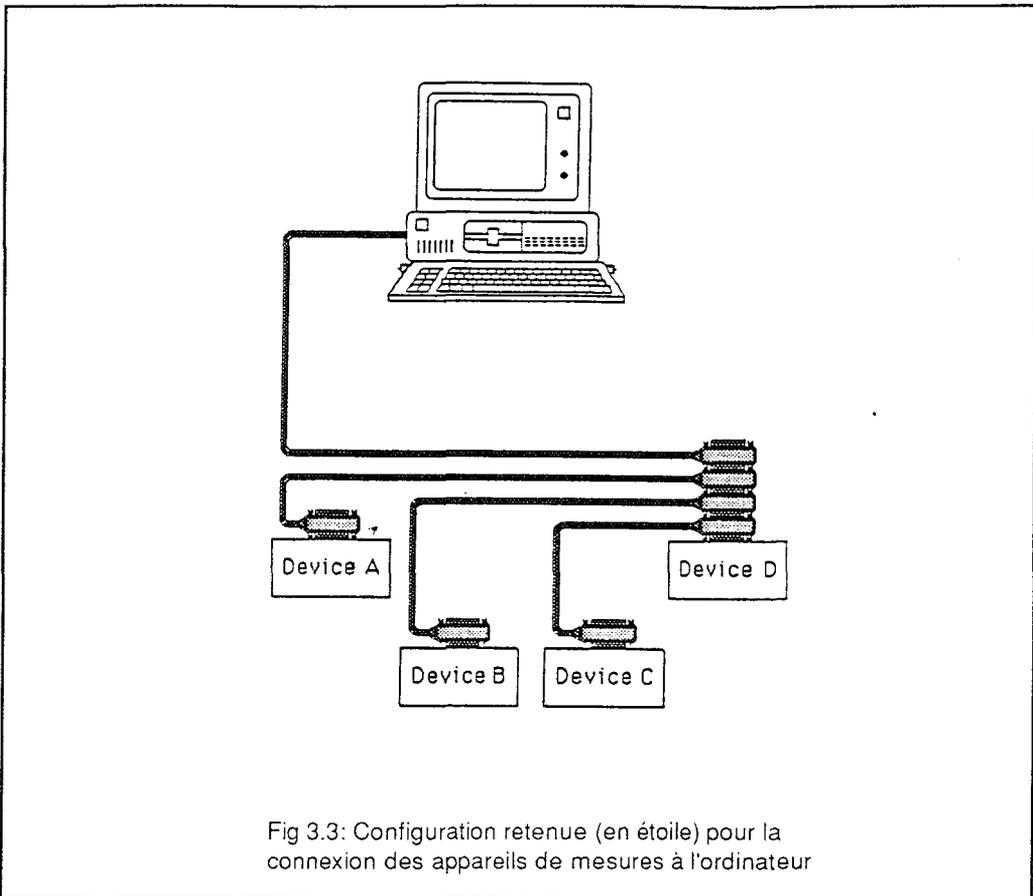


Fig 3.3: Configuration retenue (en étoile) pour la connexion des appareils de mesures à l'ordinateur

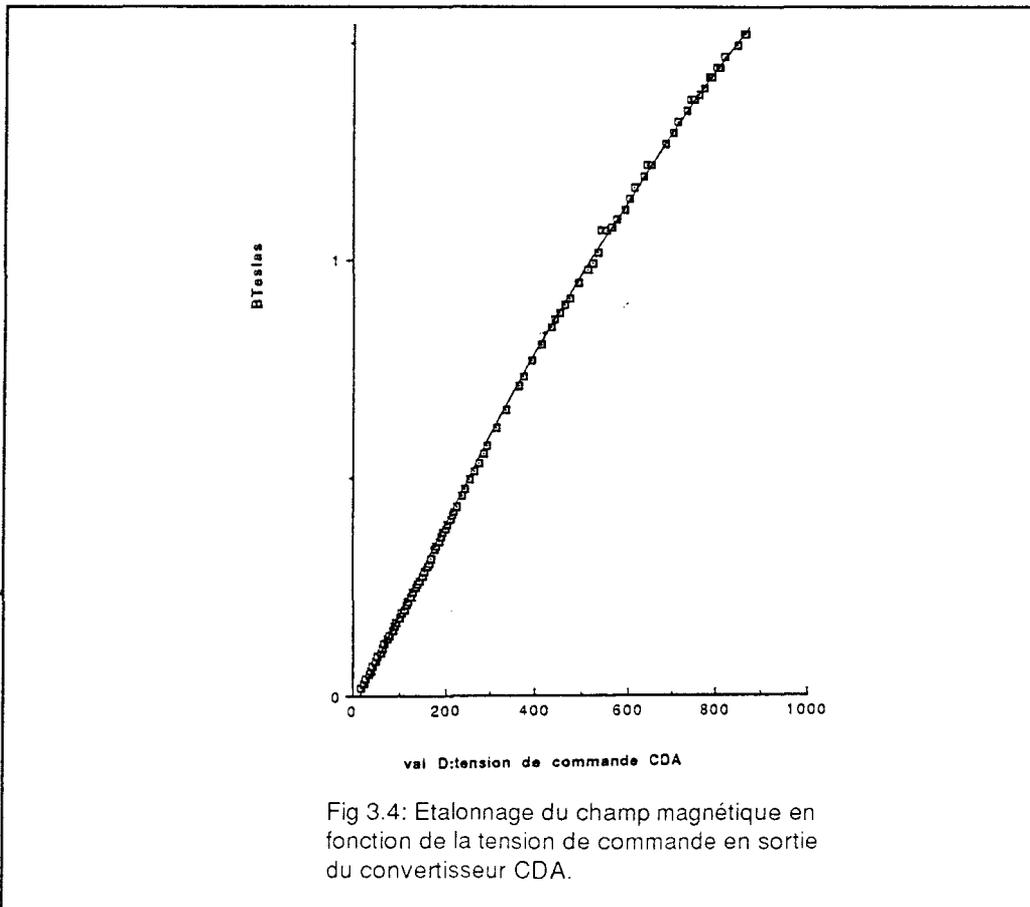


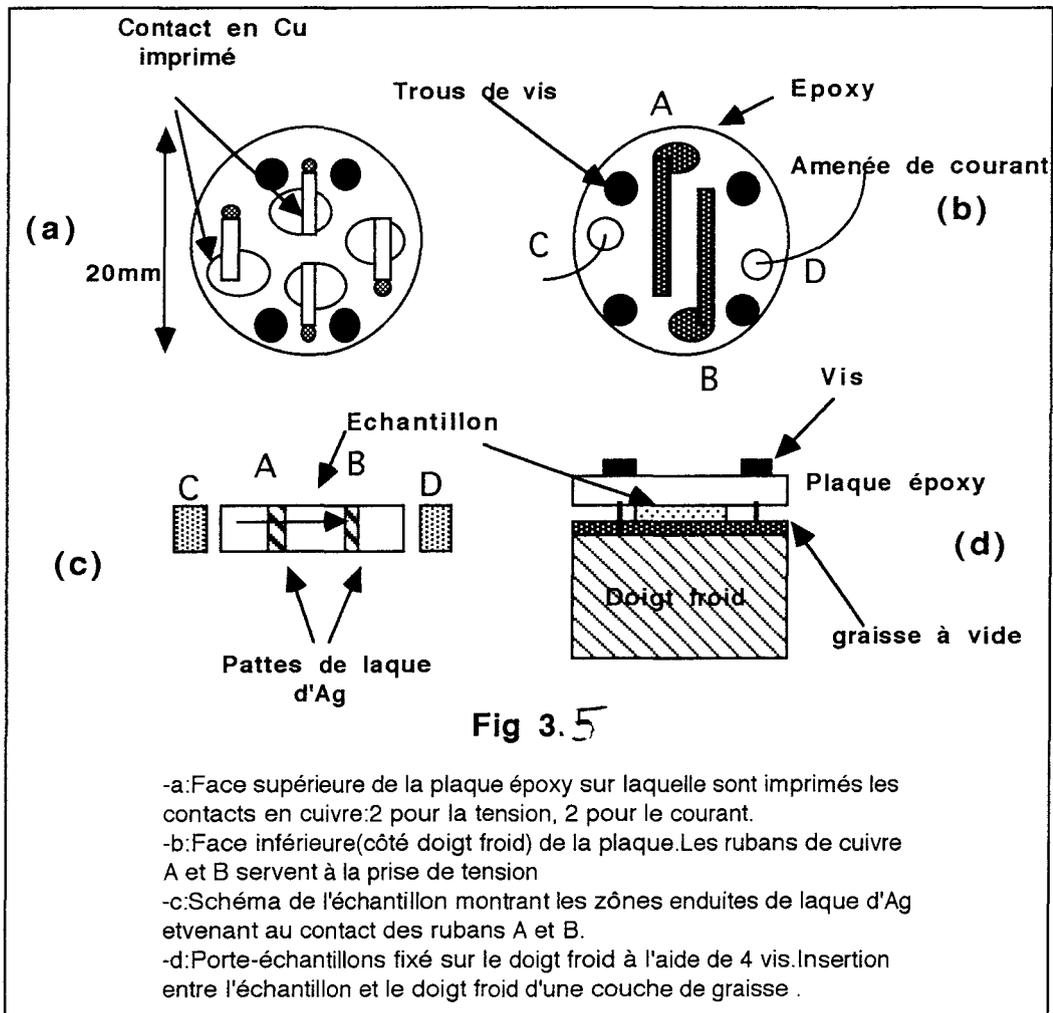
Fig 3.4: Etalonnage du champ magnétique en fonction de la tension de commande en sortie du convertisseur CDA.

commande est réalisée à l'aide d'une carte-convertisseur digital-analogique (modèle CDA-02) implantée dans l'unité centrale de l'ordinateur. Cette carte génère une tension analogique (inférieure à 20 Volts) qui est appliquée à l'entrée de l'étage de puissance Darlington (Ensemble de transistors montés en série permettant une amplification très importante des courants d'entrée) de l'alimentation. En sortie de cet étage est alors produit le courant d'alimentation des bobines de champ asservi à la tension de sortie du CDA. On peut ainsi commander en tension l'intensité du champ magnétique dans l'entrefer. La courbe de calibration du champ magnétique produit en fonction de la tension de commande est reportée sur la figure 3.4.

Pour chaque type de mesures, un programme en BASIC régissant les échanges de données entre l'ordinateur et les appareils conformément au protocole GPIB a été réalisé. Les programmes permettent de faire varier automatiquement la température et le champ magnétique. Lorsque ces deux paramètres sont stabilisés le processus de mesures proprement dit commence. Le champ peut être incrémenté d'un pas choisi préalablement par l'opérateur (ce pas est au minimum de 50 Gauss). La température peut également être incrémentée d'un pas minimum de 0.1 Kelvins.

3.2.3) Description des porte-échantillons des mesures électriques.

Nous allons présenter dans ce paragraphe le porte-échantillons destiné aux mesures de caractéristiques courant-tension sur les céramiques. Cette mesure est effectuée selon la méthode standard 4 points. Les porte-échantillons se présentent sous forme d'une plaque d'époxy circulaire, de diamètre 18 mm et d'épaisseur 3 mm. Sur les faces supérieure et inférieure ont été imprimés des contacts électriques en Cuivre. Les figures 3.5-a, -b, -c et -d donnent une représentation schématique du porte-échantillons. La face de l'échantillon plaquée contre la plaque d'époxy est préalablement enduite de laque d'argent en deux bandes parallèles (Fig.3.5-c) pour assurer un bon contact électrique sur les pattes de cuivre imprimées sur la face inférieure du porte-échantillons. La tension aux bornes de l'échantillon est mesurée par le nanovoltmètre à travers ces deux contacts notés A et B sur la figure 3.5-b. Les deux autres contacts du porte-échantillons, notés C et D sur la figure 3.6-b sont reliés aux deux faces latérales de l'échantillon par l'intermédiaire de fils de cuivre plaqués contre ces faces à l'aide de laque d'Argent. Ces derniers contacts servent à l'injection du courant dans la céramique. La plaque d'époxy est ensuite fixée sur la tête froide à l'aide de quatre vis (cf figure 3.5-d). L'échantillon se trouve alors entre le porte-échantillons et la tête froide du cryostat, ce qui assure une thermalisation très efficace et rapide. Le contact entre la tête et l'échantillon est réalisé à l'aide d'une graisse qui les isole électriquement tout en assurant un bon contact thermique. Les fils de mesure de tension et d'amenée de courant (Cuivre OFHC gainé Téflon) sont soigneusement enroulés autour de la tête froide et du corps du cryostat afin d'assurer une meilleure thermalisation et donc de minimiser les effets thermoélectriques. A l'extérieur du cryostat, le connecteur est placé dans un boîtier métallique pour éviter les parasites électromagnétiques.



3.2.4) Protocole de mesures.

Le champ magnétique et la température sont préalablement fixés par le programme, qui effectue alors un balayage en courant. A chaque valeur de courant, le système effectue une dizaine de mesures de tension (paramètre saisi au clavier par l'opérateur en début de programme) et stocke l'ensemble des données dans un fichier (cf Annexe A-1). Le courant injecté est au maximum de 100 mA et croit par pas de 0.01 à 1 mA. La taille typique des grains constituant la céramique étant de l'ordre de 10 mm, la valeur maximale de la densité de courants injectée dans un grain est de 10^5 A.cm^{-2} . Le champ magnétique et la température sont incrémentés dans le sens croissant. Pour chaque point de température, le temps de stabilisation, c'est-à-dire le temps s'écoulant entre le moment où la température cible est atteinte et le moment où la première mesure est faite, est de l'ordre de deux minutes; ce délai permet d'obtenir une bonne stabilité en température. On mesure ainsi la caractéristique courant-tension à température et à champ magnétique fixés. Pour nos expériences la stabilité en température était de $\Delta T = \pm 2.5 \cdot 10^{-2}$ Kelvins. La précision des mesures de tension est de l'ordre de 20 à 50 10^{-9} Volts et la précision sur les mesures de résistance est inférieure à une dizaine de microohms (incertitude statistique).

3.3) Mesures de susceptibilité AC.

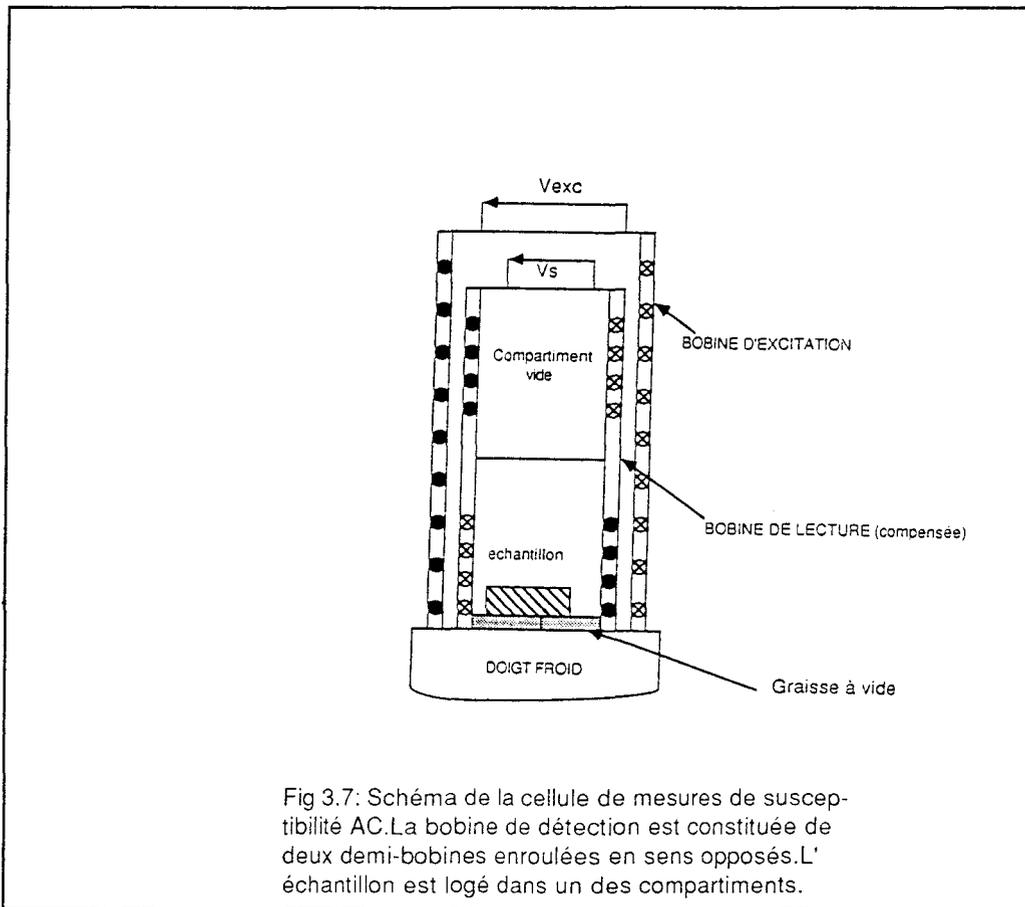
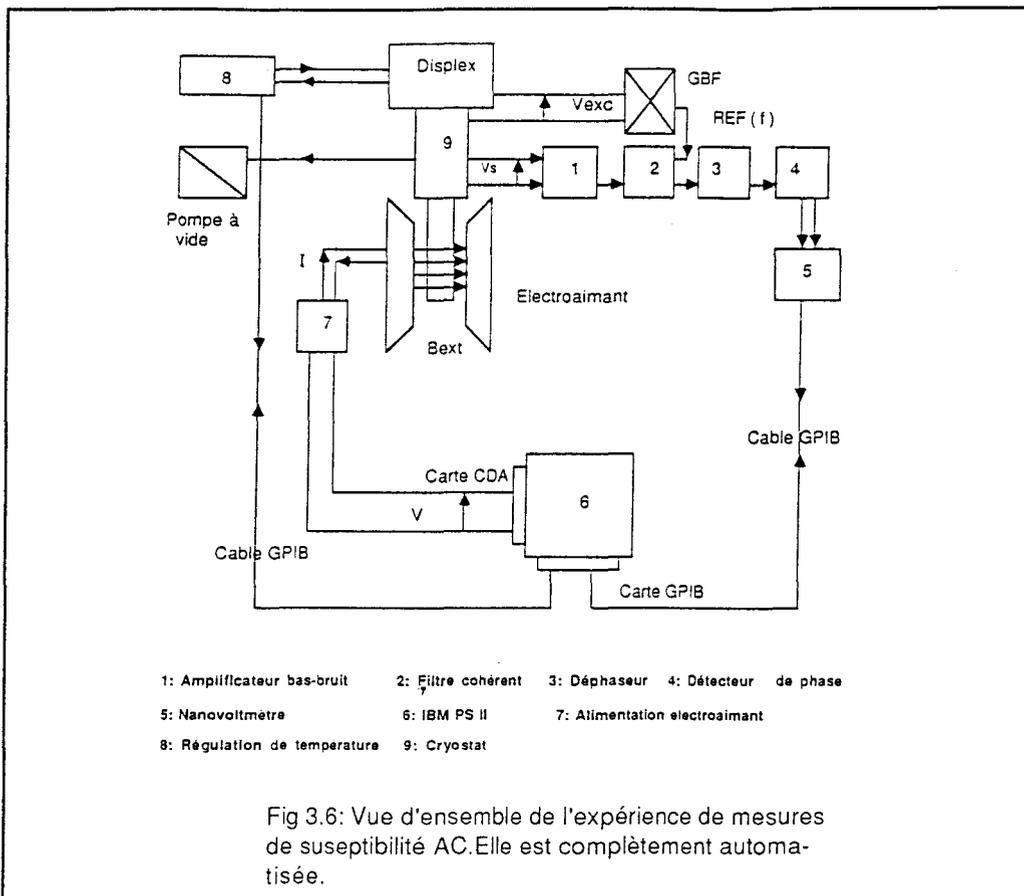
Je vais présenter dans ce paragraphe les techniques de mesures de susceptibilité magnétique en alternatif effectuées sur les céramiques du composé Bi:2223. Ces mesures permettent de déterminer la température critique avec une bonne précision ainsi que la largeur de transition en champ magnétique extérieur nul propre aux systèmes granulaires. Le montage utilisé reprend largement celui présenté dans le paragraphe précédent, seuls les appareils de mesures électriques et le porte-échantillons sont modifiés.

3.3.1) Dispositif de mesures et porte-échantillons.

La figure 3.6 présente une vue synoptique du montage expérimental. Il est constitué, outre l'appareillage cryogénique que nous avons déjà présenté dans le premier paragraphe, d'un nanovoltmètre Keithley 181, d'un analyseur à détection synchrone et d'un générateur basses fréquences. L'analyseur à détection synchrone compte quatre étages:

- L'étage d'entrée ou amplificateur bas-bruit. Sa fonction est d'amplifier le signal expérimental recueilli en sortie de la cellule expérimentale tout en réduisant le bruit dont celui-ci est affecté.

- Un filtre cohérent. Il s'agit d'un filtre à bande très étroite (au maximum trois Hertz) qui travaille autour de la fréquence d'excitation du système et permis de filtrer le bruit résiduel en sortie du premier étage de façon très efficace. Il possède une deuxième fonction qui consiste en



la génération d'un signal carré de même fréquence que le signal analysé appelé signal de démodulation.

-Le troisième étage est le déphaseur permettant d'agir sur le déphasage du signal étudié par rapport au signal d'excitation. Cet étage permet de déterminer la composante en phase (partie réelle) et la composante en quadrature (partie imaginaire) de la susceptibilité A.C.

-Enfin le dernier étage est le détecteur de phase donnant en sortie une tension continue qui dépend de l'amplitude du signal étudié et du déphasage déjà cité. Cet étage mesure la valeur moyenne du produit du signal d'entrée et du signal de démodulation. Cette valeur moyenne contient l'information physique (susceptibilité) concernant le système étudié.

Les variations de la susceptibilité en fonction de la température sont mesurées à l'aide d'un système de deux bobines emboîtées à l'intérieur desquelles est placé l'échantillon. L'ensemble des appareils de mesures est placé sous le contrôle d'un ordinateur hôte IBM PS-II. La cellule expérimentale est schématisée sur la figure 3.7. Elle est constituée d'une bobine extérieure ou bobine d'excitation de diamètre 20 mm (diamètre du doigt froid). Cette bobine est constituée d'une quarantaine de spires jointives réparties sur une longueur de 10 mm. La bobine intérieure est scindée en deux demi-bobines présentant le même nombre de spires (une dizaine) mais enroulées en sens opposés (bobine compensée). La compensation permet d'obtenir une tension nulle lorsqu'aucun échantillon n'est présent. La bobine intérieure peut à l'aide d'un système à vis coulisser le long de l'axe commun de celles-ci. Ce système de glissement offre la possibilité de corriger géométriquement la compensation des demi-bobines montées en opposition. L'une de ces demi-bobines est vide, ce pendant que l'autre contient l'échantillon (cf figure 3.7). La tension aux bornes de la bobine intérieure ne contient alors que la contribution de l'échantillon (du fait de la compensation). Cette tension est appliquée à l'entrée de la détection synchrone puis analysée. La sortie continue de la détection synchrone qui ne contient pas d'interface GPIB est lue à l'aide du nanovoltmètre qui, lui en contient une.

3.3.2) Protocole de mesures et précautions expérimentales.

La susceptibilité magnétique en alternatif a été mesurée dans l'intervalle de température allant de 30 à 170 K. L'échantillon est excité à une fréquence de 500 Hz, l'amplitude de la tension excitatrice étant de 3 Volts. Dans ces conditions, le champ magnétique alternatif créé par la bobine d'excitation a une amplitude de l'ordre de $B_0=75$ Gauss. La courbe de susceptibilité est relevée à température croissante. Lorsque la température cible est atteinte et stable, le nanovoltmètre effectue une cinquantaine de lectures de la tension en sortie du détecteur de phase, dont l'ordinateur détermine la valeur moyenne et l'écart quadratique. Le système répète ce processus pour chaque point de température. Notons enfin qu'il est préférable de travailler à basses fréquences puisque la ligne d'irréversibilité est déplacée d'autant plus vers les basses températures que la fréquence d'excitation est plus grande (Réf. 6).

3.4) Présentation du dispositif de mesures magnétiques en continu.

3.4.1) Description du dispositif.

Les propriétés magnétiques de nos échantillons ont été étudiées sur un magnétomètre continu à **S.Q.U.I.D.**, modèle MPMS-5, commercialisé par la société Quantum Design. Ce système permet de mesurer la composante longitudinale de l'aimantation en mesurant les variations de flux induites dans une bobine de détection par le moment magnétique de l'échantillon.

La figure 3.8 donne une vue schématique des principaux éléments constituant le système. L'élément de droite est le bâti qui contient:

- Un Dewar à hélium liquide de 56 litres, découplé mécaniquement du bâti. Il permet de refroidir la bobine supraconductrice, le squid et l'échantillon qui est placé au bout d'une longue tige métallique souple permettant de le positionner au centre de la bobine supraconductrice. Le taux journalier de perte d'hélium liquide est de 5 à 6 litres par jour. Un transfert est donc nécessaire chaque semaine si l'on veut maintenir le système à froid.

- Une colonne (visible sur la partie gauche de la figure) supportant la bobine supraconductrice ainsi que le "squid" unijonction situé sur la partie la plus basse. La bobine supraconductrice délivre des champs magnétiques allant de 0 à 5.5 Teslas. La colonne est percée d'un tube central cylindrique dans lequel vient coulisser la tige porte-échantillons.

Le refroidissement de l'échantillon se fait par la circulation d'hélium gazeux obtenu par pompage sur le bain. Le flux d'Hélium gazeux ainsi obtenu n'atteint pas directement l'échantillon mais circule dans un espace annulaire entourant la chambre expérimentale dans laquelle règne le vide. La plage de températures de travail s'étend de 2 K à 400 K. La stabilité en température est au minimum de $\Delta T = 5 \cdot 10^{-3}$ K dans tout le volume où l'échantillon se déplace. La sensibilité du Squid est au plus de l'ordre de $\Delta M = 10^{-7}$ EMU. Le système dont nous disposons ne permet la mesure que de la composante longitudinale de l'aimantation. L'échantillon est fixé sur une tige mobile et déplacé verticalement à travers un système de deux bobines de mesures dont la configuration est représentée sur la figure 3.9. Cette configuration particulière, dite du gradiomètre, permet en principe de compenser la contribution du porte-échantillons. Lorsque l'échantillon traverse le plan des bobines de mesures, un courant y est induit. La tension aux bornes de la jonction fournit alors un signal comprenant la variation d'inductance de la boucle de mesures en présence de l'échantillon, qui après traitement informatique permet de déterminer le moment magnétique de l'échantillon. L'évolution de ce signal en fonction de la distance aux bobines de détection pendant l'extraction est présenté sur la figure 3.10.

Avant toute mesure, il est nécessaire de centrer l'échantillon dans la chambre expérimentale. Cette procédure, contrôlée par l'ordinateur permet de positionner l'échantillon dans la bobine supraconductrice de façon que le signal de sortie du Squid soit maximal.

Le schéma fonctionnel du système de mesures est donné sur la figure 3.11. L'ensemble du système est placé sous le contrôle d'un ordinateur HP Vectra QS-20 régissant les échanges

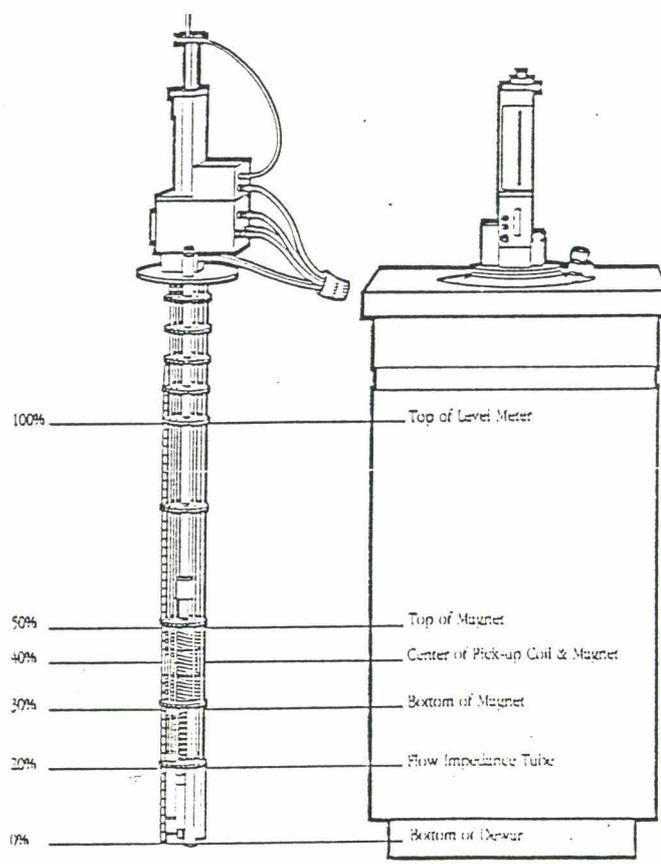


Fig. 3.8: Vue schématique des éléments constituant le susceptomètre continu à SQUID .

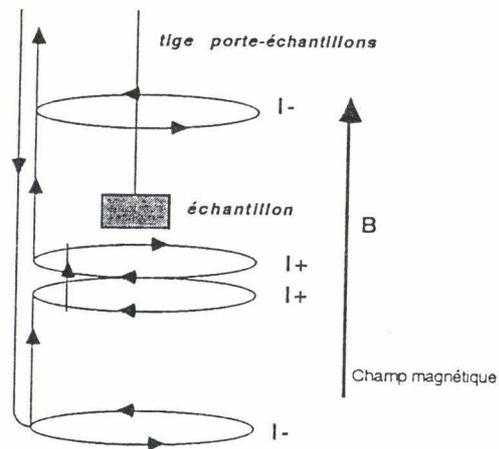


Fig.3.9: Au cours de la mesure l'échantillon est déplacé à travers un système de bobines de détection montées selon la configuration du gradiomètre (compensation).

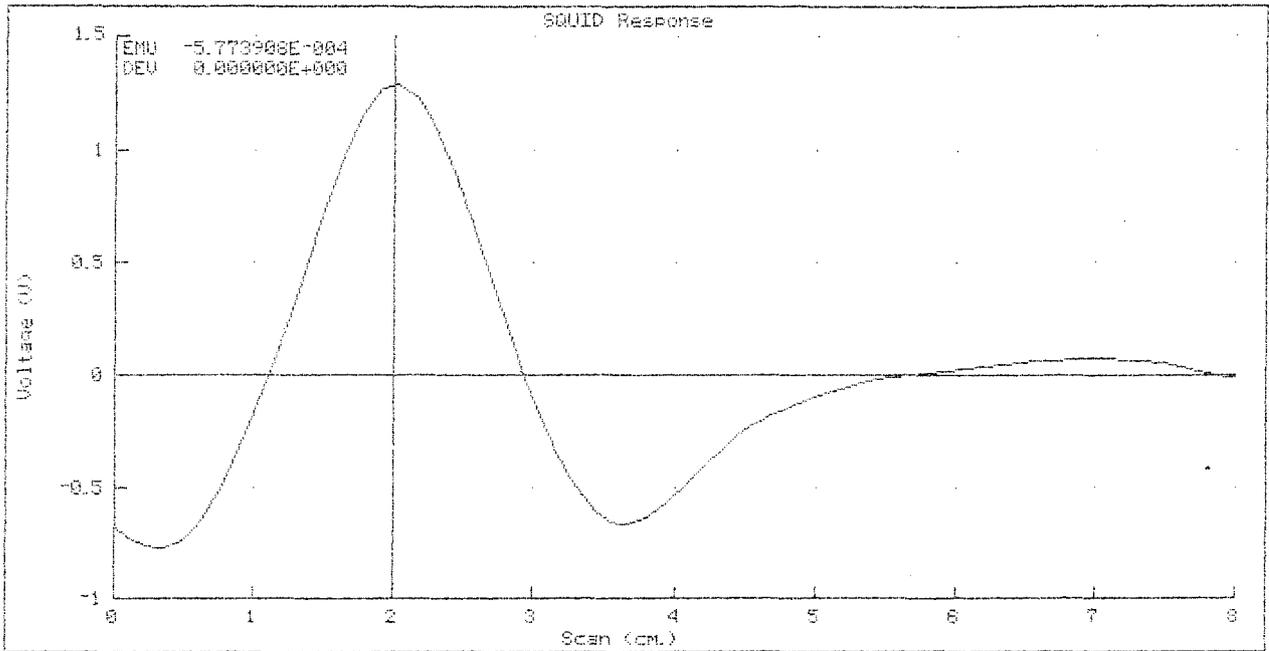


Fig.3.10: Courbe typique d'extraction sur Squid donnant l'évolution du signal aux bornes du Squid en fonction du déplacement de l'échantillon.

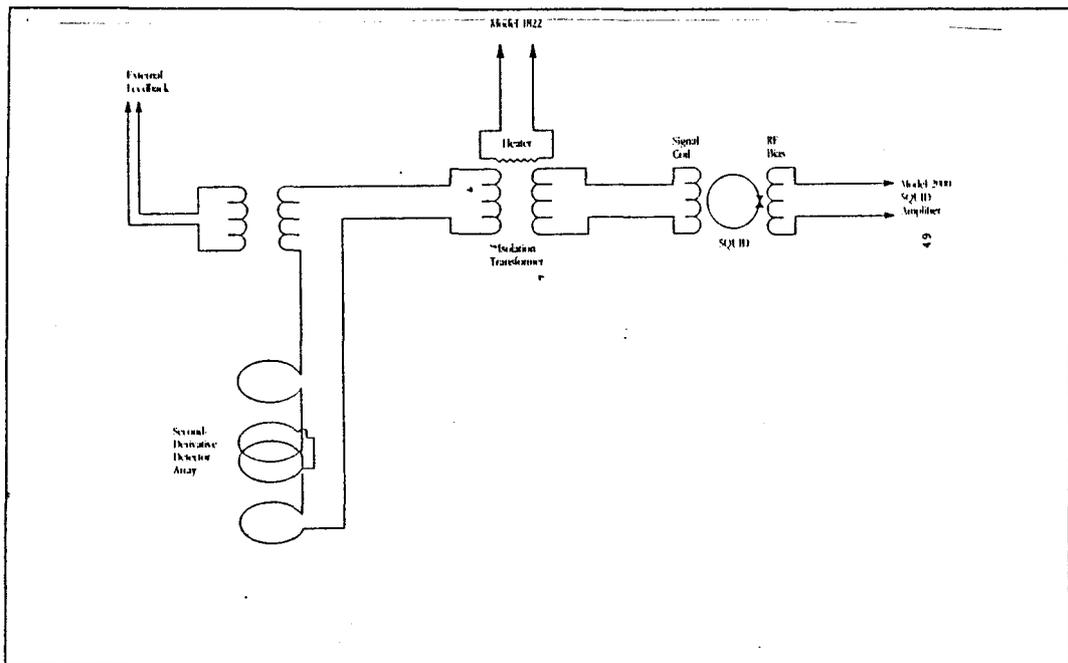


Fig.3.11: Schéma fonctionnel du système de mesures magnétiques montrant les bobines de détection compensées ainsi que le circuit d'acheminement du courant induit vers la jonction (Squid).

avec les appareils de mesures conformément au protocole GPIB, le programme contrôlant l'expérience étant saisi préalablement par l'opérateur.

3.4.2) Précautions expérimentales et inconvénients du système à Squid.

Outre la définition des intervalles de variation des champs magnétiques et température, la saisie informatique préalable à toute mesure faite sur le SQUID, permet de fixer la valeur de la **longueur de balayage** et du **nombre d'extractions** à effectuer pour chaque point expérimental. Le moment magnétique est moyenné sur le nombre d'extractions. La mesure sera d'autant plus précise que ce nombre est grand. Toutefois, la durée de la mesure augmente avec ce paramètre. Ceci limite les possibilités de mesures de relaxation rapides d'aimantation. Le choix de la longueur de balayage est important. Elle représente l'amplitude maximale du déplacement de l'échantillon par rapport aux bobines de détection. Ce déplacement est au maximum de 12 cm, soit 6 cm de part et d'autre du plan des bobines de détection. Si l'on effectue des mesures sur un échantillon supraconducteur ou fortement hystérétique, il est important que celui-ci se déplace dans une zone où le gradient de champ magnétique est le plus faible possible. Dans le cas d'échantillons supraconducteurs de type II, l'inhomogénéité de champ magnétique peut engendrer, au cours de l'extraction, une variation de la densité de vortex qui conduit à des modifications du champ dans l'échantillon ou encore à un déplacement des champs d'irréversibilité. Lors du déplacement, l'échantillon subit un cyclage magnétique entre les valeurs de champ $B_0 - \Delta B$ et $B_0 + \Delta B$, où $2 \cdot \Delta B$ est la variation de champ sur la longueur de balayage. L'hystérésis des échantillons qui est due à l'ancrage des vortex sur les défauts engendre alors un décalage du moment magnétique.

Estimation de l'incertitude sur le moment magnétique:

De façon plus précise, nous pouvons estimer la correction au moment magnétique provenant de l'inhomogénéité de champ. La géométrie du système étant schématisée sur la figure 3.12 et en appelant z la position de l'échantillon par rapport au plan des bobines de mesures, la distribution de champ magnétique le long de l'axe Oz s'écrit lorsque les brins supraconducteurs sont parcourus par une densité de courants J_0 :

$$B(z) = \mu_0 \frac{J_0}{2} \int_a^b \rho^2 [\Phi(\rho, L/2 - z) - \Phi(\rho, -L/2 - z)] d\rho \quad (1)$$

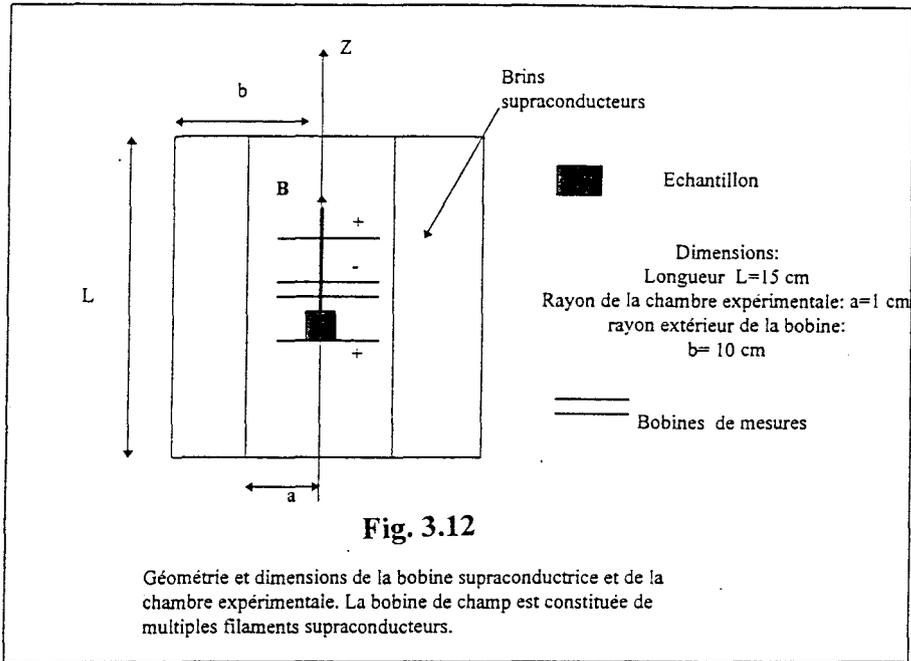
où l'on a posé:

$$\Phi(\rho, X) = \int_0^X \frac{du}{(u^2 + \rho^2)^{3/2}} \quad (2)$$

Dans la formule (1), a désigne le rayon de la chambre expérimentale et b le rayon externe de la bobine. En notant que la longueur de balayage l reste toujours faible devant la longueur L de la bobine (figure 3.12), c'est-à-dire que la position z de l'échantillon est petite devant L , on obtient:

$$B(z) \approx \mu_0 \frac{J_0}{2} g(a, b, L) [1 - \beta z^2] = B_0 (1 - \beta z^2) \quad (3)$$

où B_0 désigne la valeur du champ appliqué au centre de la bobine, g un facteur dépendant des dimensions et de la géométrie de la bobine et b , homogène à l'inverse du carré d'une longueur, dépend également des dimensions du système.



On déduit immédiatement de ces expressions la valeur du moment magnétique de l'échantillon à la cote z :

$$M(B(z)) \approx M(B_0) - \beta B_0 z^2 \left(\frac{dM}{dB} \right)_{B_0} \quad (4)$$

L'erreur introduite sur la détermination du moment magnétique de l'échantillon au cours d'une extraction (i.e. subissant une course d'amplitude 2.l le long de Oz), lorsque l'on considère le champ appliqué comme homogène est donc:

$$\Delta m = |m(z = \pm l) - m(z = 0)| = \beta \cdot B_0 l^2 |\chi_d| V = |B(\pm l) - B(0)| |\chi_d| V$$

avec: $\chi_d = \left(\frac{dM}{dB} \right)_{B_0}$ (5)

où V est le volume de l'échantillon, et χ_d la susceptibilité différentielle en champ homogène qui est bien sûr une fonction du champ appliqué B_0 et de la température au même titre que l'aimantation M . Si l'on réexprime (5) à l'aide de "l'inhomogénéité" $\Delta B/B_0 = (B(l) - B(0))/B(0)$, on en déduit l'erreur relative:

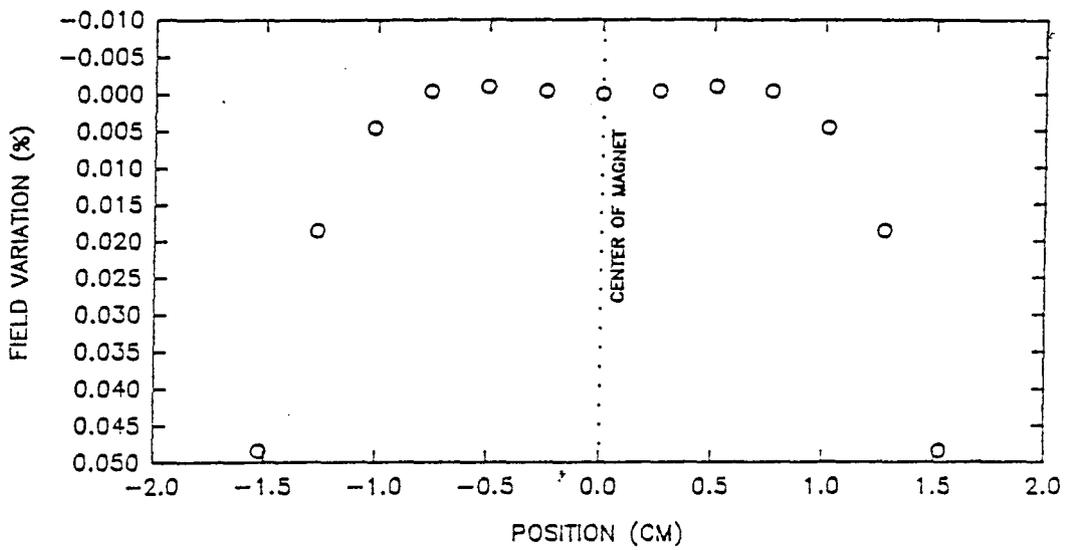


Fig.3.13: Evolution de l'inhomogénéité de champ magnétique en fonction de la distance au centre de la bobine supraconductrice. En fait, les variations spatiales du champ magnétique dépendent de la valeur du champ appliqué.

$$\frac{\Delta m}{m} \approx \frac{|\Delta B|}{B_0} \left| \left(\frac{dL_n M}{dL_n B} \right)_{B_0} \right| \quad (6)$$

Pour un supraconducteur de type II à l'équilibre, la susceptibilité χ_d (ou le rapport $dL_n M/dL_n B$) diminue en valeur absolue aux fortes valeurs de champ (du fait de la présence de vortex dans l'échantillon) et est maximale égale à -1 aux faibles champs (Effet Meissner), de sorte que l'erreur relative (6) est majorée par $\Delta B/B$. On notera toutefois que dans l'état fortement hystérétique, du fait du microcyclage autour de chaque point de mesure, le facteur χ_d peut devenir très important et engendrer une erreur plus forte. Dans tous les cas de figures, l'erreur sur le moment magnétique augmente avec l'inhomogénéité de champ magnétique qui elle-même augmente avec la longueur de balayage l . L'évolution de l'inhomogénéité du champ en fonction de l se déduit de la carte de champ magnétique du dispositif représentée sur la figure 3.13. Ainsi par exemple, une longueur de balayage de **2 cm** correspond à une variation relative du champ magnétique de **4.10^{-5}** , de **0.2%** pour une longueur de balayage de **4 cm** et passe à **5.8 %** pour **$l=8$ cm**. L'erreur est donc multipliée par trente lorsque l'on double la longueur de balayage. De façon plus générale $\Delta B/B$, et donc $\Delta m/m$, augmente avec la cinquième puissance de l , comme on peut le voir sur les figures 3.14-a et -b. On a donc tout intérêt à choisir une longueur d'extraction la plus faible possible pour que l'inhomogénéité de champ $\Delta B/B_0$ soit également faible. Toutes nos mesures ont été effectuées pour une longueur de balayage de 4 cm, qui est la valeur conseillée par le constructeur. Le choix de plus faibles longueurs de balayage ne permet pas de minimiser l'erreur. En effet, dans ces conditions, l'analyse que nous venons d'exposer ne s'applique plus. Aux faibles distances, l'échantillon vu des bobines n'apparaît plus comme "ponctuel", de sorte que l'algorithme de détermination du moment magnétique devient lui-même caduque et engendre des erreurs de mesures importantes que nous allons maintenant examiner brièvement.

Influence de la taille des échantillons.

La taille des échantillons est un facteur important. La tension aux bornes du Squid dépend en effet à la fois des caractéristiques géométriques des bobines de détection mais aussi de la géométrie et des dimensions des échantillons. L'échantillon doit être assez grand pour que le signal soit mesurable mais aussi assez petit pour que le champ ressenti par celui-ci soit homogène. La figure 3.15-a représente le flux maximum détecté en fonction du rapport l/r de la longueur au rayon d'un échantillon cylindrique. La figure 3.15-b donne les variations de ce maximum en fonction d'un facteur géométrique associé aux bobines de détection. On peut conclure de ces figures (tirées de la référence 1) que les rapports l/r faibles sont préférables puisqu'ils correspondent à des valeurs importantes des signaux en sortie du Squid. De même, les bobines de détection doivent avoir un rayon important et une longueur la plus faible possible⁷ (bobines quasi-plates). A la limite des bobines "infinies" le signal ne dépend plus du rapport géométrique b/a de la longueur de la bobine à son rayon. L'algorithme de détermination du moment magnétique n'étant valide que pour des échantillons de faibles dimensions, ils sont contenus dans des capsules de gélatine de forme oblongue afin de restreindre leur taille.

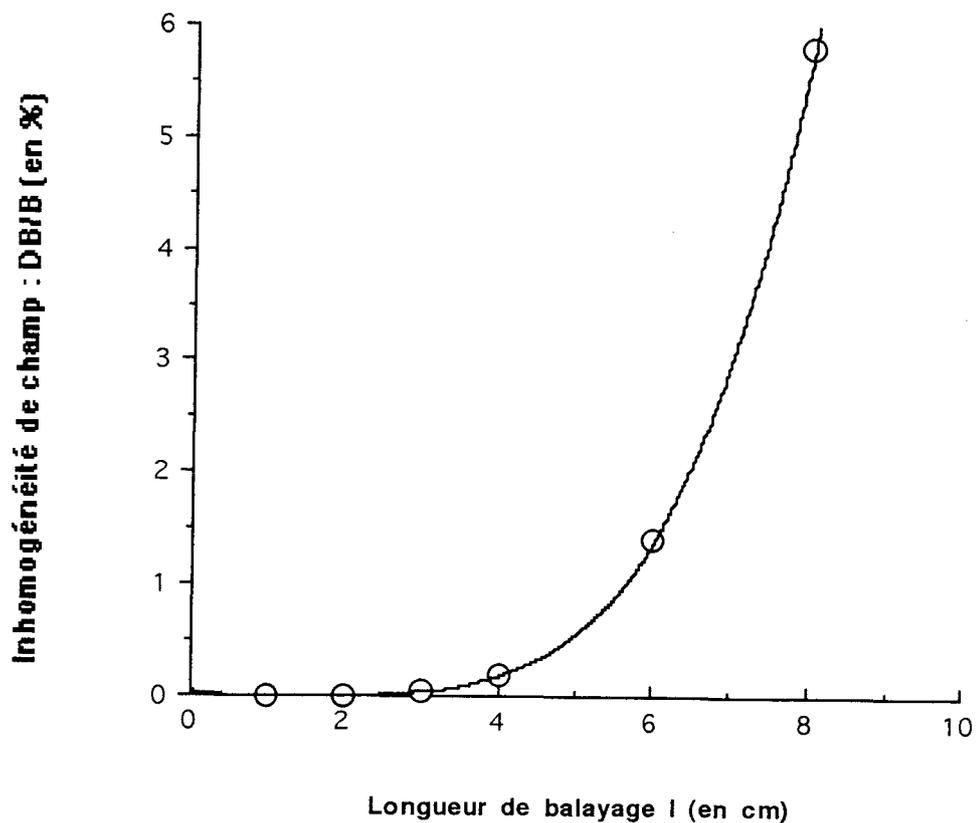
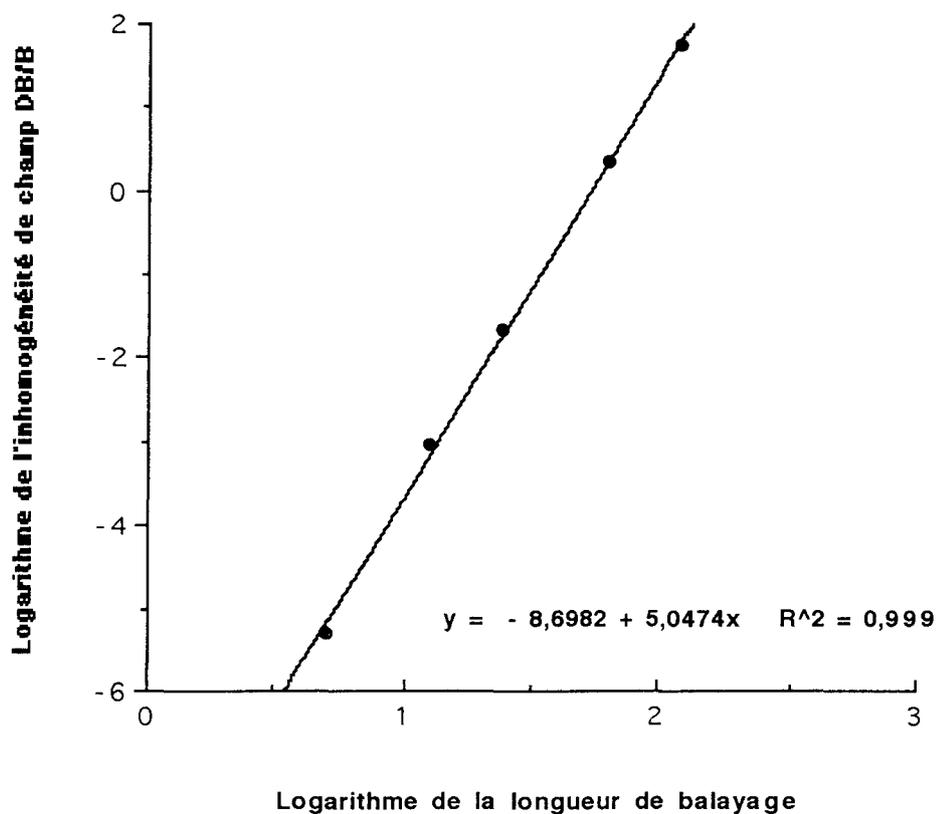
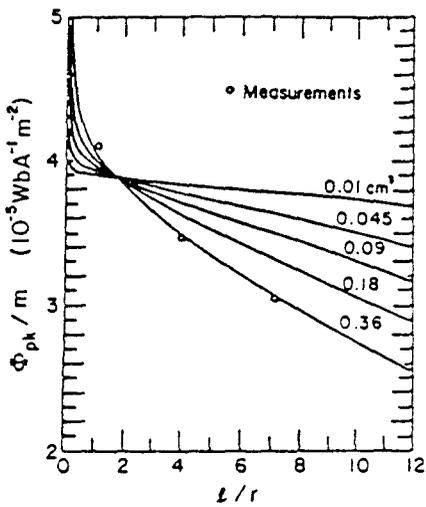


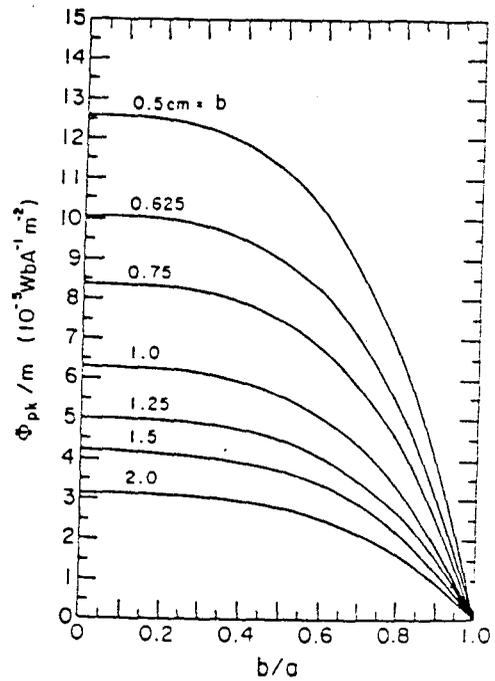
Fig.3.14: a- Dépendance de l'inhomogénéité de champ $\Delta B/B$ (ici en %) en fonction de la longueur de balayage. On notera la variation abrupte au-delà de $l=5$ cm



b-Tracé Log-Log de l'inhomogénéité de champ en fonction de l, indiquant que celle-ci varie comme la puissance cinquième de l: $\Delta B/B = 1.84 \cdot 10^{-4} L^5$.



a



b

Fig.3.15: Effets de la géométrie de l'échantillon sur le signal de sortie maximum du Squid Φ . Ici un échantillon cylindrique (Courbes tirées de la Référence 7, Ostermann et al):
a-Influence du rapport l/r de la longueur de l'échantillon à son rayon sur le signal de sortie.
b-Influence du rapport b/a de la longueur de la bobine de détection à son rayon sur le signal de sortie di squid. Le signal est d'autant plus important que la longueur b est faible et que le rayon a est grand (limite des bobines quasi-plates).

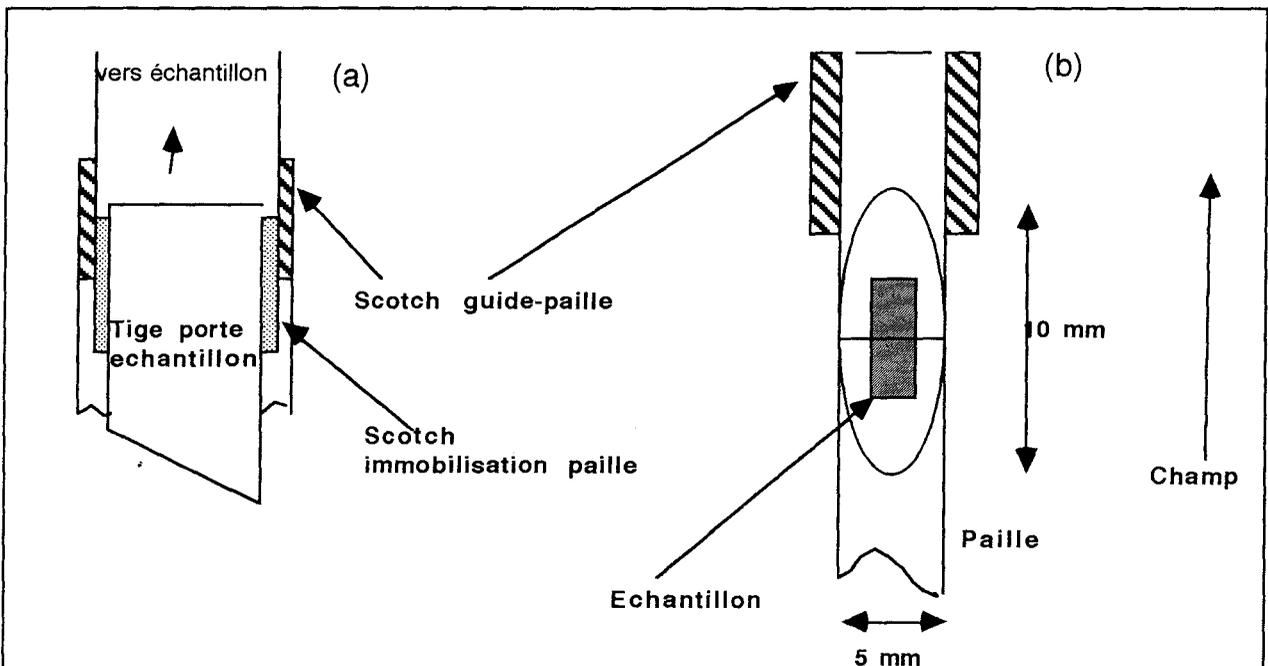


Fig. 3.16

- a: Schéma illustrant la technique utilisée pour immobiliser la paille sur la tige porte-échantillons.
- b: Positionnement et immobilisation de la capsule contenant l'échantillon dans la paille. L'échantillon au repos est au centre de la bobine supraconductrice.

3.4.3) Préparation et positionnement des porte-échantillons.

3.4.3.1) Préparation des porte-échantillons.

L'échantillon, à l'intérieur d'une capsule de plastique de longueur 10 mm et diamètre 5 mm, est placé dans la partie basse d'une "paille" (cylindre de diamètre 5 mm). La capsule est immobilisée afin d'éviter tout déplacement intempestif de celle-ci lors des procédures d'extraction. La paille est fixée sur la tige porte-échantillons comme l'indique la figure 3.16. Les mesures sur les céramiques 2223 ne requièrent aucune préparation particulière. Celle-ci est immobilisée simplement dans la capsule.

Les mesures sur les poudres 2223, dont l'objectif est de mettre en évidence les seuls processus intragranulaires, nécessitent une préparation particulière. La céramique est broyée dans un creuset en agathe (i.e. non magnétique) pour être incorporée dans une matrice de paraffine. La paraffine est ensuite ramollie par chauffage. On incorpore dans cette pâte les microcristallites obtenues après broyage selon un coefficient de remplissage en volume $c=1.8\%$. Pour obtenir une **dispersion** des grains dans la paraffine la plus homogène possible, le travail de la pâte est effectué selon la méthode dite "du boulanger"⁸ qui consiste à replier la pâte sur elle-même, puis à la remodeler sous forme d'une plaque plane et à recommencer l'opération plusieurs fois. Cette méthode assure une bonne homogénéité de la distribution spatiale des grains dans la paraffine. La dispersion des grains dans la paraffine et le faible coefficient de remplissage permettent de diminuer les couplages Josephson entre les grains, normalement présents dans la céramique. On ne peut éliminer complètement ces couplages parce que les grains, obtenus par broyage, ne sont pas forcément monocristallins et il peut donc persister des jonctions à l'intérieur des grains. Une interaction dipolaire magnétique entre les grains supraconducteurs peut également persister⁹. Cette interaction est bien sûr d'autant plus faible que la densité de grains est faible.

Les mesures sur les cristaux de la phase 2212 étant effectuées à la fois en champ perpendiculaire et parallèle aux plans supraconducteurs, ceux-ci ont été placés dans la capsule selon deux configurations:

- L'axe **C** des cristaux est parallèle à la tige porte-échantillons (au champ appliqué). Pour cela, les cristaux sont "collés" sur une parcelle de scotch tendue dans le plan de section droite de la capsule.

- L'axe **C** est perpendiculaire à la tige porte-échantillons. Pour cela les cristaux sont collés sur un morceau de scotch tendu le long de la plus grande dimension de la capsule oblongue.

3.4.3.2) Influence du positionnement de l'échantillon sur les mesures.

Nous allons discuter ici l'influence de la position de l'échantillon dans la paille sur les différents types de mesures effectuées. En principe, les bobines de mesure étant montées selon la configuration du gradiomètre, la position optimale de la capsule est au centre de la paille.

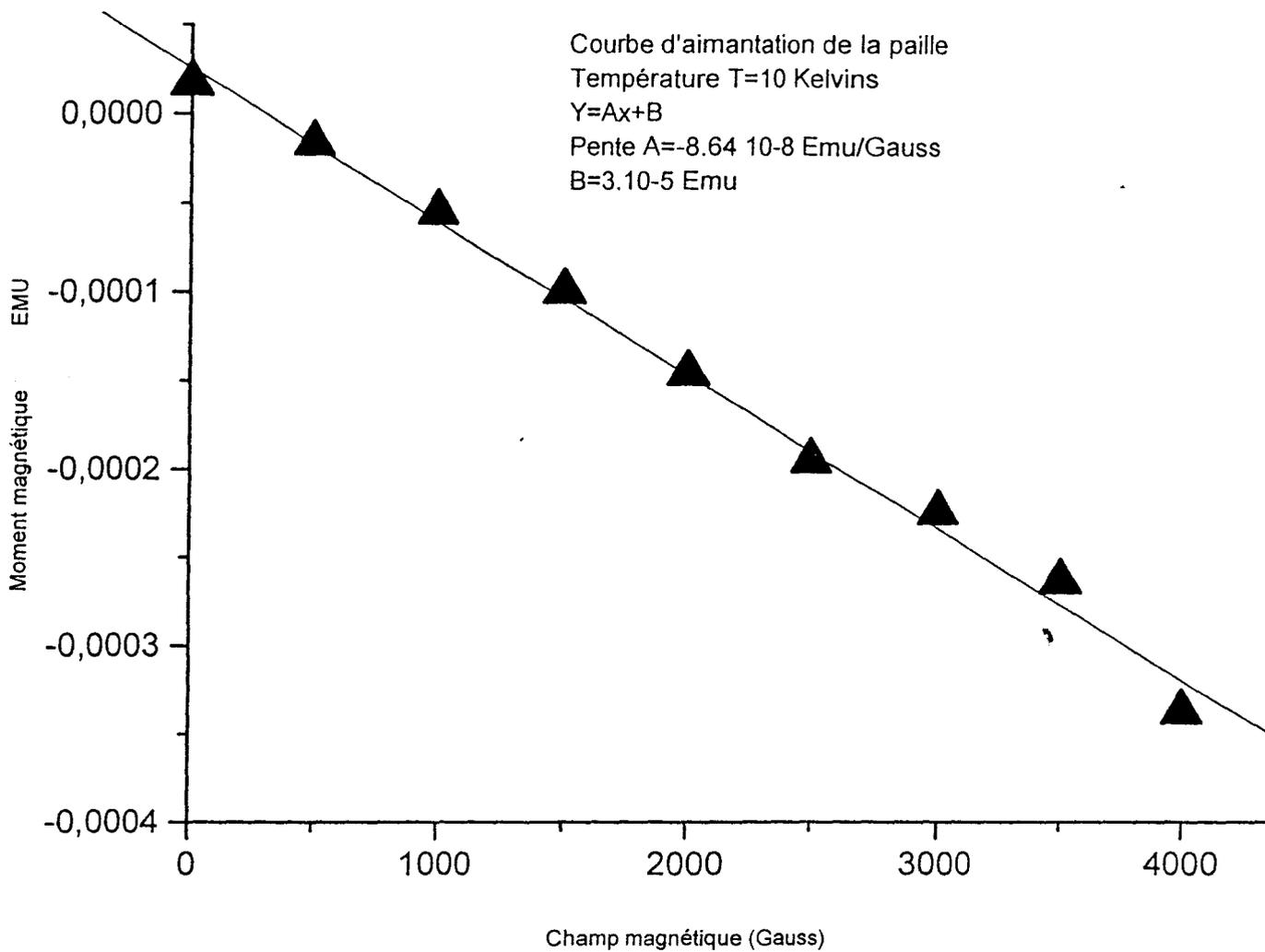


Fig.3.17: Courbe d'aimantation M en fonction du champ magnétique B pour la paille porte-échantillons relevée à T=10 K. La paille est diamagnétique.

Dans ces conditions, la contribution de la paille au moment magnétique est compensée et l'on ne mesure que la contribution de l'échantillon.

En position basse, par contre la compensation n'ayant plus lieu, il convient de comparer les amplitudes des moments de la paille (dénové \mathbf{m}_p) et de l'échantillon (dénové \mathbf{m}_s). Si l'on considère la seule réponse magnétique de la paille, le signal en sortie du Squid, proportionnel au moment total, vaut:

$$E_{Squid} \propto (m_s(T, B) + \chi_p B \Delta V) \quad (7)$$

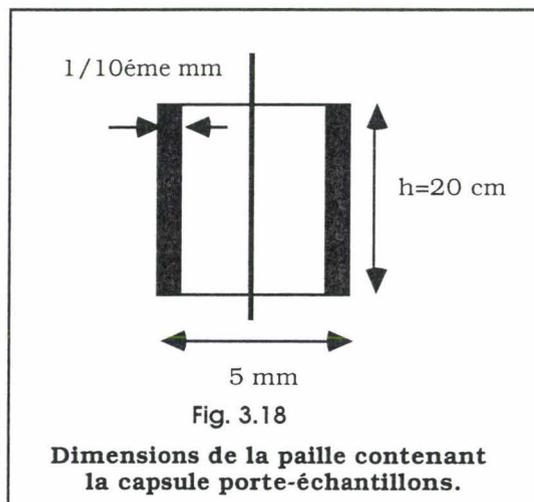
formule dans laquelle B représente le champ magnétique appliqué, ΔV la fraction non compensée du volume de la paille utilisée (géométrie visible sur la figure 3.18 ci-dessous), qui est au plus de 314 mm^3 (volume de la paille) et χ_p la susceptibilité magnétique de celle-ci. Comme le montrent les mesures de la figure 3.17 réalisées à l'aide du squid sur une capsule emplie du matériau constituant la paille et placée en position centrale, la paille est **diamagnétique** avec une susceptibilité $\chi_p = -1.4 \cdot 10^{-12} \text{ A m}^{-1} \text{ Tesla}^{-1}$. La variation relative du moment introduite par le positionnement bas de l'échantillon est donc au maximum:

$$\frac{\Delta m}{|m_s|} = |\chi_p| \frac{B}{|M_s(T, B)|} \frac{\Delta V}{V_s} \quad (8)$$

où M_s et V_s désignent respectivement l'aimantation et le volume de l'échantillon. Cette expression met clairement en évidence les facteurs expérimentaux influençant cette incertitude:

- La taille de l'échantillon qui intervient par le biais du rapport du volume de la paille à celui de l'objet considéré.

-La nature physique de l'échantillon se manifestant à la fois dans la susceptibilité et dans la dépendance en champ et en température du moment magnétique.



Pour un supraconducteur de type II fortement hystérétique (i.e. où l'ancrage des vortex est assez fort) l'aimantation m_s est élevée à basse température et à fort champ, alors qu'elle

devient très faible au voisinage de T_c^0 . Ainsi la paille peut avoir un effet quantitativement important au voisinage immédiat de T_c^0 . La taille des échantillons doit être quant à elle la plus grande possible. Les mesures sur les céramiques ou les poudres 2223 dont le volume est de l'ordre de 15 mm^3 correspondent à une incertitude qui vaut d'après (8) $\Delta m/m = 2.2 \cdot 10^{-10}$. De la même façon, les mesures portant sur les monocristaux dont le volume est de l'ordre de $1.26 \cdot 10^6 \mu\text{m}^3$ introduisent une incertitude relative de l'ordre de $3.5 \cdot 10^{-7}$. Ainsi, l'extrême faiblesse de ces valeurs indique que le positionnement de l'échantillon dans la paille n'intervient pas sauf peut-être au voisinage immédiat de T_c^0 . Les valeurs mesurées les plus faibles avec lesquelles nous avons travaillé ont par exemple été obtenues sur le monocristal Bi:2212 à 20% de plomb sous un champ de 20 G perpendiculaire aux plans et à une température telle que $T_c^0 - T / T_c^0 = 0.011$. Elle vaut $6.0 \cdot 10^{-6}$ EMU (voir le chapitre 5), i.e. est plus forte que la correction due à la paille. De plus, l'influence de la paille sur les conclusions physiques dépend du type de mesures effectuées:

- Mesures de cycles d'hystérésis à température fixée.

- Courbes d'aimantation en fonction de la température à champ magnétique fixé.

- Courbes de relaxation de l'aimantation, c'est-à-dire mesure des variations de l'aimantation au cours du temps à température et champ magnétique fixés.

L'influence de la paille sur les cycles d'hystérésis est une question importante dans la mesure où les lignes d'irréversibilité sont déterminées à partir de ceux-ci. L'influence de la paille sur les cycles intervient bien entendu au voisinage de T_c^0 . Seule la portion forts champs des cycles est déformée. Malgré cela la mesure du champ d'irréversibilité, définie par l'annulation de la composante irréversible de l'aimantation, n'en est pas affectée. En effet la paille ayant un comportement magnétiquement réversible, elle n'influencera que la composante réversible de l'aimantation.

Les mesures de relaxation de l'aimantation conduisent à des conclusions physiques qui ne seront pas entachées par la position de l'échantillon dans la paille. En effet, ces mesures étant réalisées à champ et à température constants, la présence de la paille revient à "shifter" d'une valeur constante le moment magnétique de l'échantillon, ce qui ne modifie en rien les informations sur la dynamique que révèlent les courbes de relaxation.

Les mesures d'aimantation en fonction de la température à champ fixé sont également très peu sensibles à la présence de la paille. La susceptibilité diamagnétique d'un corps varie en effet très peu avec la température. De plus, comme nous l'avons indiqué plus haut, le signal de la paille affectant la seule composante réversible de l'aimantation, c'est-à-dire celle obtenue en Field-Cooled (cf § 3.4.4), l'aimantation rémanente (ou irréversible) définie par la différence des aimantations en FC et ZFC, n'est pas sensible au positionnement de l'échantillon dans la paille.

3.4.4) Protocoles de mesures.

En ce qui concerne les cycles d'hystérésis, l'échantillon est porté à une température $T > T_c^0$ (température critique de l'échantillon) puis, en champ extérieur nul, est refroidi à la température où le cycle est mesuré (méthode de Zero-Field Cooled). Le cycle est obtenu en augmentant le

70
champ magnétique jusqu'à une valeur B_{\max} , suivi d'un ou plusieurs balayages en champ entre $+B_{\max}$ et $-B_{\max}$.

Les courbes d'aimantation en fonction de la température sont relevées de deux façons. Selon la première méthode, on porte l'échantillon à une température $T > T_C^0$ puis est refroidi en champ nul jusqu'à une température $T = T_0$ à laquelle on applique le champ magnétique. On relève ensuite la courbe d'aimantation de l'échantillon en le réchauffant (méthode dite de "Zero-Field Cooled"). La deuxième méthode consiste à appliquer le champ magnétique lorsque la température est supérieure à T_C^0 et à relever la courbe d'aimantation à température décroissante (méthode de "Field-Cooled").

Les mesures de relaxation se font à température donnée atteinte par la méthode de Zero-Field Cooled. Celle-ci étant stabilisée, le champ magnétique est appliqué soit pendant une minute puis supprimé, soit maintenu pendant toute la durée de l'expérience. Nous avons effectué des expériences de relaxation dont les durées vont de quelques minutes à quelques jours.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE 3

1: "*Influence de la substitution du bismuth par le plomb sur les conditions de formation et les caractéristiques structurales des phases supraconductrices $(Bi,Pb)_2Sr_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+4}$* ", Léo Pierre, Thèse de Doctorat Université Paris 6, Mars 1990.

2: R.Cava in "*High Temperature Superconductivity*" Ed. G.J. Müller and J. Olsen, North Holland, 560 (1988).

3: -H. Maeda et al Jap. Journal Appl. Physics **27**, 209 (1988).

-J.M. Tarascon, Y. Le Page, L.Green, B. Bagley, P. Bardoux, D.H. Wang, G. Hull, W. Mc Kinnon and M. Giroud, Phys. Rev. **B 38**, 2504 (1988).

4: L. Pierre, J. Schneck, D. Morin, J.C. Toledano, J. Primot, C. Daguet, H. Savary, Journal of Applied Physics **vol.68** (5) (1990).

5:K. El Boussiri, Thèse de doctorat de 3ème cycle, Université de Lille (1991).

6: -N.C. Yeh, Phys. Rev. **B43**, n°1 (1991).

- Ersnt H. Brandt, Phys. Rev. Letters **vol.67, 16** (1991).

7: D.P. Ostermann, S.J. Williamson, Rev. Sci. Instr.**5.4** (1983).

8:"*Entre le temps et l'éternité*", I.Prigogine et I. Stengers **Ed. Fayard**.

9:U. Gegenmüller, J. de Phys. **49**, 405 (1988).

CHAPITRE 4

CARACTERISATION DES CERAMIQUES Bi:2223 PAR MESURES DE SUSCEPTIBILITE A.C. TRANSITION DE COHERENCE

SOMMAIRE DU CHAPITRE 4

4.1) Détermination des températures caractéristiques.

4.2) Discussion des résultats expérimentaux

4.3) Analyse de la transition de cohérence.

CARACTERISATION DES CERAMIQUES BI:2223 PAR MESURES DE SUSCEPTIBILITE A.C.

La mesure de la partie réelle de la susceptibilité A.C. permet de déterminer la température d'onset du diamagnétisme et la variation de la profondeur de pénétration magnétique en fonction de la température dans le domaine de cohérence de la céramique. Cette mesure permet également de mettre en évidence la transition en deux étapes, caractéristique des céramiques SHTC.

4.1) Détermination des températures caractéristiques.

La courbe de susceptibilité $\chi'(T)$ est reportée sur la figure 4.1. La susceptibilité est approximativement constante à haute température, puis elle décroît à partir de $T_c^0=110\pm 1$ K pour atteindre une autre valeur constante dans la phase supraconductrice, en dessous de 80 K. T_c^0 est la température d'onset de l'effet Meissner. On mesure en effet la même valeur à l'aide des mesures de susceptibilité en régime continu (Voir § 6.3.1). Nous avons reporté sur la figure 4.2 la dérivée $d\chi'/dT$ de la susceptibilité en fonction de la température pour la céramique et pour la poudre du même composé. Après une première variation abrupte du signal en dessous de T_c^0 , la dérivée accuse un premier maximum à $T_1=108.5\pm 1.0$ K dans les deux cas, puis un second maximum très marqué à une température $T_2=90\pm 1.0$ K pour la céramique seulement. Enfin, en dessous de $T_3=78$ K, la dérivée s'annule. Le pic haute température s'étend entre 102 ± 2 K et 110 K alors que celui basse température est visible entre 78 K et $T_0=95$ K (température qui correspond à peu près, comme nous le verrons, à la température T_{coh} de la transition dite de cohérence du système de jonctions intergranulaires). Les largeurs à mi-hauteur de chaque pic sont de $\Delta T_1=4$ K pour le premier et de $\Delta T_2=8$ K pour le pic à basse température.

4.2) Discussion des résultats expérimentaux.

La présence des deux pics indique que la céramique, considérée comme un système de grains supraconducteurs couplés par effet Josephson, transite en deux étapes.

- Dans un premier temps, les grains transitent vers l'état supraconducteur indépendamment les uns des autres en dessous de T_c^0 . La largeur de transition correspondante (largeur du premier pic) est la largeur intrinsèque de la transition intragranulaire.

- Dans un deuxième temps, le système de grains subit à T_{coh} une transition d'un état incohérent, où les phases du paramètre d'ordre des grains sont décorréliées, vers un état cohérent où la céramique agit comme un seul milieu supraconducteur. Cette étape est

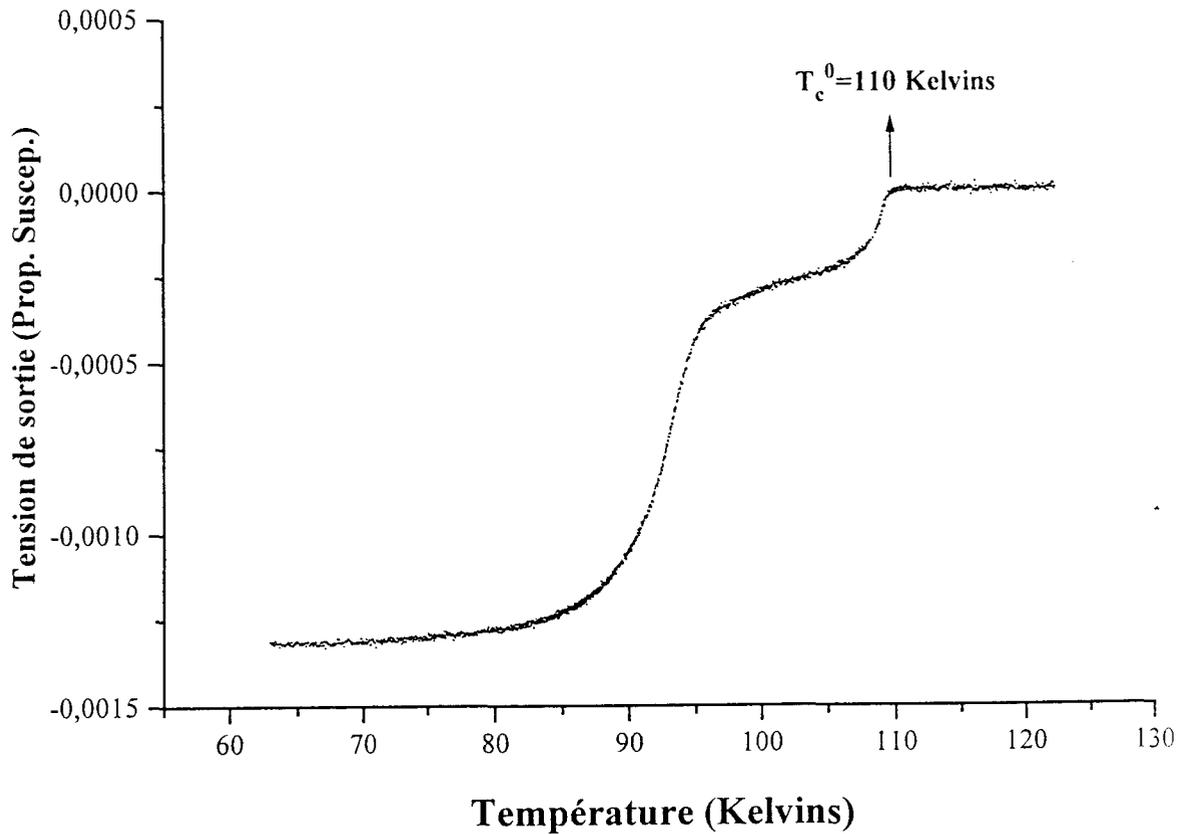


Figure 4.1

Susceptibilité A.C. (Tension de sortie) pour la céramique Bi:2223 à 20% Plomb en fonction de la température. On y distingue les deux variations abruptes caractéristiques de la transition en deux étapes des systèmes granulaires: L'une à 110 K (Onset de l'effet Meissner) et l'autre aux alentours de 95 K.

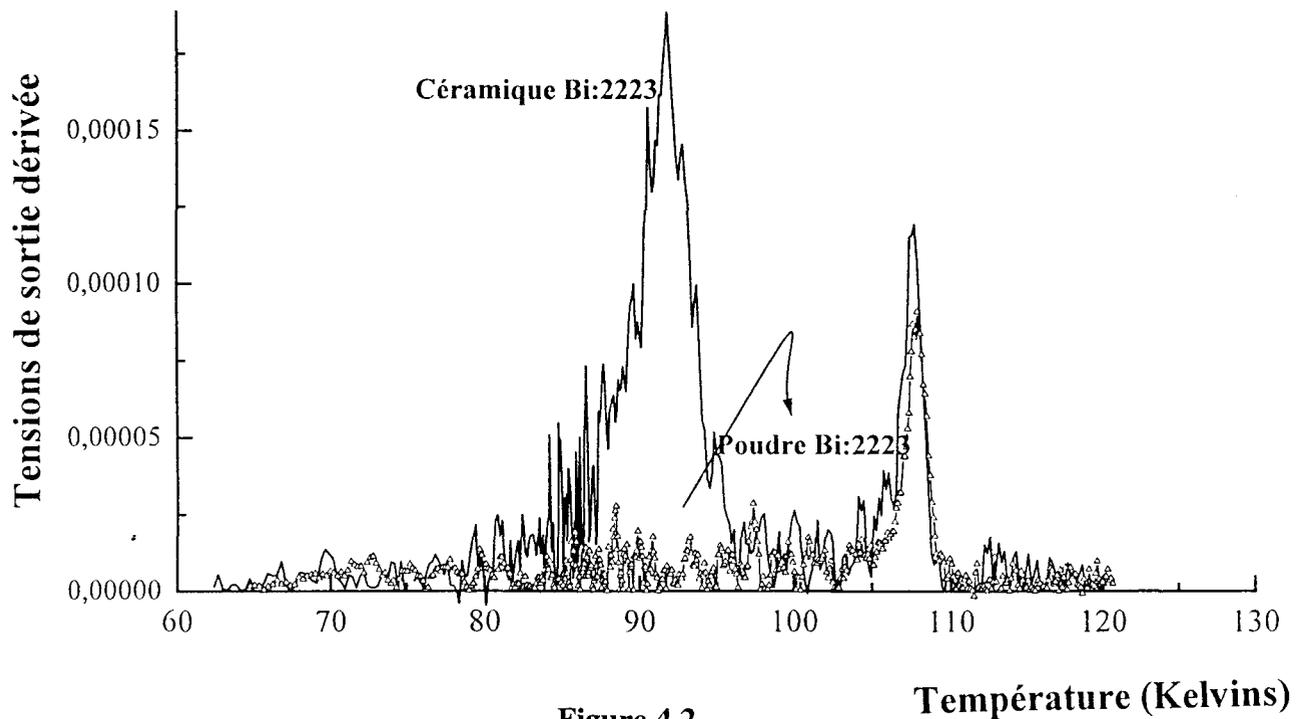


Figure 4.2

$d\chi'/dT$ pour la céramique (trait plein) et pour la poudre (triangles blancs) du composé Bi:2223 à 20% Plomb. La céramique présente deux pics dont le plus bas représente la transition de cohérence du système.

caractérisée, comme nous l'avons vu dans le §2.3.2.2, par un verrouillage des déphasages des fonctions d'onde des grains adjacents et par une expulsion des lignes de champs magnétiques encore présentes entre les grains, hors du volume de l'échantillon.

Pour finir, ajoutons que l'explication d'une transition en deux étapes par l'existence de plusieurs phases (2212 et 2223) dans notre échantillon peut être formellement rejetée. En effet, si le second pic (à basse température) représente la transition diamagnétique d'une phase « parasite », son intensité indique que cette phase est présente en proportion notable. Or ce point est incompatible avec le degré de pureté en la phase 2223 (plus de 95 %; voir la description de l'obtention des échantillons au §3.1). De plus, sur les courbes $d\chi'/dT$ en fonction de T , pour une poudre obtenue par broyage de la céramique, le pic basse température disparaît complètement. Ce fait, présenté sur les figures 4.2 et 4.3, indique sans ambiguïté l'origine intergranulaire du second pic observé sur la céramique.

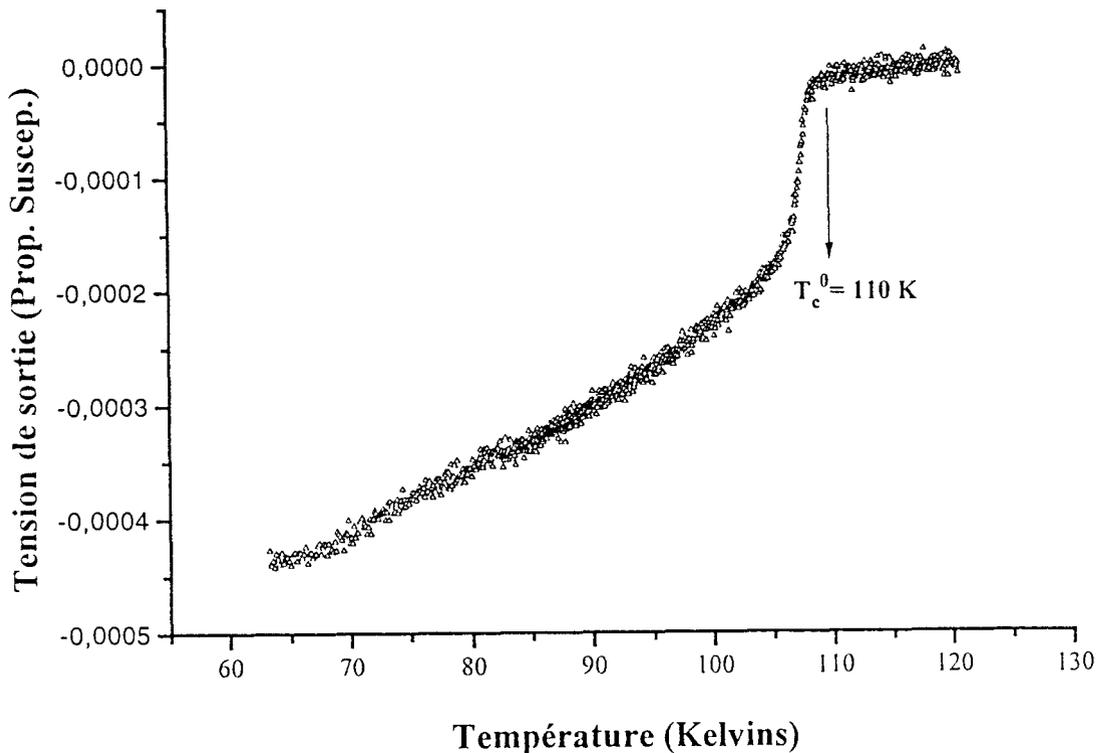


Figure 4.3.
Susceptibilité A.C. de la poudre Bi:2223 à 20% Plomb.

4.3) Analyse de la transition de cohérence.

- Rappel théorique.

La présence du pic basse température peut être décrite théoriquement à l'aide d'un modèle phénoménologique tenant compte du couplage Josephson entre les grains. Si E_{ij} désigne l'intensité du couplage Josephson entre les grains i et j , l'énergie libre du système granulaire est, dans l'approche proposée par Deutscher¹ :

$$F = \sum_i R^3 (\alpha |\Psi_i|^2 + \beta |\Psi_i|^4) + \sum_{i,j} E_{ij} R^3 |\Psi_i - \Psi_j|^2 \quad (1)$$

où R désigne le rayon typique d'un grain, le terme Ψ_i est le paramètre d'ordre supraconducteur attaché au grain i et $\alpha = \alpha_0(T - T_c^g)$ et β sont les coefficients phénoménologiques du développement de Landau de l'énergie libre. Le premier terme de cette expression décrit la transition individuelle des grains, qui, en l'absence de couplage, a lieu à T_c^g . Les grains ayant transité, le second terme contrôle les corrélations de phases intergranulaire. Lorsque le champ magnétique extérieur est très faible, Ψ est constant à l'intérieur d'un grain et adopte sa valeur d'équilibre en l'absence de jonctions : Ψ_0 . En appelant $\phi_i - \phi_j$ le déphasage entre les grains i et j et en supposant que le couplage intergranulaire a une valeur constante E_J , la formule (1) peut être réécrite:

$$F = F_1 + J \sum_{i,j} (1 - \cos(\phi_i - \phi_j)) \quad (2)$$

où F_1 correspond au premier terme de la formule (1) et où l'énergie de couplage est $J = E_J R^3 |\Psi_0|^2$. Le couplage intergranulaire a deux effets :

- Il déplace la transition individuelle des grains à une température donnée par :

$$T_c^0 = T_c^g - 2\gamma \frac{E_J}{\alpha_0} \quad (3)$$

γ désignant le nombre de voisins d'un grain.

- Il produit la transition de cohérence du système de grains se produisant à une température $T_{coh} = J/k_B$. La valeur mesurée pour $T_{coh} = 95 \pm 1$ K permet d'estimer la constante de couplage des déphasages $J = 8$ meV.

- Exposant critique associé à la profondeur de pénétration.

Dans l'état cohérent, la céramique présente un effet Meissner global² caractérisé par une profondeur de pénétration Λ_J que l'on peut déterminer à partir du terme intergranulaire de l'expression (2). Rosenblatt³ prévoit pour le comportement de Λ_J près de T_{coh} :

$$\Lambda_J \propto \left(1 - \frac{T}{T_{coh}}\right)^{-\beta} \quad (5)$$

où l'exposant critique vaut $\beta_{th}=0.68$.

La tension de sortie V_S aux bornes de la bobine de détection permet de mesurer Λ_J dans la phase cohérente. Lorsque Λ_J est petit devant la taille L de l'échantillon, le flux magnétique ϕ à travers la bobine de détection correspond à la pénétration du champ B sur une profondeur Λ_J à la périphérie de l'échantillon et vaut donc $\phi=B2\pi L \Lambda_J$. Ce qui donne une tension V_S proportionnelle à Λ_J (la valeur exacte du coefficient de proportionalité dépendant en fait de la forme de l'échantillon), correspondant à une croissance rapide de V_S lorsque T approche T_{coh} . Lorsque T devient assez proche de T_{coh} , Λ_J devient grand comparé à L et le flux devient pratiquement indépendant de T ($\phi = B \pi L^2$). La forme correspondante de la courbe V_S en fonction de T est donc sigmoïdale, et sa dérivée a la forme d'un pic, comme nous l'observons sur la figure 4.2. La limite haute température T_0 du pic correspond à une température légèrement plus basse que T_{coh} , puisque le flux est pratiquement constant avant que Λ_J diverge, et son maximum T_2 , au point où Λ_J est du même ordre de grandeur que L .

Nous pouvons estimer la valeur réelle de T_{coh} ainsi que l'exposant critique décrivant la divergence de Λ_J à T_{coh} en étudiant les variations de Λ_J au voisinage de T_{coh} . La forme précise du pic de cohérence est liée à la forme de l'échantillon en raison, entre autres, de ses effets démagnétisants, et il est impossible d'en déduire une valeur numérique de Λ_J sur toute la gamme de température jusqu'à T_{coh} . Par contre, lorsque $T < T_2$, c'est à dire lorsque $\Lambda_J < L$ on a vu que V_S est proportionnel à Λ_J , ce qui permet de déterminer précisément les variations de Λ_J avec la température (à défaut de ses valeurs numériques). Il est préférable pour cela de travailler avec la courbe dV_S/dT (Fig. 4.2). Pour obtenir l'exposant critique β de Λ_J (Eq.5) on ajuste $\text{Log}(dV_S/dT)$ avec $K-(\beta+1)\text{Log}(1-T/T_{coh})$ où les paramètres ajustables sont β , K et T_{coh} . Le meilleur ajustement est représenté sur la courbe 4.4 et correspond aux paramètres $T_{coh} = 96$ K et $\beta=0.69$. La température T_{coh} est bien, comme prévu, légèrement supérieure à $T_0=95$ K, et l'exposant critique β en bon accord avec la prédiction de Rosenblatt³. Du fait de la faible gamme de températures sur laquelle l'ajustement est réalisable et du grand nombre (3) de paramètres ajustables, il faut considérer plus cet accord quantitatif comme confirmant la pertinence de notre analyse en termes de transition de cohérence que comme un résultat en soi mesurant avec précision la température de cohérence ou validant expérimentalement la théorie de Rosenblatt.

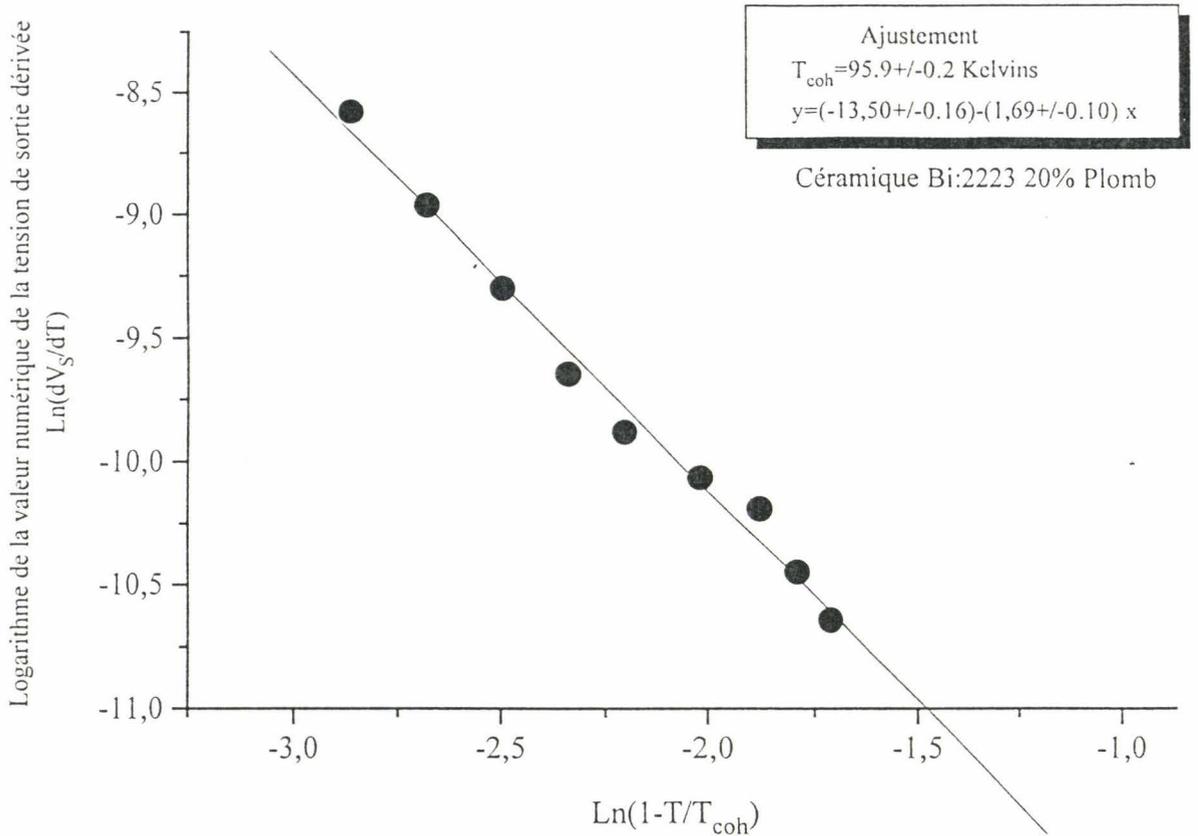


Figure 4.4.

Tracé Log-Log illustrant le résultat de l'ajustement de la dérivée de la tension de sortie sous forme d'une loi de puissance de $(1-T/T_{\text{coh}})$.

Conclusion.

Nous avons observé une transition supraconductrice se produisant dans la céramique en deux étapes bien distinctes, les processus intergranulaires se produisant à des températures plus basses que les processus intragranulaires. La température d'onset du diamagnétisme correspondant à l'apparition de la supraconductivité dans les grains se situe à 110 K alors que la cohérence intergranulaires ne se produit que vers 95 K.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE 4

- 1: G. Deutscher, Y. Imry, L. Gunther Phys. Rev. **B** 10, 4598.
- 2: M. Tinkham and C.J. Lobb Solid State Physics, 42 , 91 (1988).
- 3: J.Rosenblatt, J.P.Burin et al Phase Transitions, 30, 157 (1991).

CHAPITRE 5

PROPRIÉTÉS ÉLECTRODYNAMIQUES DES CÉRAMIQUES BI:2223.

SOMMAIRE DU CHAPITRE 5

Introduction.

5.1) Présentation des caractéristiques

- 5.1.1) Présentation des caractéristiques en champ nul.
- 5.1.2) Présentation des caractéristiques en champ non nul.
- 5.1.3) Identification des processus intergranulaires.

5.2) Propriétés électriques au voisinage de 100 K :

Observe-t-on une transition de dissociation de paires vortex-antivortex ?

- 5.2.1) Résistance en fonction de la température en champ nul.
- 5.2.2) Etude des caractéristiques en champ nul.
- 5.2.3) Résistance en fonction du champ magnétique.
- 5.2.4) Discussion.
- 5.2.5) Au delà de la transition K-T.

5.3) Courants critiques.

- 5.3.1) Position du problème sous champ.
- 5.3.2) Présentation de la méthode d'analyse.
- 5.3.3) Comparaison avec les caractéristiques expérimentales.

5.4) La ligne d'irréversibilité.

- 5.4.1) Ligne d'irréversibilité.
- 5.4.2) Discussion 1 : Phénomènes intragranulaires.
- 5.4.3) Discussion 2 : Phénomènes intergranulaires.

Conclusion.

PROPRIETES ELECTRODYNAMIQUES DES CERAMIQUES Bi:2223.

Introduction.

La tension aux bornes d'un supraconducteur de type II a pour origine le champ électrique induit¹ par le mouvement des vortex dû au courant de transport. L'origine de ces vortex peut être, soit le champ appliqué, soit le champ induit par le courant de transport, soit les fluctuations thermiques. On accède à la résistance de l'échantillon $R_L(T,B)$ par la mesure de la caractéristique courant-tension² dont la forme est influencée par la présence de défauts avec lesquels les vortex peuvent interagir³.

- Dans les SBTC il résulte de ces interactions un seuil de courant J_C en-dessous duquel les vortex ne peuvent se mouvoir, c'est-à-dire en dessous duquel la résistance est nulle. Au-delà de cette limite, les vortex échappent à l'action des défauts et l'on atteint un régime de Flux-Flow^{4,5,6} après une zone intermédiaire de flux creep.

- Dans les SHTC la situation est plus complexe en raison, entre autres, du caractère plus ou moins bidimensionnel de la plupart de ces composés et du rôle important des fluctuations thermiques. A température assez élevée, un régime linéaire est observé dans la partie bas courant des caractéristiques, conduisant à un élargissement de la transition résistive⁷. Le problème de la nature physique de ce régime reste ouvert, mais elle est certainement due au dépiégeage thermique des vortex. Son existence rend impossible une détermination directe de J_C par mesure du seuil de dissipation. A température plus basse ce régime linéaire apparaît également lorsque le champ appliqué dépasse une valeur B_{c1} dite champ «d'irréversibilité»⁸. Ce phénomène définit, dans le plan température-champ appliqué, une «ligne d'irréversibilité électrique» séparant un régime ohmique ($R_L(T,B)=0$), à forts champ et température, d'un régime non dissipatif (à bas courants), en dessous de cette ligne. Si la ligne d'irréversibilité est une ligne de transition de phase se produisant dans le système de vortex, sa position doit être définie sans ambiguïté dans le plan B-T et un vrai courant critique doit être observé au dessus de la ligne. Au contraire, si elle correspond à une ligne de désancrage thermique des vortex, sa position et la valeur du courant critique observé doivent varier indéfiniment avec la finesse des critères expérimentaux utilisés pour les définir.

Dans nos échantillons cette ligne atteint l'axe des températures aux alentours de $T_c=100$ K, soit très en dessous de la température d'onset du diamagnétisme, $T_c^0=110$ K. La largeur de transition en champ nul est donc voisine de 10 K, suggérant la présence d'un mécanisme dissipatif se produisant avant le passage du système à l'état normal. Un tel mécanisme a été observé dans de nombreux SHTC, et correspond à la transition de

dissociation des paires vortex-antivortex thermiquement excitées, expliquée théoriquement par Kosterlitz et Thouless⁹ (KT). Cette transition est caractéristique des systèmes 2D et il est naturel d'en rechercher les traces dans le composé 2223, qui est très anisotrope et possède des propriétés voisines du composé 2212 où elle a été observée^{10,11,12}, bien qu'elle ne soit pas a priori facile à identifier, en raison du caractère granulaire de nos échantillons (céramiques), et du fait que les prévisions de la théorie KT sont modifiées sur divers points par le couplage interplanaire qui joue un rôle important dans les SHTC.

Ces deux questions, de l'ancrage et de la transition de dissociation, se superposent, au moins en champ faible. Nous essayons dans ce chapitre d'éclairer ces deux points.

- Dans le premier paragraphe (5.1) nous décrivons le comportement électrique général de nos échantillons, en particulier l'évolution de la forme des caractéristiques $V(I)$ avec le champ et la température. Cette étude des courbes $V(I)$ met en évidence plusieurs courants caractéristiques qui seront discutés successivement: Courant critique, courant d'inflexion et courant de décollement. Elle complète par ailleurs la caractérisation de nos échantillons.

- Dans le paragraphe 5.2 nous analysons les portions bas courants des caractéristiques $V(I)$ afin de mettre en évidence la transition K-T. Trois points clés de la théorie K-T sont discutés et conduisent à conclure qu'une transition de dissociation est observée à $T_{KT}=100$ K, mais qu'elle présente certaines spécificités difficiles à expliquer en l'absence d'une théorie indiscutée tenant compte à la fois des fluctuations, de l'ancrage, du rôle du champ magnétique et du couplage interplans. Nous discutons également les phénomènes observés au dessus de T_{KT} et en particulier l'existence de fluctuations supraconductrices dans la phase normale sur une gamme étendue de température, et la présence d'une autre température de transition à 110 K, déterminée par les mesures magnétiques présentées aux chapitres 4 et 6.

- Dans le paragraphe 5.3, nous présentons la ligne d'irréversibilité mesurée dans le diagramme B-T. Nous confrontons nos résultats aux différentes théories expliquant la présence de cette ligne.

5.1) Présentation des caractéristiques.

Les caractéristiques courant-tension $V(I)$ ont été mesurées entre 15 et 130 K pour des valeurs de courants situées entre 0 et 100 mA, sous un champ variant de 0 à 1.5T. L'échantillon est parallélépipédique, de section 6 mm^2 , et de longueur entre les prises de tension de 5mm. Ceci correspond à des valeurs de densités de courant variant de 0 à 1.7 A/cm^2 avec une résolution maximale de $2 \cdot 10^{-4} \text{ A/cm}^2$.

5.1.1) Présentation des caractéristiques en champ nul.

On distingue sur les caractéristiques (Fig.5.1-a) deux ou trois régimes de dissipation selon la température de travail .

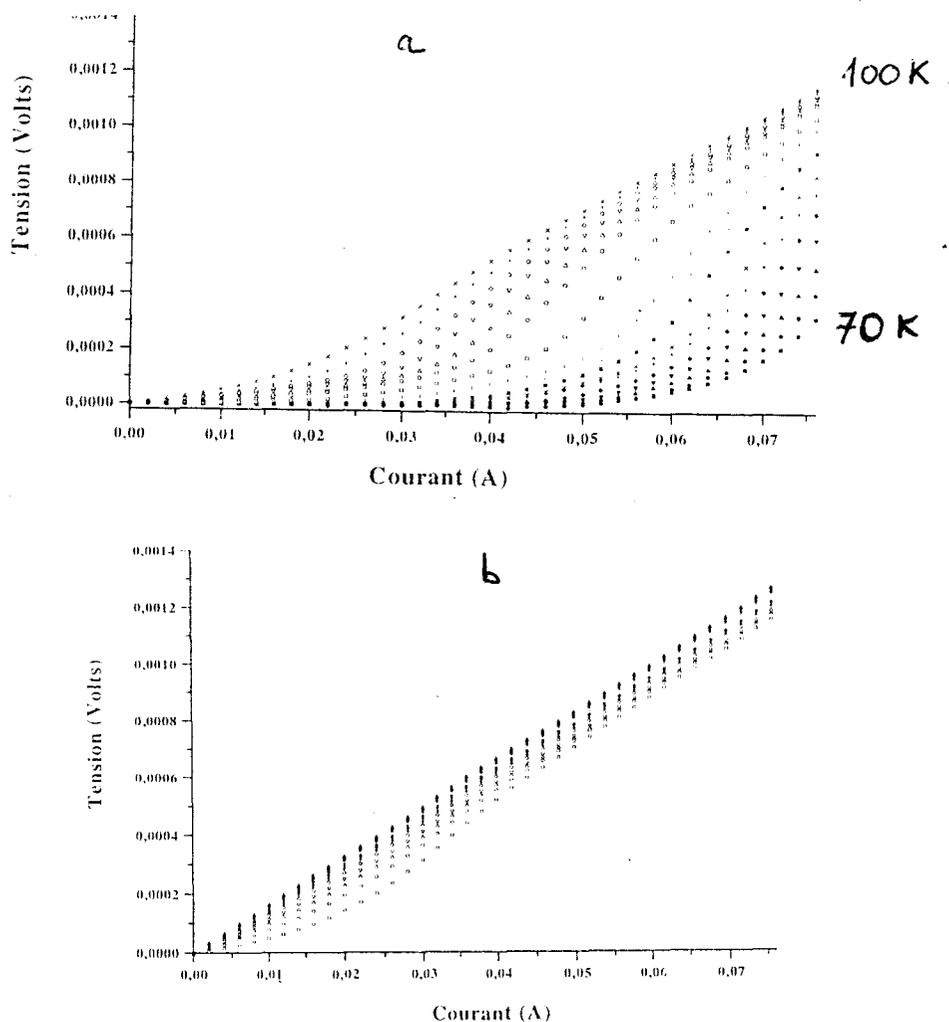


Fig.5.1. Caractéristiques I-V en champ extérieur nul.

-a : A différentes températures.

-b : Evolution de la forme des courbes entre 105 et 120 K.

-A basse température les courbes $V(I)$ présentent deux régimes dans la gamme de courants 0-100 mA (Fig.5.1-a). Aux faibles courants, la tension est pratiquement constante à la sensibilité des appareils près, de l'ordre du dixième de microvolts. Cette région s'étend jusqu'à une valeur de courant $I_c(T)$, baptisé « *courant critique expérimental* ». Au-delà de I_c , la caractéristique est non linéaire et possède une courbure positive.

-A plus haute température une troisième région apparaît aux forts courants qui possède une courbure négative (Fig. 5.1-a), donnant à la caractéristique la forme d'une

sigmoïde dont le point d'inflexion définit le « *courant d'inflexion* » $I_{\text{inf}}(\mathbf{T})$. I_{inf} croit lorsque T diminue et dépasse 100 mA pour $T < 94$ K. Au-delà de 100 K, la région faibles courants, qui correspondait jusque là à une tension constante (résistance nulle), fait place à un régime linéaire (résistance non nulle). A de telles températures on définit un « *courant de décollement* » $I_d(\mathbf{T})$ qui sépare le régime bas courant linéaire du régime non linéaire. Le courant I_c apparait donc comme un cas particulier de I_d , lorsque la pente de la caractéristique à bas courant est nulle.

La pente du régime linéaire à faible courant permet de définir la « **résistance linéaire** » du système

$$R_L = \lim_{I \rightarrow 0} \left(\frac{dV}{dI} \right),$$

sans ambiguïté expérimentale. Elle dépend de la température et du champ magnétique, mais elle est indépendante du courant appliqué. Elle s'obtient la plupart du temps sans difficulté par un ajustement moindres carrés de la partie bas courant des caractéristiques et par extrapolation à courant nul de la dérivée numérique lorsqu'aucune zone complètement linéaire, assez large en courant, n'est observée dans $V(I)$.

- La forme des caractéristiques ne présente pas de changement à la traversée du point de cohérence $T_{\text{coh}}=95$ K.

- Apparemment les caractéristiques se déforment continûment au passage de $T_{c0}=110$ K sans qu'aucun phénomène particulier ne s'y produise. Les mesures de caractéristiques $V(I)$ ne permettent donc pas de particulariser ce point (au moins en champ nul). Au dessus de T_{c0} les caractéristiques conservent une certaine non linéarité jusqu'à la température de 120 K. L'effet est visible sur la figure 5.1-b. Au delà de 120 K le comportement du système redevient ohmique sur toute la gamme de courants mesurée.

5.1.2) Présentation des caractéristiques sous champ magnétique non nul.

L'application d'un champ magnétique déforme les caractéristiques, comme on peut le constater sur les figures 5.2. L'application du champ préserve les deux premiers régimes décrits au paragraphe précédent. Aux faibles courants, la caractéristique est linéaire avec une pente nulle à basse température et non nulle à température plus élevée. La température au-delà de laquelle la résistance linéaire devient non nulle dépend du champ appliqué. Le courant de décollement I_d à partir duquel la caractéristique devient non linéaire dépend également de B et T . I_{inf} décroît quand T augmente et, très légèrement, lorsque B augmente (de moins de 5% entre 0 et 1000 gauss). Au dessus de

110 K, le régime à concavité négative vient mourir sur une asymptote parallèle à la caractéristique complètement linéaire observée, au même champ, au dessus de 120 K. La résistance de ce régime est strictement indépendante du champ. En dessous de 105K, I_{inf} est trop élevé pour que l'on observe cette asymptote mais il est probable qu'à plus haut courant elle est également atteinte.

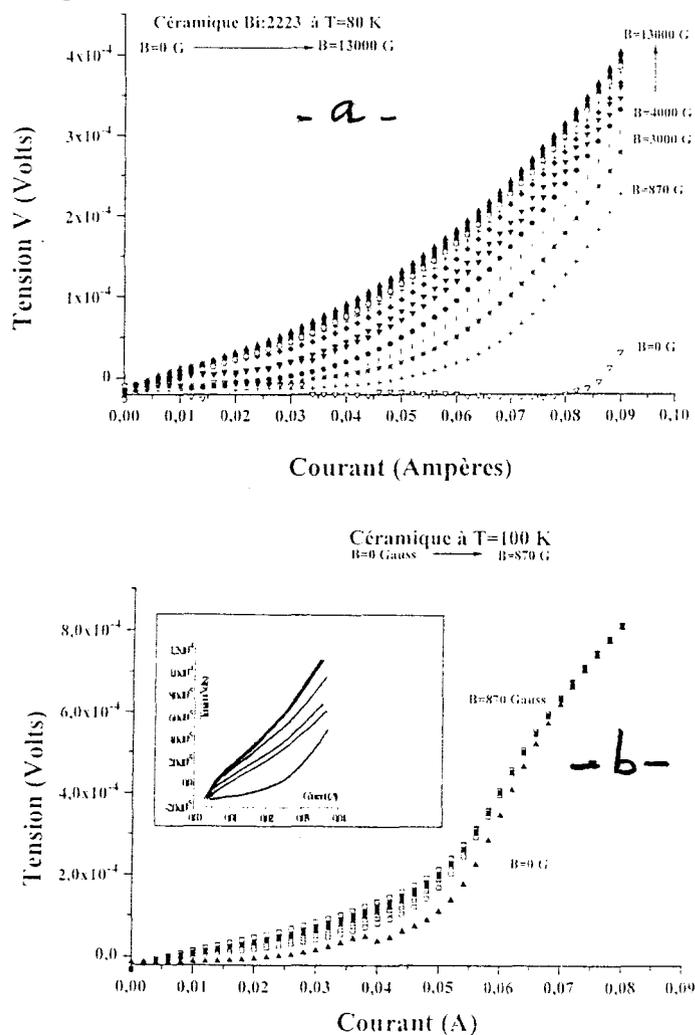


Fig.5.2. Influence du champ magnétique sur les caractéristiques.

-a : Courbes relevées à T=80 K pour B=0-1.3 Tesla.

-b : Courbes relevées à T=100 K pour B=0-870 Gauss. En insert, agrandissement des parties bas courants.

5.1.3) Identification des processus intergranulaires.

Comme nous l'avons vu, les caractéristiques acquièrent à assez haute température et fort courant une branche à concavité négative avec un point d'inflexion en I_{inf} . Au-delà du point d'inflexion, toutes les courbes mesurées à une même température, pour divers champs, se rejoignent (Fig.5.2-b). I_{inf} est présenté en fonction de T sur la figure 5.3. Pour expliquer ce changement de concavité on peut envisager trois hypothèses :

- Un effet thermique dû au courant de transport qui explique que le phénomène se manifeste aux forts courants.

- Un effet des vortex dûs au champ induit par le courant de transport, et un éventuel retour vers la phase normale ou vers le régime de flux flow.
- Un effet attaché au système de jonctions intergranulaires.

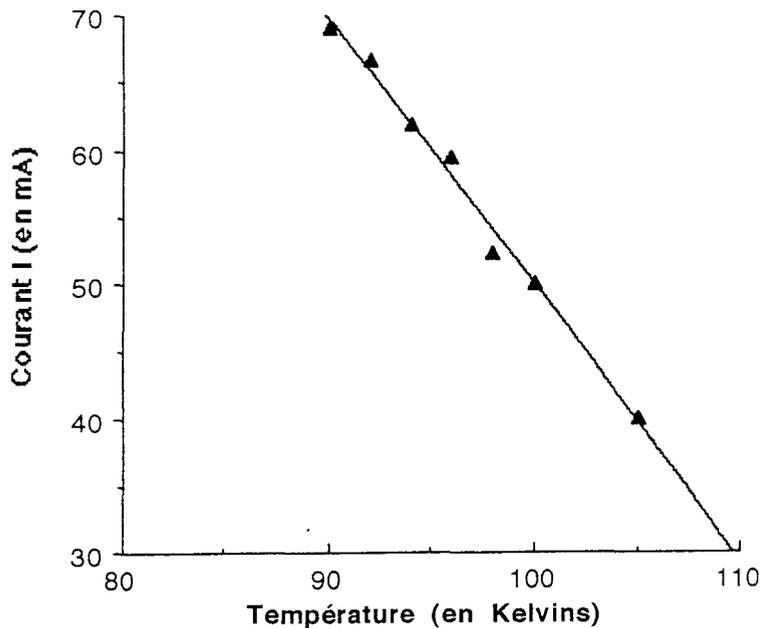


Fig.5.3. Courant d'inflexion I_{inf} en fonction de T.

- Effet thermique.

Cet effet apparaissant à des courants supérieurs à 60 mA (pour les basses températures) la puissance dissipée est maximale. Dans la zone des forts courants, la résistance différentielle dV/dI passe par un maximum puis décroît de sorte que le phénomène est d'autant plus faible que le courant, et donc la puissance dissipée, est grande. Cela est peu plausible si il est d'origine thermique, d'autant que, par ailleurs, le changement de courbure est sensible au champ magnétique.

- Effet des vortex dûs au courant.

A courant croissant, des vortex sont induits dans l'échantillon qui, lorsque leurs coeurs se touchent, repasse à l'état normal. Le champ induit par le courant à la surface de l'échantillon est, au maximum, égal à 0.2 gauss ($I=100$ mA), soit, sauf très près de T_{c0} , un champ beaucoup plus faible que le premier champ critique (il est encore beaucoup plus faible à la surface d'un grain si l'on suppose que le courant passe en volume à travers les grains). Même si des vortex étaient, malgré cela, induits par le courant, la forme observée pour les parties haut courant des caractéristiques traduirait le régime de flux flow du système de vortex et devrait dépendre du champ magnétique. De plus la caractéristique en flux flow est linéaire en courant et en champ et comme, en champ extérieur nul, le champ est proportionnel au courant on devrait observer une concavité positives des courbes $V(I)$. Pour atteindre l'état normal où, effectivement, les

caractéristiques sont indépendantes du champ et linéaires, il faudrait dépasser le second champ critique qui, dans les SHTC, est vraiment beaucoup trop élevé pour que se soit envisageable ici. La contribution due aux vortex induits par le courant ne peut donc être évoquée, sauf si les processus intergranulaires, de très faibles champs critiques, entrent en jeu.

- Effet du système de jonctions.

Cette seconde interprétation part de l'hypothèse que I_{inf} résulte de la dissipation qui se produit dans les jonctions intergranulaires, lorsque le courant qui les traverse dépasse leur courant critique. Dans l'état incohérent, la céramique est un ensemble de jonctions indépendantes. On peut alors, pour simplifier, raisonner au niveau d'une seule jonction. La caractéristique $V(I)$ d'une jonction isolée a bien une courbure négative¹³. Lorsque le courant critique de la jonction est largement dépassé, elle se comporte comme si elle était dans l'état normal, et sa résistance est indépendante du champ magnétique, ce qui explique que l'asymptote vers laquelle tendent les caractéristiques pour $I \gg I_{inf}$ ne dépend pas de B .

I_{inf} repère la position du maximum des courbes de résistance différentielle $dV/dI(I)$ qui présentent, autour de I_{inf} , une bosse large. La passage à l'état normal se traduit par l'élargissement de cette bosse, plus que par son déplacement vers les bas courants. A partir de 110 K le système de jonctions est complètement dans l'état normal et la bosse est plate. Au dessous de 110 K et à faibles courants, seuls les processus intragranulaires participent à la dissipation.

Notre interprétation se fonde plus sur l'absence de modèle alternatif permettant d'expliquer le changement de concavité des caractéristiques (au moins en champ nul où l'absence de vortex élimine la possibilité d'une approche de la zone de flux-flow) et l'indépendance en champ de l'asymptote à fort courant, que sur une démonstration sans équivoque du rôle des jonctions. C'est pourquoi, dans la suite de ce chapitre, nous nous concentrerons sur l'étude des parties bas courant des caractéristiques (en dessous d'une fraction de I_{nf}). En particulier, il est difficile de dire si I_d provient de l'apparition d'une non-linéarité dans les processus bas courant ou de l'amorce des processus intergranulaires. Le comportement non monotone à haute température de $I_d(T)$ en champ nul (Fig.5.15-b) traduit sans doute un mélange des processus. Il est cependant souvent possible (surtout en champ faible) de faire la distinction. Nous reviendrons sur cette question au paragraphe 5.3.3.

5.2) Propriétés électriques au voisinage de 100 K :

Observe-t-on une transition de dissociation de paires vortex antivortex ?

La présence d'une transition de type Kosterlitz-Thouless (KT) dans les plans supraconducteurs du composé 2223 peut être mise en évidence si le comportement expérimental de nos échantillons vérifie les trois prédictions principales de la théorie KT:

1- Les caractéristiques $V(I)$ sont linéaires au dessus de la température T_{KT} d'annulation de la résistance, et suivent la loi de puissance¹⁴,

$$V(I) = aI^\alpha \quad (1),$$

en dessous de cette température. L'exposant α décroît continûment entre les basses températures et T_{KT} , température à laquelle il subit une discontinuité qui l'amène d'une valeur 3 à sa valeur constante au dessus de T_{KT} : $\alpha = 1$.

2- L'annulation de la résistance R_L en champ nul se fait progressivement entre les hautes températures et T_{KT} en suivant la loi¹⁴ :

$$R_L = R_n \exp\left(-2 \left(b \frac{T_{cm} - T}{T - T_{KT}} \right)^{1/2} \right) \quad (2)$$

où b est une constante proche de l'unité et T_{cm} désigne la température de transition champ moyen. D'un point de vue théorique le lien entre ce T_{cm} et la température d'onset du diamagnétisme (que nous avons appelé T_{c0} dans cette thèse), n'est pas parfaitement claire. Nous discuterons de ce point au §5.2.4.

3- Dans le domaine de température où la résistance est nulle en champ nul, elle varie comme une loi de puissance du champ^{11,15} :

$$R_L = rB^\sigma \quad (3)$$

où r est une constante. L'exposant σ est lié à l'exposant α par la relation :

$$\sigma = t(\alpha - \alpha_0) \quad (4)$$

où t est une constante numérique variant de $\frac{1}{2}$ à 1 et α_0 de 0 à 1 selon les auteurs^{11,15,16}.

En fait, dans les SHTC plusieurs facteurs interviennent qui compliquent la situation et modifient les prévisions précédentes.

- L'effet du couplage Josephson entre plans supraconducteurs conduit à un élargissement de la transition, qui se traduit par une variation progressive¹⁰ de α entre 1 et 3, au lieu d'un saut à T_{KT} . Dans le domaine de température où α est compris entre 1 et 3, le nombre de paires dissociées est plus faible qu'en l'absence de couplage, en raison de l'effet de confinement induit sur les paires par le couplage Josephson interplanaire. Les paires thermiquement dissociées conduisent à une caractéristique présentant une contribution linéaire, mais la réévaluation au dessus de T_{KT} du nombre de paires non encore dissociées (en raison du confinement) permet la persistance d'un régime non linéaire (dissociation en courant, Eq.(1)) qui s'ajoute au terme linéaire, même au delà de T_{KT} ^{10,15}.

- L'effet de l'ancrage des vortex sur les défauts, dont on sait qu'il induit un seuil en courant dans les caractéristiques lorsque la dissipation provient des vortex dûs au champ appliqué, mais qui peut évidemment avoir un effet analogue sur les vortex dissociés en champ nul. L'analyse des lignes d'irréversibilité que nous présentons au paragraphe 5.3 indique cependant que l'ancrage cesse d'être actif (au sens où il induit un seuil en courant dans les caractéristiques sous champ) vers 85 K. Plus précisément, la portion basse température de la ligne d'irréversibilité (interprétée plus loin comme reflétant les phénomènes d'ancrage des vortex induits par le champ) s'extrapole à $B=0$ vers 85 K. Dans la gamme de température où l'on observe la transition KT (100-106 K) on peut donc supposer que les vortex sont pratiquement libres. Cette assertion doit être nuancée juste au dessus de 85 K où les défauts peuvent continuer à jouer un rôle important en modifiant, en particulier, l'interaction vortex-antivortex.

Nous allons maintenant comparer nos données expérimentales (§5.2.1-5.2.3) aux prédictions KT (Eqs.1-4) et discuter les résultats au paragraphe 5.2.4.

5.2.1) Résistance en fonction de la température en champ nul.

La résistance linéaire R_L , à champ magnétique fixé, est déterminée par la pente du régime linéaire à bas courants des caractéristiques. La figure 5.4-a présente la résistance linéaire en champ extérieur nul en fonction de la température. Au dessus de 120 K la décroissance de $R_L(T)$ est linéaire en fonction de T . Elle décroît plus rapidement à partir de 120 K. Le passage à l'état résistif de la céramique a lieu à $T_c=100$ K. La courbe de résistance ne révèle aucun effet particulier à la traversée du point de cohérence ni, ce qui est plus étonnant, à la température $T_{c0}=110$ K d'onset du diamagnétisme.

La largeur de transition $\Delta T=T_{c0}-T_c$ est donc de 10 K en champ nul. Nous pensons que cet élargissement important de la transition résistive peut traduire l'existence d'une

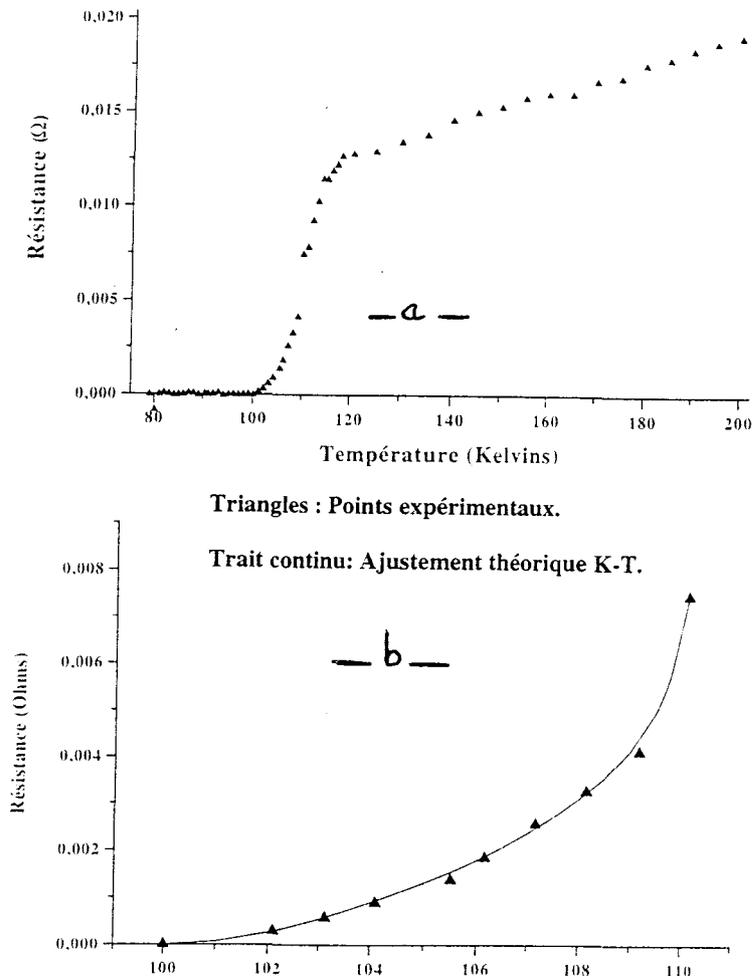


Fig.5.4. a- Résistance linéaire R_L en champ nul.
b-En trait plein, ajustement avec la loi théorique K-T.

transition KT se produisant à T_{c0} dans les plans supraconducteurs des grains. Pour étayer cette hypothèse il est nécessaire d'abord de vérifier la loi (2). Nous avons pour cela ajusté nos données de résistance linéaire en champ nul à l'aide de la loi précédente. Le résultat est présenté sur les figures 5.4. La meilleure adéquation de cette loi à nos résultats a lieu pour les valeurs ajustées $b=0.89$, $T_{KT}=99.7K$ et $T_{cm}=109.8K$. L'ajustement obtenu est satisfaisant et l'on note que T_{KT} est très proche du point expérimental $T_c=100 K$ marquant le passage à l'état résistif. Cela justifie l'identification que nous faisons de T_c à T_{KT} . Par ailleurs T_{cm} est égal à T_{c0} . Ce résultat important sera discuté au §5.2.5.

5.2.2) Etudes des caractéristiques en champ nul.

Nous avons analysé la forme des caractéristiques $V(I)$ à bas courant, c'est-à-dire dans la gamme 0-90 mA, à des températures situées de part et d'autre de 100 K. Elle comporte, selon la température, une branche linéaire et/ou une branche non linéaire

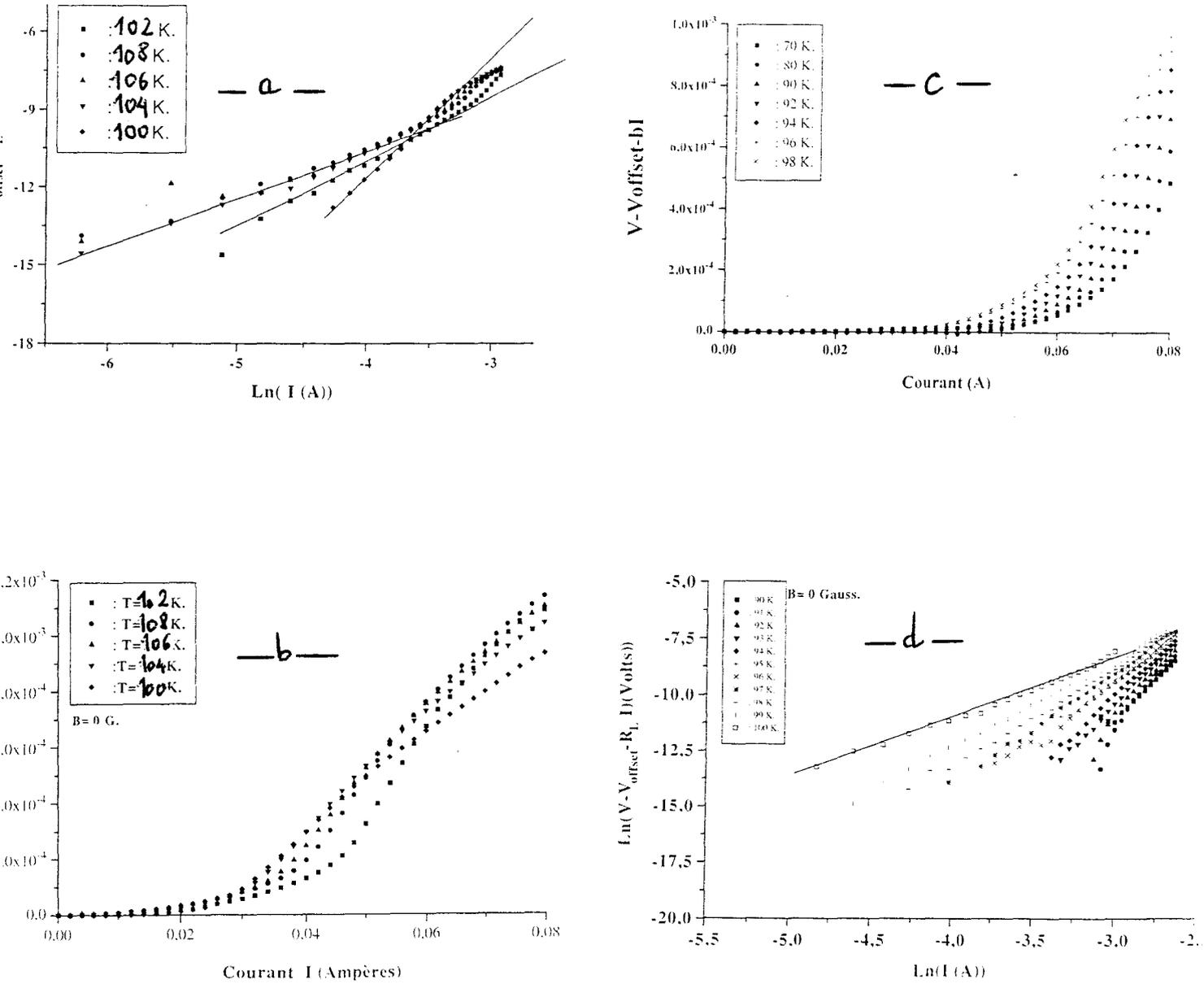


Fig.5.5. Tension corrigée $V - V_{\text{offset}} - bI$ en fonction de I à différentes températures.

a- Diagramme Log-Log pour $T > 100 \text{ K.}$

b- Caractéristiques à $T > 100 \text{ K}$ dans le plan $V-I$.

c- Caractéristiques corrigées à $T < 100 \text{ K}$

d- Caractéristiques en diagramme Log-Log pour $T < 100 \text{ K.}$

caractérisée par une loi de puissance $V=aI^\alpha$. La branche linéaire disparaît en dessous de 100K et la branche non linéaire au dessus de 106 K. Entre les deux, domaine qui correspond à la largeur de la transition KT, les deux contributions se superposent dans la caractéristique :

$$V(I) = cI + aI^\alpha \quad (5)$$

Le coefficient c , qui entre 100 et 106 K s'identifie à R_L , est nul en dessous de 100 K et non nul au-delà. Le comportement (5) est mis en évidence sur la figure 5.5 présentant la tension corrigée $\ln(V-V_{\text{offset}}-cI)$ en fonction de $\ln(I)$. V_{offset} désigne une tension instrumentale d'offset qui correspond à la tension mesurée aux bornes de l'échantillon en l'absence de courant. Sa valeur est de l'ordre de quelque dixièmes de microvolts. Ces courbes sont linéaires, leurs pentes donnant l'exposant α pour chaque température. Les variations en température de α sont présentées sur la figure 5.6. Il vaut 1 au dessus de 106 K, gamme de température pour laquelle $R_L=a+c$. Entre 106 et 100 K α croît entre une valeur 1 et une valeur légèrement supérieure à 3. Au dessous de 100 K les caractéristiques sont plates à faibles courants ($R_L=0$) et la dissipation ne commence à être observée que lorsque le courant dépasse un seuil noté I_c . En présence de ce seuil, l'équation (5) ne décrit plus la forme des caractéristiques à bas courant et l'exposant α n'est donc plus défini. On peut cependant ajuster les courbes expérimentales limitées à leurs portions supérieures à I_c avec la loi (5). L'ajustement est satisfaisant (voir Fig.5. 5-c) et les valeurs de l'exposant α obtenues ainsi sont présentées sur la figure 5.6.

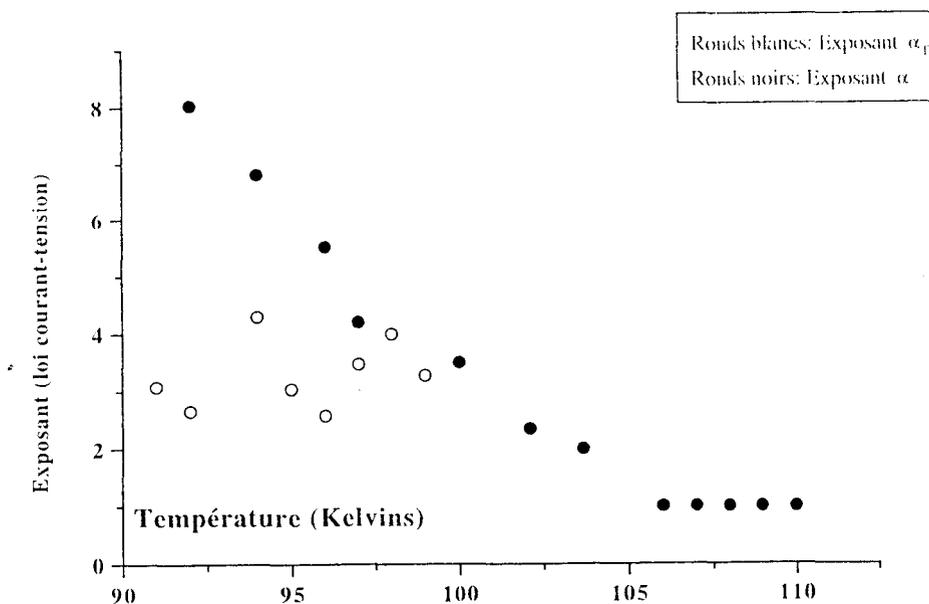


Fig.5.6. Evolution thermique des exposants α et α_f .

α varie continûment en dessous de T_{KT} , sans qu'aucun changement de comportement ne soit visible à cette température. La température T_{KT} n'est donc pas distinguée sur cette

courbe, contrairement aux prédictions théoriques qui indiquent, au minimum, qu'un accroissement de la pente doit s'y produire.

Complétons cette analyse en comparant les valeurs mesurées du coefficient a avec sa valeur théorique^{11,17} :

$$a_{th} = 2R_N(\alpha - 3) / I_0^{\alpha-1}$$

où $I_0 = \epsilon L k_B T_c e / 2\pi h \xi_c \sim 1A$, L étant l'épaisseur de l'échantillon, ξ_c la longueur de cohérence dans la direction perpendiculaire aux plans, ϵ est le rapport entre l'épaisseur d'un plan supraconducteur et la distance d entre deux plans et R_N la résistance de l'échantillon dans l'état normal (quelques centièmes d' Ω). Du fait de l'annulation de a_{th} à T_{KT} ($\alpha=3$), il est clair que cette formule ne tient pas compte du couplage interplan et ne peut donc être comparée qu'en ordre de grandeur aux valeurs expérimentales et seulement en dessous de T_{KT} . Nous avons tracé $a/(\alpha-3)$ en fonction de $\alpha-1$ sur la figure 5.7. On obtient bien une loi d'allure exponentielle dont l'ajustement permet de déterminer $\epsilon L / \xi_c = 2.10^5$ et $R_N = 0.1\Omega$. Cette valeur de R_N est très proche de la valeur expérimentale et, en prenant $\xi_c \sim 10$ Angströms, on trouve une valeur $\epsilon \sim 0.1$, petite mais physiquement acceptable en ordre de grandeur.

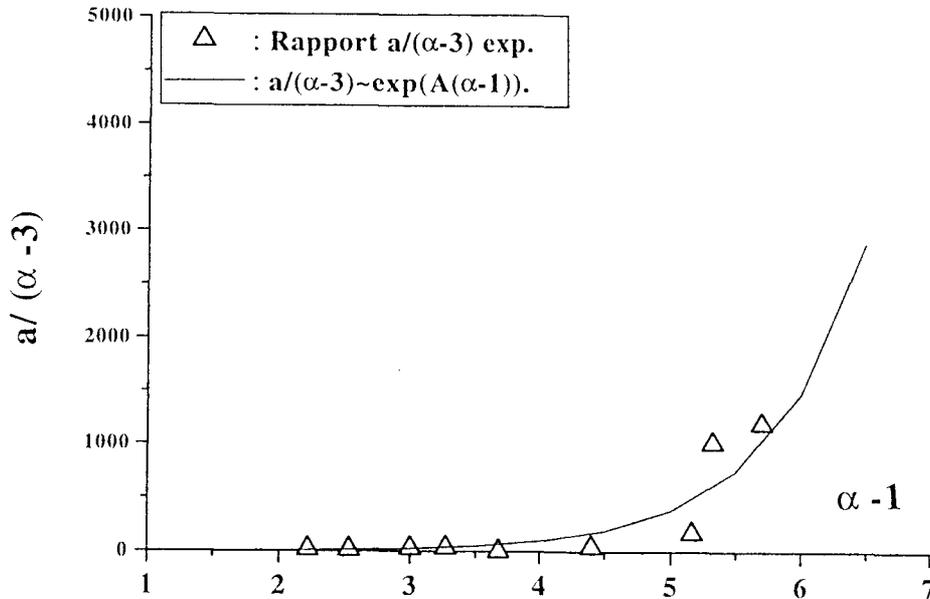
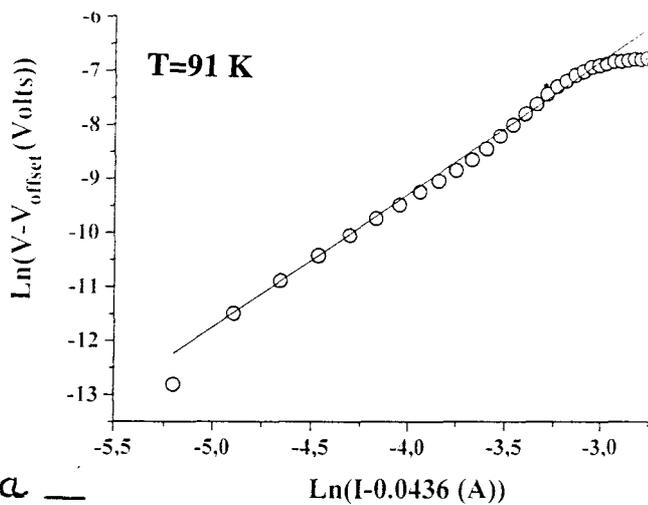
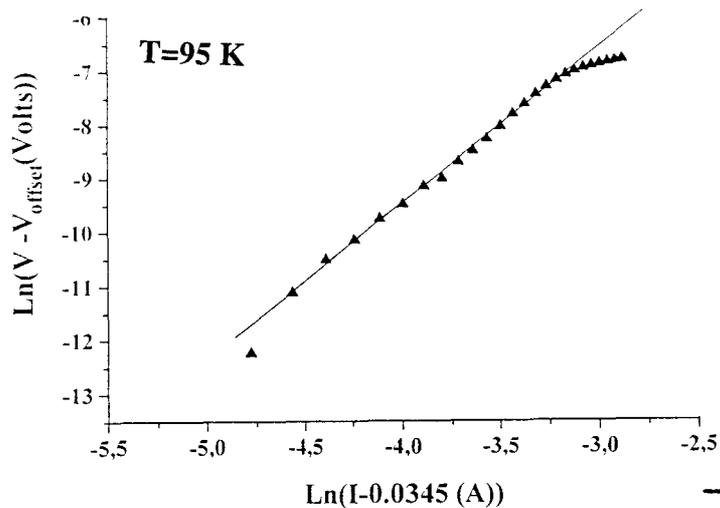


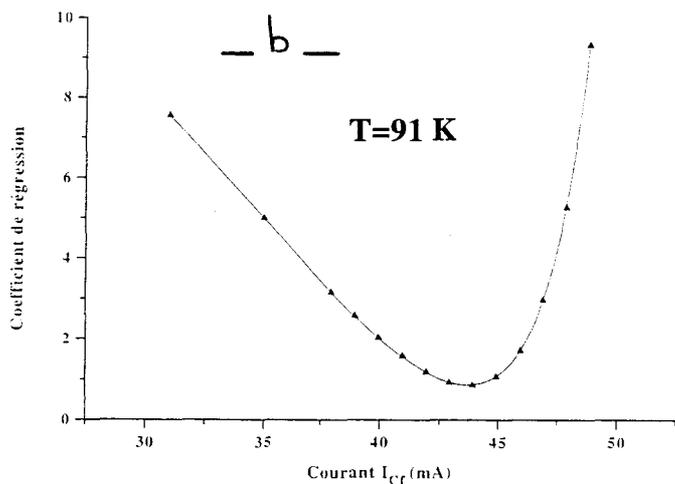
Fig.5.7. Rapport $a/\alpha-3$ en fonction de $\alpha-1$. En traits pleins, ajustement exponentiel.

En fait, I_c est le courant en dessous duquel la tension est plus faible que le niveau de bruit, et il faut déterminer si il correspond à un vrai seuil de dissipation ou seulement à un seuil apparent. Nous avons pour cela analysé, en dessous de 100K et au dessus de I_c , le décollement de la caractéristique à l'aide de la loi:

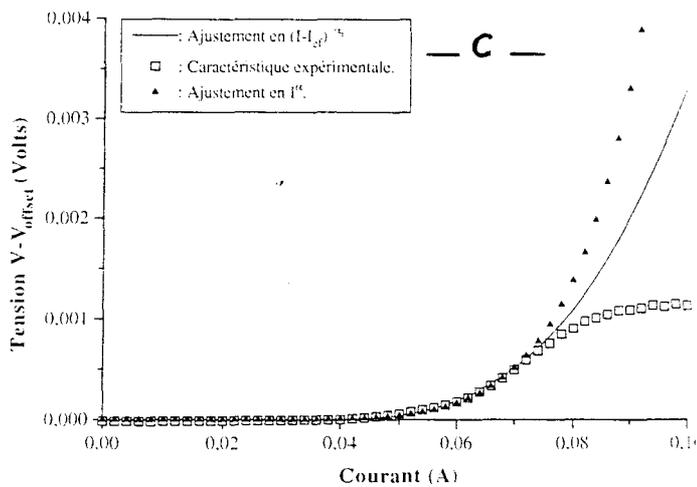


— a —

T=91 Kelvins



— b —



— c —

Fig.5.8. a- Caractéristique LogV en fonction de Log(I-I_{cr}) ajustées linéairement pour T=91 et 95 K.

b- Evolution du coefficient de régression de l'ajustement présenté en a- en fonction de I_{cr}.

c- Comparaison entre les ajustements de la caractéristique à 91 K en loi de puissance aI^α et $a(I-I_{cr})^\alpha$.

$$V(I) = a_f (I - I_{cf})^{\alpha_f} \quad (6),$$

où nous avons fait varier I_{cf} (courant critique ajusté) entre $-I_c$ et $+I_c$ (courant critique apparent).

Les courbes donnant $\text{Log}(V)$ en fonction de $\text{Log}(I - I_{cf})$ sont linéaires (Fig.5.8-a) et permettent de déterminer les variations de l'exposant α_f en fonction de la température, qui sont indiquées sur la figure 5.6. I_{cf} est ajusté afin d'obtenir le meilleur accord avec (6). Le coefficient de regression varie assez vite avec I_{cf} au voisinage de son minimum (Fig.5.8-b) ce qui permet de mesurer ce dernier avec précision. Il est en général légèrement plus petit que I_c . Pour les valeurs ajustées des coefficients a_f , α_f et I_{cf} , l'accord entre les caractéristiques expérimentales et théoriques est bon (meilleur, par définition, que l'ajustement permettant d'obtenir α , comme on peut le voir sur la figure 5.8-c).

Nous avons reporté les variations en température de I_c et I_{cf} sur la figure 5.9. Ils s'annulent aux alentours de 100 K. Pour I_c la portion de courbe située au-dessus de 95K, peut être ajustée par une loi de puissance de la température de la forme :

$$I_c \text{ (mA)} \approx 280 (1 - T / 100)^{0.8}.$$

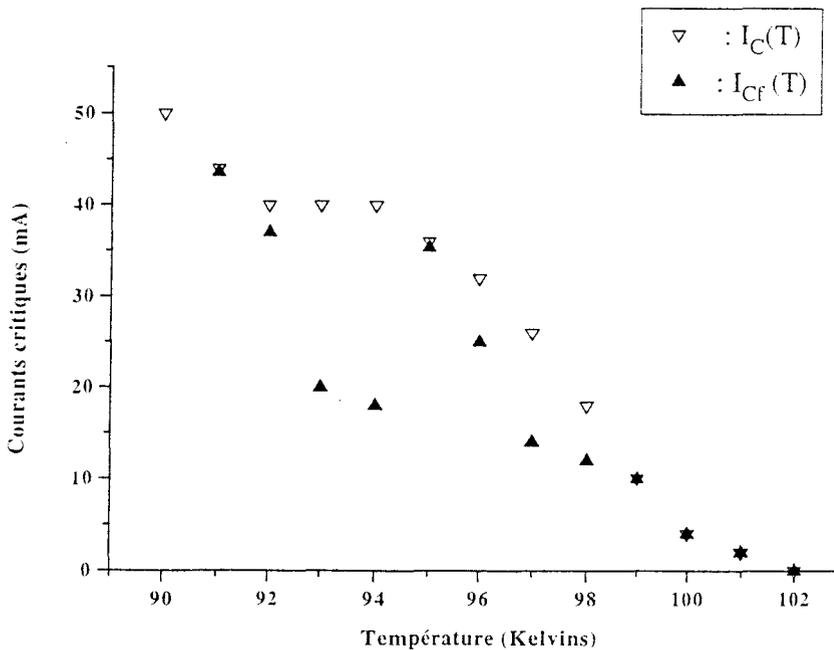


Fig.5.9. Variations en température de I_c et I_{cf}

Cet ajustement est reporté sur le diagramme Log-Log en insert de la figure 5.9. Vers 85 K la densité de courant critique correspondante est de l'ordre de 0.8 A/cm^2 . I_{cf} au contraire, varie brutalement près de T_{KT} et beaucoup plus lentement en dessous de 95K.

L'exposant α_f est nettement plus petit que α en dessous de T_{KT} . Sa valeur exacte n'a pu être mesurée précisément comme on le voit sur la figure 5.6. Elle décroît très légèrement quand T augmente et reste proche de 3 jusqu'à 100 K. Dans cette approche le contraste est donc brutal entre le comportement basse température de la caractéristique dont l'exposant ne varie pratiquement pas avec T , et son comportement au dessus de T_{KT} , où il passe de 3 à 1 en l'espace de 6 K.

Comme on peut le voir sur la figure 5.8-c, la qualité des ajustements en I^α et $(I - I_{cf})^\alpha$ ne peut être distinguée visuellement, même si l'analyse numérique favorise sans ambiguïté le second. Pour cette raison nous analyserons par la suite nos données en fonctions de ces deux possibilités, puisqu'elles correspondent, comme nous le verrons, à deux approches différentes de la transition KT en présence d'un couplage interplanaire.

5.2.3) Résistance en fonction du champ magnétique.

L'action du champ magnétique sur les courbes $V(I)$ est spectaculaire. Un faible champ (moins de 100 gauss) réduit considérablement la zone non dissipative de la caractéristique. La déformation continue à plus haut champ, mais de plus en plus lentement.

La dépendance en champ de la résistance linéaire est illustrée sur les courbes de la figure 5.10, pour des températures fixées allant de 72 K à 110 K.

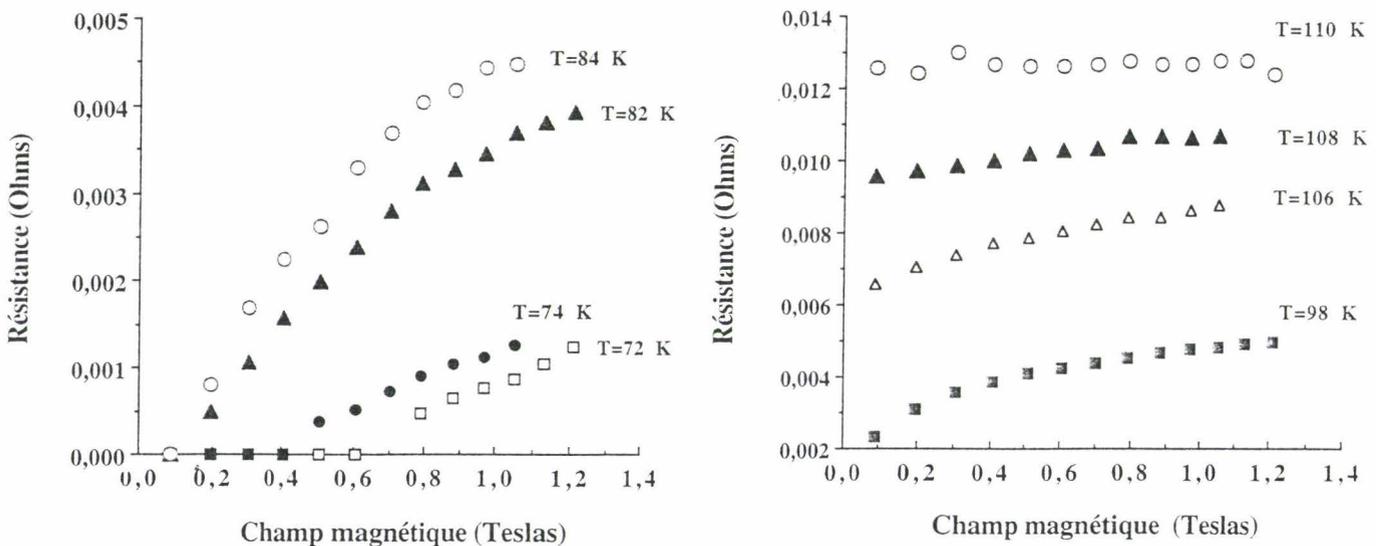


Fig.5.10. Résistance linéaire en fonction de B .

$R_L(B)$ est non linéaire dans la gamme de champs 0-1.2 Teslas. La résistance semble tendre vers une valeur asymptotique indépendante du champ qui n'est pas atteinte, à basse température, dans la gamme de champ avec laquelle nous avons travaillé. Au dessus de T_{c0} la résistance ne dépend plus du champ magnétique appliqué. Ce phénomène est le principal effet permettant de caractériser T_{c0} par mesure électrique.

En dessous de T_c , deux gammes de champ peuvent être mises en évidence sur les courbes $R_L(B)$. Dans ces deux gammes R_L varie en fonction de B comme une loi de puissance $R_L \propto B^\sigma$, dans laquelle les exposants $\sigma_<$ (bas champ) et $\sigma_>$ (haut champ) dépendent de la température. Au dessus de T_c la loi précédente devient $R_L - R_L(B=0) \sim B^\sigma$. Les figures 5.11 mettent en évidence les lois de puissance observées.

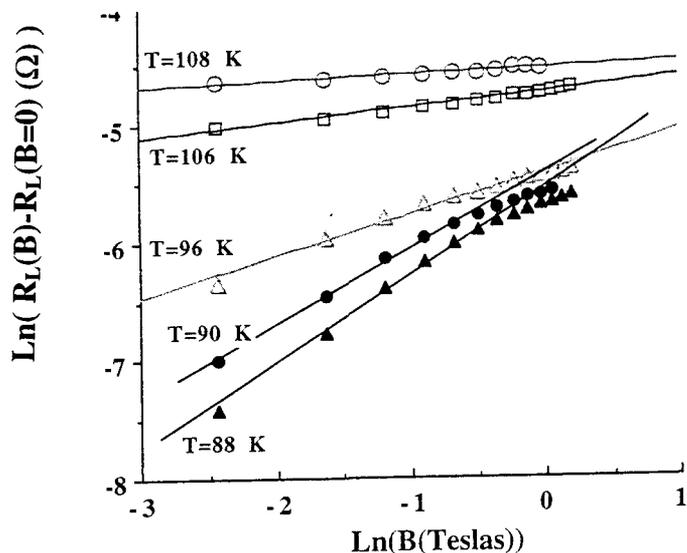


Fig.5.11. Ajustement Log-Log des courbes $R_L(B)$.

Les variations de $\sigma_>$ et $\sigma_<$ en fonction de la température sont reportées sur la figure 5.12.

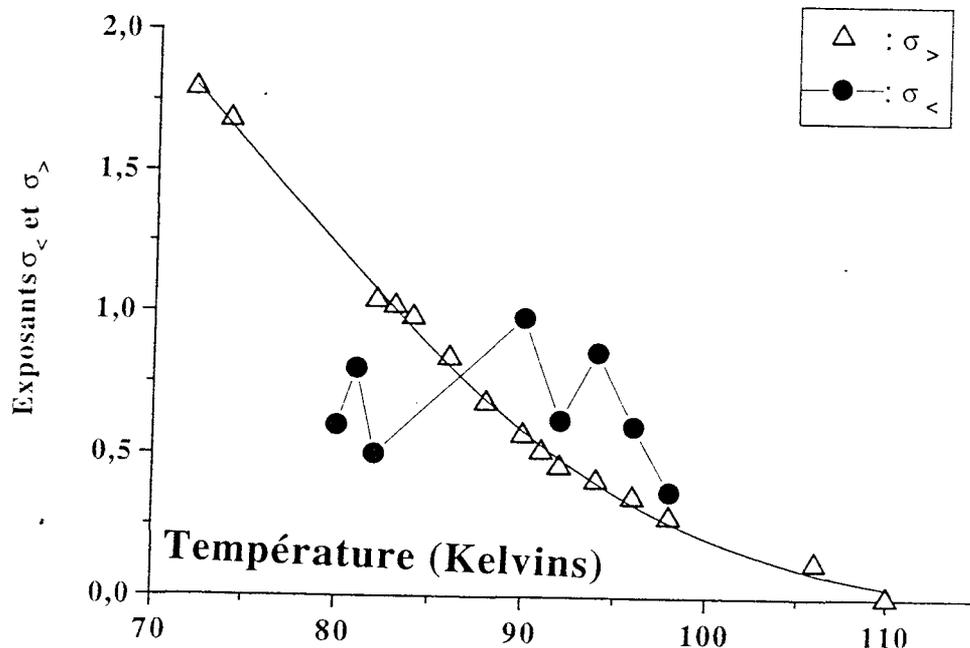


Fig.5.12. Variations en température des exposants $\sigma_>$ et $\sigma_<$.

- $\sigma_>$ reste constant à la précision (mauvaise) des mesures entre 0 et 100 K.
- A haute température les variations thermiques de $\sigma_>$ sont quasi-linéaires, l'annulation ayant lieu à T_{c0} . On observe par ailleurs un changement de pente à 94 K, et

la partie basses températures de la courbe ($T < 94$ K) s'extrapole linéairement sur l'axe des températures vers 99 K.

5.2.4) Discussion.

- La transition de dissociation.

Le passage de l'exposant α des caractéristiques bas courants au-dessus de 100K (Fig.5.6) d'une valeur légèrement supérieure à 3 à l'unité est en accord avec l'hypothèse d'une transition de dissociation des paires vortex-antivortex. En effet, la théorie de Kosterlitz-Thouless¹⁴ prévoit une caractéristique non-linéaire à bas courant de la forme $V \propto I^\alpha$ où l'exposant saute brutalement, en température croissante, d'une valeur 3, atteinte à la température de transition T_{KT} , à l'unité. Cette hypothèse est également confirmée par le bon ajustement (Fig.5.4) de $R_L(T)$ avec l'équation (2) de la théorie KT et par le comportement en loi de puissance (Figs.5.10, 5.11) des courbes $R_L(B)$. Nous reviendrons cependant sur ce dernier point dans la deuxième partie de ce §.

D'un autre côté 3 observations semblent contredire notre interprétation.

- Le saut de l'exposant α se produit en fait sur 6 K.

- Dans cette gamme de température une composante linéaire se superpose à la composante non linéaire de $V(I)$.

- En dessous de T_{KT} la loi $V = a I^\alpha$ est remplacée par $V = a_f (I - I_{cf})^{\alpha_f}$.

Autrement dit, la loi théorique, signature de la transition KT, $V = aI^\alpha$, n'est jamais réellement observée. Ces faits sont cependant explicables si l'on tient compte d'un élargissement de la transition de dissociation des paires de vortex dû au couplage interplan. Le caractère brutal du saut de l'exposant α n'est prédit que pour des systèmes strictement 2-D, alors que nos composés sont constitués de plans supraconducteurs couplés par effet Josephson¹⁹. Ce couplage modifie la forme du potentiel d'interaction entre vortex planaires en ajoutant un terme linéaire^{14,20} au terme logarithmique décrivant la dépendance spatiale du potentiel d'interaction vortex-antivortex. Le comportement du système lamellaire est déterminé par la compétition entre le couplage interplanaire, qui a tendance à confiner les paires de vortex, et les fluctuations 2D, qui ont tendance à les « briser ». Ainsi, du fait du confinement, les paires libres apparaissent progressivement en augmentant la température. A $T_{conf} > T_{KT}$ une transition de déconfinement des paires de vortex²⁰ se produit. La température T_{conf} est proche de T_{KT} puisqu'entre celles-ci existe la relation:

$$\frac{T_{conf} - T_{KT}}{T_{cm} - T_{KT}} = b \frac{1}{\left(\ln\left(\frac{\Lambda}{\xi_{KT}}\right)\right)^2} \tag{7}$$

et que la profondeur de pénétration effective $\Lambda = \lambda_J^2/d$ (d est la distance interplans) est grande devant la longueur de corrélation à T_{KT} , ξ_{KT} . b est la même constante, voisine de l'unité, que dans l'équation (2). La décroissance lente observée pour α entre 100 et 106 K s'explique alors par une suppression progressive, quand la température croît, de la phase confinée. Entre 100 et 106 K le confinement abaisse considérablement la densité de vortex libres, comparée à celle d'un système strictement 2D. Les vortex liés peuvent alors continuer à donner une contribution non linéaire non négligeable à la caractéristique. Au dessus de 106 K toutes les paires sont libres, la densité du plasma de vortex est grande, et l'on rejoint le régime complètement ohmique. Si le couplage interplan était trop fort, l'élargissement deviendrait plus grand que $T_{cm} - T_{KT}$ et la transition KT disparaîtrait, mais pas le phénomène de dissociation des paires sous l'action du courant. C'est ce qui se produit par exemple dans les monocristaux d'YBaCuO²¹. Au contraire nous voyons que, dans notre composé, l'élargissement est de 4 K plus petit que $T_{KT} - T_{cm}$ et que la transition KT persiste malgré le couplage.

En résumé, en dessous de 100 K toutes les paires sont liées et aucune contribution linéaire à la caractéristique n'est présente. Entre 100 et 106 K les paires se dissocient progressivement, les paires dissociées donnant une contribution linéaire, les paires liées une contribution non linéaire, avec un exposant α variant progressivement de 3 à 1. Au dessus de 106 K le processus de dissociation est terminé et seule persiste la contribution linéaire.

- Courant critique.

Reste à expliquer le seuil I_c (Eq.6) observé dans les caractéristiques en dessous de T_{KT} . Un tel seuil est invoqué^{15,21} dans les SHTC dès que le couplage interplan devient non négligeable. I_c est alors le courant minimum nécessaire pour contrecarrer l'accroissement d'énergie de liaison des paires dû au couplage Josephson. Par exemple, dans les expériences de Paracchini²¹ et al, ce seuil sépare une région bas courant linéaire d'une région haut courant non linéaire dans les caractéristiques $V(I)$ de monocristaux d'YBaCuO (la transition KT est empêchée par le caractère trop 3D de ces systèmes mais pas la dissociation en courant). D'après ces auteurs, la partie linéaire de ces caractéristiques est due à des vortex libres thermiquement activés, et le régime non linéaire correspond à la dissociation des paires par le courant, qui se produit seulement au-dessus de I_c (notons la différence avec notre interprétation, le seuil en courant qu'ils observent correspondant à notre I_d). Pour un système plus 2D, Fisher¹⁵ prévoit théoriquement une loi de type (6) avec une densité de courant critique j_c^{KT} donnée par :

$$j_c^{KT} = \frac{1}{\sqrt{8\pi}} \frac{eh}{m\Gamma d} n_s \quad (8),$$

où Γ est le facteur d'anisotropie, h la constante de Planck, d la distance interplans et n_S la densité locale renormalisée de paires de Cooper. La renormalisation de la densité de paires tient compte des fluctuations thermiques de la phase, qui annulent n_S à T_{KT} . Le comportement observé coïncide donc, au moins qualitativement, avec les prédictions théoriques. Pour obtenir une confirmation quantitative de notre hypothèse remarquons que le terme n_S apparaît également dans l'expression théorique de l'exposant α :

$$\alpha = 1 + \frac{h^2 n_S}{16\pi m k_B T} \quad (9)$$

ce qui donne un rapport,

$$\frac{j_c^{KT}}{\alpha - 1} = \sqrt{\frac{8}{\pi}} k_B T e \frac{1}{h\Gamma d} \quad (10).$$

L'équation (9) est valable pour un système strictement 2D. Le lien entre n_S et α lorsque le couplage interplanaire est présent n'a pas, à notre connaissance, été estimé. En particulier nous savons que $\alpha-1$ ne s'annule pas à T_{KT} (mais seulement à 106 K) alors que n_S doit le faire (et j_c^{KT} avec d'après (8)), en raison de l'incohérence de phase induite automatiquement dans le système par la présence de paires dissociées. Ainsi, le rapport $j_c^{KT}/(\alpha-1)$, donné par la formule (10), ne peut être qu'indicatif et doit être vérifié seulement en dessous de T_{KT} . j_c^{KT} est une densité surfacique de courant, elle est donc liée à la densité de courant critique volumique mesurée j_c^{exp} par : $j_c^{exp} = j_c^{KT} / d$. Pour une valeur typique de α valant quelques unités, on obtient un courant critique théorique 5 ordres de grandeur plus élevé que les valeurs mesurées (la valeur théorique vaut approximativement le courant critique de GL divisé par Γ , soit pour $\Gamma \sim 1000$, $10^5 A/cm^2$ contre une fraction d' A/cm^2 dans les mesures). On se retrouve donc dans la situation inverse de celle d'où l'on est parti. Ce n'est plus maintenant la présence d'un seuil en courant qui gêne notre interprétation, mais la faiblesse du seuil mesuré comparé au seuil théorique. Ce fait est sérieusement en défaveur de notre interprétation en terme de transition KT. Notons cependant deux points :

- Lorsque le paramètre d'anisotropie Γ est de l'ordre du millier, les propriétés électroniques du système sont très anisotropes ce qui indique un couplage interplanaire très faible. Malgré cela, l'écart théorique avec le cas strictement 2D (courant critique de quelques $10^5 A/cm^2$ avec couplage au lieu de zéro à 2D) est important. Cet effet paradoxal semble interdire complètement l'observation de la transition KT dans les monocristaux des SHTC (au moins sa signature en $V \sim I^\alpha$). Cependant il a été montré théoriquement²² que l'excitation de boucles de vortex Josephson entre les plans supraconducteurs renormalisait l'interaction interplans et pouvait ramener le courant

critique à des valeurs plus faibles. Ainsi la loi en $V=a_f(I-I_{cf})^{\alpha_f}$ pourrait être observée pour des gammes de valeurs de courant injecté correspondant à celles utilisées dans les expériences accessibles dans la littérature.

- Des caractéristiques en I^{α} ont été observées assez souvent dans les monocristaux des SHTC et interprétées comme indiquant une transition KT. Les valeurs de densités de courants utilisées au cours de ces expériences sont du même ordre que les nôtres, mais aucun seuil n'est rapporté par leurs auteurs. Elles sont toutes très inférieures au courant critique théorique de Fisher, par exemple Pradhan¹² fait des mesures de caractéristiques avec des densités de courants aussi faibles que $1\text{mA}/\text{cm}^2$ sans observer de seuil. Donc, soit l'interprétation de ces expériences en terme de transition KT ne peut être retenue, soit la théorie de Fisher est inapplicable, soit le mécanisme de renormalisation du couplage Josephson évoqué plus haut abaisse considérablement le courant critique.

Les données à notre disposition ne nous permettent pas de pousser plus loin cette analyse.

- Comportement sous champ.

Le champ magnétique peut induire une dissociation des paires de vortex, le processus donnant lieu à une dépendance en loi de puissance de la résistance vis-à-vis du champ magnétique appliqué (Eq.3) avec un exposant $\sigma(T)$. Ce comportement est prévu théoriquement par divers auteurs avec des résultats «assez» concordants mais des prémisses et des domaines d'application non équivalents. Fisher¹⁵ prédit la loi (3) lorsque le champ varie entre $1.1 B_{c1}$ et le champ d'irréversibilité (B_{irrf}), compris comme le seuil de désancrage du réseau de vortex induit par le champ. Dans cet intervalle le champ accroît le nombre de paires et a le même effet de dissociation que la température. Les paires dissociées donnent une contribution non nulle à R_L , même en dessous de T_{KT} , et proportionnelle à B^{σ} ou $\sigma = \frac{1}{2} \alpha$ en courant faible. Ce résultat suppose que le réseau de vortex est ancré ($B < B_{\text{irrf}}$) et que les vortex «dépáriés» ne le sont pas. Cette hypothèse ne nous paraît pas raisonnable puisqu'elle n'est justifiée ni dans le modèle de l'ancrage individuel ni dans celui de l'ancrage collectif où les interactions réseau-vortex dépáriés doivent localiser ces derniers, même s'ils ne sont liés directement à aucun défaut. Dans l'approche de Martin et al ce paradoxe disparaît puisque ces auteurs ne prévoient une loi de puissance que dans la gamme de champ où les vortex induits par le champ sont moins nombreux que ceux provenant de paires dissociées. La dépendance (3) de la résistance en puissance du champ est alors prévue si l'ancrage est nul.

C'est cette approche que nous retenons pour analyser nos résultats expérimentaux. Elle prévoit un champ d'irréversibilité électrique B_{e1} (à ne pas confondre avec le B_{irrf} de Fisher) égal à B_{c1} , champ auquel commencent à se dissocier les paires de vortex et à apparaître les vortex dus au champ. Cette approche suppose que la « limite à

champ nul » ($B \rightarrow B_{c1}$) de la température de désancrage des vortex est plus basse que T_{KT} . Dans le cas contraire, les vortex induits par le champ et les vortex dissociés doivent être ancrés même à T_{KT} et la transition de dissociation difficile à identifier. Déterminons dans quelles gammes de champ et de température le modèle de Martin est applicable, c'est à dire quel est le champ $B_M(T)$ au dessus duquel on ne peut plus négliger la contribution du réseau de vortex à la résistance. La densité de vortex induits par le champ est $n_{ch} \sim B/\Phi_0$. La densité de paires dissociées^{11,17} est $n_f = (\alpha - 3)/(2\pi\xi^2) (B/B_{c2})^\sigma$ et $B_{c2} \xi^2 \sim \Phi_0$, ce qui donne

$$\frac{n_f}{n_{ch}} \sim \frac{(\alpha - 3)}{2\pi} \left(\frac{B}{B_{c2}}\right)^{\sigma-1} \quad (11).$$

En dessous de T_{KT} , α est théoriquement plus grand que 3 et B_{c2} est beaucoup plus élevé que la gamme de champ étudiée, c'est à dire que si $\sigma > 1$ le nombre de vortex induits par le champ est toujours plus élevé que le nombre de vortex dépariés ($B_M \sim B_{c1}$). Dans le cas contraire, c'est l'inverse qui est vrai ($B_M \sim B_{c2}$). Ce n'est a priori qu'au voisinage immédiat de T_{KT} , où $\alpha \sim 3$ et $\sigma \sim 1$, que B_M doit prendre des valeurs intermédiaires entre B_{c2} et B_{c1} . Comme en théorie σ est toujours supérieur à 1 (Eq.12) pour $T < T_{KT}$, l'approche de Martin est inconsistante en dessous de T_{KT} , au moins strictement à 2D. Notons cependant que dans nos systèmes la relation $n_{ch} \sim B/\Phi_0$ n'est vérifiée qu'à des champs supérieurs à la gamme étudiée ici (voir §6.6.1), et que donc l'expression (11) surestime en fait la fraction de vortex dûs au champ, ce qui donne « de la marge » à la théorie de Martin. En dessous de 100 K, σ est déterminé, comme α , par la densité superfluide renormalisée n_s (voir Eq.9), on s'attend donc, d'après la (les) théorie(s), à une relation linéaire entre α et σ ; pour ne citer que les prévisions de Fisher¹⁵ et de Martin¹¹ :

$$\underline{\text{Fisher}} : \begin{cases} I \rightarrow \infty & \alpha = 2\sigma + 1 \\ I \rightarrow 0 & \alpha = 2\sigma \end{cases} \quad (12)$$

$$\underline{\text{Martin}} : \alpha = 2\sigma + 1$$

Nous devons comparer nos données expérimentales à ces théories en distinguant les deux zones de champs dans lesquelles la loi $R_L \sim B^\sigma$ est vérifiée. On est naturellement conduit, par un simple argument de continuité, à supposer que c'est dans la limite des champs faibles que l'on doit retrouver le phénomène de dissociation observé en champ nul, et que, partant, la limite des champs forts correspond à la limite théorique $B > B_M$, au delà de laquelle les vortex du champs deviennent dominants et où la théorie KT ne s'applique plus directement. En fait il faut être plus prudent. En effet, les théories de

Fisher et Martin prévoient un comportement de R_L en puissance du champ du à l'action des vortex du champ sur les paires, c'est à dire avec un seuil en champ égal à B_{c1} . Il est donc tout à fait possible que le comportement ($R_L \sim B^{\sigma_>}$) que nous observons à bas champ corresponde à un tout autre phénomène que la dissociation induite par le champ. La limite entre les deux régimes observés correspondant alors, non à B_M , mais à B_{c1} , le régime forts champs étant induit par la dissociation des paires sous champ et observé pour $B_{c1} < B < B_M$ avec B_M plus élevé que la gamme de champs observée. Nous allons montrer maintenant que nos données sont plus en accord avec la première hypothèse, en comparant les conclusions que l'on tire de ces deux scénarios aux faits expérimentaux.

- **Champs forts:** Nous supposons maintenant que le régime fort champ décrit par l'exposant $\sigma_>$ est du à la dissociation des paires de vortex induite par le champ. Théoriquement, en température croissante, on doit, d'après (12), avoir à T_{KT} soit $\sigma = 3/2$ soit $\sigma = 1$. Cette dernière valeur est la plus proche de la valeur observée $\sigma_> = 1/4$. Elle en est cependant très éloignée! Martin et al¹¹ indiquent que σ ne saute pas à T_{KT} (les équations (12) ne sont alors valables que pour $T < T_{KT}$) mais doit s'annuler continument à T_{cm} . C'est ce que nous observons (en prenant, comme nous l'avons montré plus haut, $T_{cm} = T_{c0}$), l'exposant $\sigma_>$ mesuré s'annulant à 110K. Les valeurs mesurées de $\alpha/(2\sigma_>+1)$ en dessous de T_{KT} sont présentées dans le tableau 5.1.

T	90	91	92	94	96	98
α	6.5	6.7	6.32	5.4	4.98	4
$\sigma_>$	0.57	0.51	0.456	0.41	0.35	0.28
$\alpha/(2\sigma_>+1)$	3.03	3.31	3.3	2.97	2.93	2.6

Tableau 5.1: Coefficients α et $\sigma_>$ (Eqs.1, 3) et rapport $\alpha/2\sigma_>+1$ (Eq.12) à différentes températures.

Cette grandeur reste approximativement égale à 3 dans toute la gamme de température alors que α et $\sigma_>$ varient considérablement sur cette même gamme. Le parallélisme entre les courbes $\alpha(T)$ et $\sigma(T)$ prévu par l'équation (12) est ainsi vérifié mais le rapport est trois fois plus élevé que ce qui est prédit par Fisher.

Nos données indiquent des valeurs de $\sigma_>$ inférieures à 1 lorsque $T > 85$ K. Dans cette gamme de température ce sont donc, d'après (11), les vortex dépariés qui dominant ($B_M = B_{c2}$). Ce n'est que dans le voisinage immédiat de 85 K que B_M peut prendre des valeurs intermédiaires entre 0 et B_{c2} . Au dessus de 85 K les vortex dissociés sont majoritaires mais peuvent éventuellement être ancrés. Cette analyse est bien sur modifiée si elle est faite avec α_f . Ce dernier étant proche de 3, n_f est défavorisé dans (11) et, au dessus de 85 K, B_M peut prendre une valeur finie, plus petite que B_{c2} , que nous ne pouvons estimer, faute d'une mesure assez précise de α_f en dessous de 100 K.

Nous verrons dans le paragraphe suivant que la portion basse température de la ligne d'irréversibilité s'extrapole à zéro en $T=85$ K, qui correspond à la température de désancrage des vortex en champ nul. Au dessus de cette température (entre 85 et 100 K) c'est le mécanisme KT qui domine et conduit à des faibles valeurs de $B_{el}=B_{c1}$. En dessous de cette température l'ancrage prolonge le comportement irréversible ($R_L=0$) jusqu'à des champs plus élevés que B_{c1} en accord avec les grandes valeurs de B_{el} observées dans ce domaine (Fig.5.22). Lorsque T atteint T_{KT} , la ligne s'annule du fait de l'annulation de B_{c1} du au mécanisme KT²⁹.

Si l'on interprète l'exposant $\sigma_>$ mesuré à fort champs dans le cadre de la théorie KT, nous sommes donc conduits aux conclusions suivantes. En dessous de 85 K la ligne d'irréversibilité et la loi $R_L \sim B^\sigma$ ne peuvent être interprétées dans le cadre KT : les champs d'irréversibilité sont trop élevés pour cette théorie et les vortex induits par le champ sont majoritaires. Entre 85 K et 94 K la courbe $\sigma_>(T)$ s'extrapole à 0 en $T=100$ K ce qui est en faveur d'une interprétation de cette partie de la ligne en termes KT. Cependant les valeurs numériques des exposants α et $\sigma_>$ ne correspondent à aucune des prévisions théoriques. Même si l'on prend α au lieu de α_f , un désaccord d'un facteur trois persiste avec l'équation (12). Si l'on maintient, malgré cela, cette interprétation, elle peut se résumer sur le schéma 1-A. B_{el} au dessus de 85 K est égale à B_{c1} et s'annule à $T_{KT}=100$ K. Pour $T < 85$ K, la ligne d'irréversibilité est déterminée par le réseau de vortex induits par le champ, sans préjuger de la nature exacte de cette partie de la ligne (fusion, désancrage thermique, ...). On s'attend donc, dans le cadre de cette première interprétation, à observer, en dessous de 85 K, un régime TAFF, « standard » à fort champ, et modifié par la présence des paires à faible champ, et au dessus de cette température, un régime de dissipation lié aux vortex dépariés mais avec un ancrage négligeable (flow). Cette interprétation nécessite donc une coïncidence entre la température de désancrage des vortex en champ nul (85 K) et la température où les vortex dépariés deviennent dominants. Si l'on exclu une coïncidence due au hasard, ce n'est possible que si c'est la présence de ces derniers qui abaisse à zéro le champ de désancrage (I_L) à 85 K. Il faut pour cela que la ligne en dessous de 85 K corresponde à une fusion du solide de vortex (la présence de paires ou de vortex dépariés n'a aucune raison d'agir sur l'ancrage de vortex individuels). Dans ce cas, au dessus de la ligne le système de vortex est « liquide » et soumis au régime TAFF mais la ligne elle-même est due à la fusion. Nous verrons plus loin (§5.3) que cette idée est en désaccord avec une observation plus fine du comportement des caractéristiques sous champ.

- **Champs faibles.** Nous supposons maintenant que c'est le régime observé à bas champs qui est dû à la dissociation, induite par le champ, des paires de vortex et que c'est donc l'exposant $\sigma_<$ qui doit être comparé avec l'équation (12). L'accord approximatif entre les valeurs mesurées de α_f (~ 3) et de $\sigma_<$ (~ 1) est meilleur que pour

le scénario précédent. La constance du rapport $\alpha/(2\sigma_{<}+1)$ avec la température ne peut cependant être vérifiée en raison de la faible précision des mesures de ces deux paramètres, si ce n'est qu'aucun des deux ne semble vraiment varier avec T.

La loi $R \sim B^{\sigma_{<}}$ est vérifiée avec un exposant à peu près constant, compatible, dans le cadre de la théorie KT, avec les valeurs mesurées de α_f . Une valeur de $\sigma_{<}$ proche de 1 et une valeur de α_f proche de 3 indiquent, d'après l'équation (11), que le champ B_M séparant les gammes de températures de dominance des types de vortex est compris entre B_{c1} et B_{c2} sans être spécialement proche de l'une ou l'autre de ces limites. La précision de mesures est insuffisante pour le déterminer à partir de (11) mais il est raisonnable de penser qu'il correspond au champ où l'exposant σ passe de sa valeur bas champ ($\sigma_{<}$) à sa valeur fort champ ($\sigma_{>}$). Cette interprétation est résumée sur le schéma 1-B. Nous reviendrons au §5.4 sur le lien de la ligne $B_M(T)$ avec la ligne d'irréversibilité. A basse température B_M décroît lorsque T augmente et semble venir s'annuler à 100K. Au dessus de 100 K B_{c1} est nul et les vortex induits par le champ sont immédiatement présents dans l'échantillon. Comme α est alors inférieur à 3 il n'est pas possible d'utiliser (11) pour savoir si les vortex du champ dominant. Expérimentalement nous observons une région dans laquelle les deux contributions sont inséparables, parce que les deux types de vortex sont présents en grand nombre et parce que, du fait de la diminution de α et de σ , leurs comportements apparents deviennent similaires. Le changement de régime observé à 85 K ($\sigma_{>}$ passant d'une valeur >1 à une valeur <1) peut alors être comprise en terme d'action de paires sur les vortex excités par le champ, les premières tirant l'exposant $\sigma_{>}$ vers des faibles valeurs ($\sigma_{<}$) d'autant plus fort qu'elles sont en plus grand nombre c'est à dire que la température est haute. L'action des paires se fait alors sentir au delà de B_M dans une gamme de champ qui augmente avec T (voir schéma 1-B). Ce n'est qu'à basse température que l'action des paires devient complètement négligeable dans toute la gamme de champ (en dessous de B_M , $R_L \sim 0$, au dessus de B_M $R_L \sim B^{\sigma_{>}}$), car, en raison de leur caractère thermiquement activé, leur nombre devient exponentiellement petit.

Cette comparaison des données fort et bas champ est évidemment en faveur de l'interprétation KT réduite aux faibles champs. Un simple argument de continuité serait suffisant. Il est renforcé par l'accord observé à bas champ entre les valeurs numériques de α_f et $\sigma_{<}$ et par le fait que, à haute température, les variations de $R_L(B)$ saturent en fait à fort champ et ne peuvent donc plus être décrites par la loi $R_L \sim B^{\sigma_{>}}$. Les faibles variations, si variation il y a, de ces deux paramètres, avec la température, sont cependant problématiques. En particulier, en l'absence de transition KT, l'exposant $\alpha-1$ (c.a.d n_S d'après (9)) doit s'annuler à T_{cm} . Ce fait semble repousser T_{cm} à des valeurs très élevées et donc contredire l'assimilation que nous avons faite au §5.2.1 entre T_{cm} et T_{c0} . Il faut cependant nuancer cette conclusion en remarquant que l'on peut supposer

que loin de T_{cm} , la densité de paire renormalisée n_s prend sa valeur à saturation, ce ne serait que plus près de 110 K, au delà de T_{KT} , que l'affaiblissement de n_s commencerait à se faire sentir, la mesure de T_{cm} par extrapolation de $\alpha-1$ à zéro étant alors impossible dans la gamme de température où n_s est presque saturée.

Notons enfin que la situation théorique sous champ est relativement confuse, les modèles ne sont pas tous en accord et l'effet du couplage interplan et de l'ancrage sur la loi $R_L \sim B^\sigma$ n'est pas pris en compte. Il est donc difficile de conclure en faveur ou en défaveur de la transition KT au vu des données sous champ. Nous reviendrons au paragraphe 5.4 sur ces diverses questions et en particulier sur le lien de la ligne d'irréversibilité avec le mécanisme KT.

5.2.5) Au-delà de la transition KT.

Discutons maintenant des observations faites à des températures supérieures à T_{KT} . Nous observons à T_{c0} plusieurs phénomènes indiquant la présence d'une transition de phase, onset du diamagnétisme, indépendance de la résistance avec le champ magnétique et, comme nous allons le voir maintenant, divergence des fluctuations de conductivité qui se manifestent au dessus de T_{c0} . L'existence de cette seconde transition de phase au dessus de T_{KT} et la nature de l'ordre supraconducteur entre ces deux températures ne sont pas évidents au point de vue théorique. Avant de discuter ces différentes questions nous allons présenter les fluctuations de conductivité observées au dessus de 100 K.

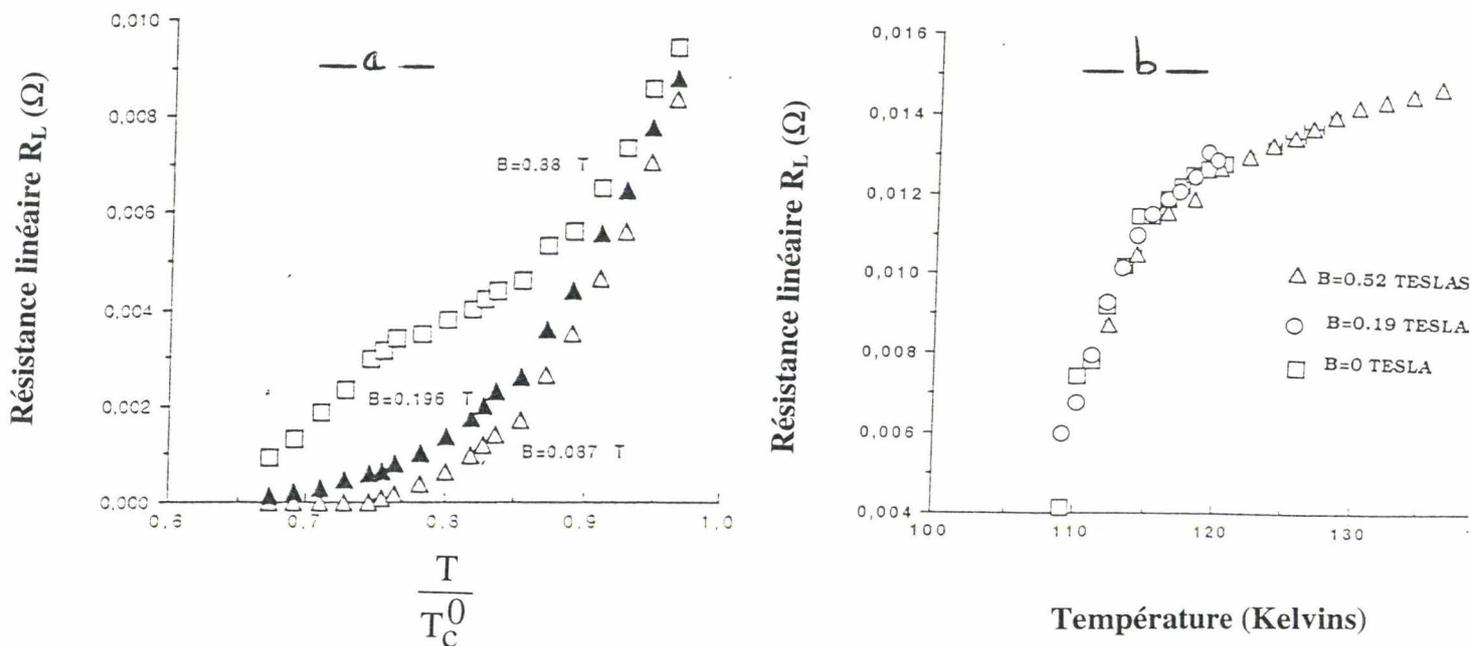


Fig.5.13. Résistance linéaire en fonction de T à diverses valeurs de B.
a- En dessous de T_{c0} . b- Au-dessus de 110 K pour trois valeurs de champ.

Un changement du régime de décroissance des courbes $R_L(T)$ est observé à 120K, quelque soit le champ appliqué (Fig.5.13-b). La décroissance se fait beaucoup plus rapide pour toutes les courbes en dessous de 120 K, la résistance diminue d'environ 7% par Kelvin entre 120 et 110 K alors que la décroissance n'est que de 14% entre 120 et 135 K. Au dessus de 110 K les courbes à divers champs sont pratiquement confondues, indiquant une très faible dépendance de R_L en champ magnétique (voir aussi §5.2.3 et Fig.5.10). Par ailleurs les caractéristiques $V(I)$ continuent à présenter un comportement non linéaire au dessus de T_{c0} (Fig.5.1-b). La caractéristique est alors séparée en deux branches linéaires à faible (pente R_{L-}) et fort (pente R_{L+}) courants. On peut mettre en évidence cette non linéarité en étudiant le rapport :

$$q = (R_{L+} - R_{L-}) / (R_{L+} + R_{L-}) \quad (13).$$

Les variations de q en température sont présentées sur la figure 5.14-a, et le courant de décollement I_d , qui sépare les régions linéaires et non-linéaires de la caractéristique, sur la figure 5.14-b.

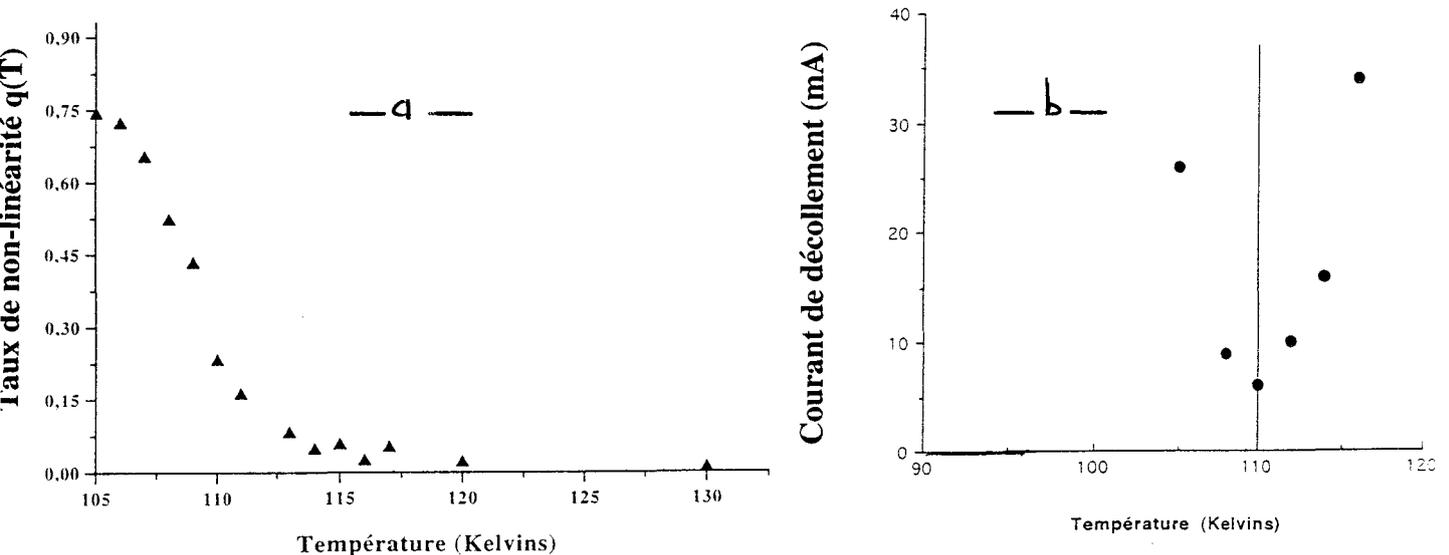


Fig.5.14. a- Taux de non-linéarité q en fonction de T . b- Courant I_d en fonction de T .

I_d décroît d'abord pour des températures inférieures à 110 K, où il passe par un minimum puis se met à augmenter dans l'état normal. Cette augmentation traduit une extension de la région occupée par le régime « bas courants » linéaire de la caractéristique. q décroît très vite entre 105 et 120 K, température à laquelle il devient pratiquement inmesurable et où le régime linéaire est rétabli dans toute la gamme de courant.

Ces phénomènes sont la signature de fluctuations supraconductrices dans l'état normal que nous observons entre 110 et 120 K et qui ont été décrites théoriquement par Aslamazov et Larkin²³. Dans un supraconducteur lamellaire, le domaine de fluctuations peut être très étendu. Le système développera alors dans l'état normal des fluctuations supraconductrices loin de la température critique. L'accroissement de conductivité $\Delta\sigma$ dû aux fluctuations vaut :

$$\Delta\sigma_{2D} = \frac{e^2}{16hd} \frac{1}{\frac{T}{T_{cm}} - 1} \quad ; \quad \Delta\sigma_{3D} = \frac{e^2}{32\eta\xi(0)} \frac{1}{\sqrt{\frac{T}{T_{cm}} - 1}} \quad (14)$$

respectivement pour les dimensions 2 et 3. d désigne la distance entre les plans, $\xi(0)$ la longueur de corrélation de G-L à 0 K et T_{cm} la température de champ moyen. Les fluctuations divergent à T_{cm} .

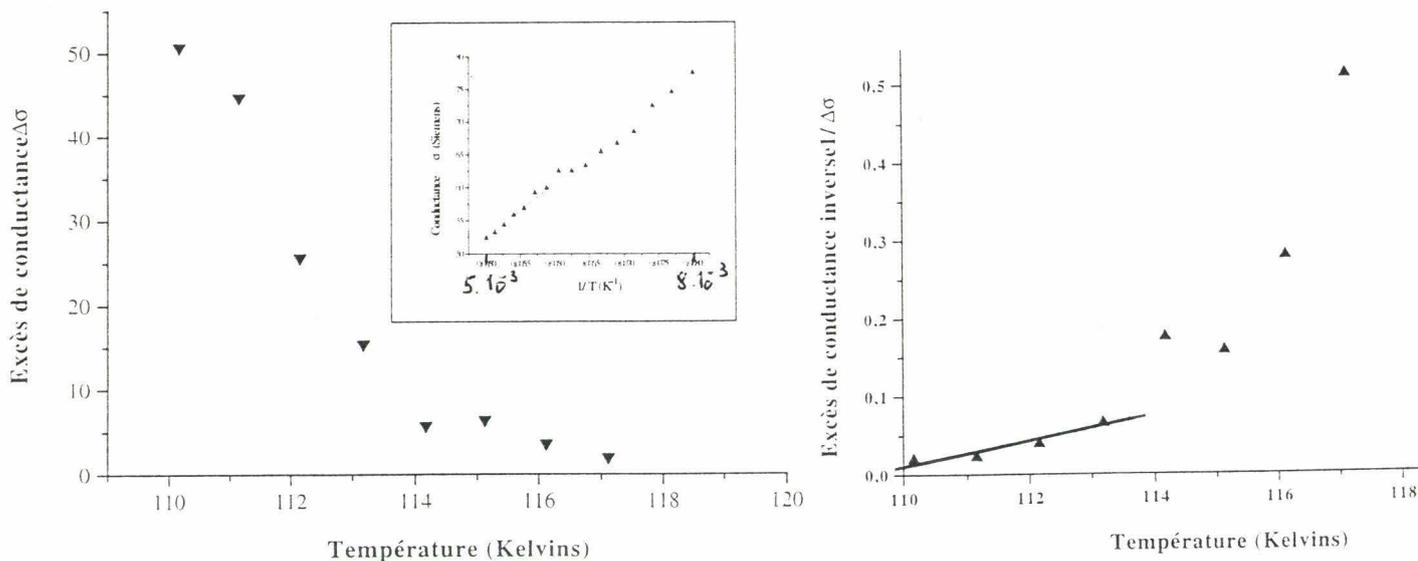


Fig.5.15. Comparaison de l'excès de conductivité aux lois de A-L. En insert, la courbe de conductance au-dessus de 120 K qui a été retranchée à σ en dessous de 120 K.

Nous avons comparé nos données aux formules précédentes (Fig.5.15). Pour ce faire, nous avons retranché à la conductivité mesurée la contribution en $1/T$ existant seule au-delà de 125 K. Les mesures ne sont pas suffisamment précises pour déterminer la dimensionalité de fluctuations mais permettent d'estimer T_{cm} . Dans les deux cas (2D et 3D), les courbes s'extrapolent vers 110K. A champ nul T_{cm} et T_{c0} **coincident** donc. On retrouve un résultat déjà obtenu en analysant la courbe $R_L(T)$ entre T_{KT} et T_{c0} (§5.2.1).

Théoriquement, dans les systèmes strictement 2D, la température de transition supraconductrice est ramenée à 0 et seul un ordre à moyenne portée (« topologique ») persiste jusqu'à T_{cm} . Quelles sont les propriétés électriques et magnétiques de cet ordre? En l'absence de vortex excités thermiquement le système possède une résistance nulle tant que la densité locale de paires de Cooper reste non nulle en tout point, c'est à dire jusqu'à T_{cm} . De même l'effet Meissner doit également se manifester²². Les vortex dépariés font décroître la température de transition résistive jusqu'à $T_{KT} < T_{cm}$ et annulent le premier champ critique à cette même température mais ne modifient pas la température d'onset de l'effet Meissner. Le couplage interplan ramène la température de transition à une valeur finie qui peut être supérieure ou inférieure à T_{KT} . Dans les deux cas la transition KT persiste pour un couplage interplan assez faible (il n'y a aucune raison pour que la valeur de couplage pour laquelle la température de transition dépasse T_{KT} soit la même que celle pour laquelle l'élargissement de la transition KT détruit cette transition). Deux questions se posent alors :

1- Comment peut on distinguer la zone contrôlée par les vortex dissociés ($T_{KT} < T < T_{c0}$) de la zone de fluctuations ($T_{c0} < T < T_{fluc}$)?

2- En dessous de T_{KT} l'ordre supraconducteur est-il à longue portée?

Si oui T_{c0} représente la température à laquelle se produirait la transition si les paires de vortex ne pouvaient se dissocier. Dans ce cas persiste-t-il une transition de phase à T_{c0} malgré la transition KT?

Si non T_{c0} représente seulement la température de champ moyen c'est à dire la température à laquelle l'ordre supra à moyenne portée disparaît en l'absence de dissociation de paires de vortex. Le couplage interplanaire conduit-il alors à une autre transition en dessous de T_{KT} entre un ordre supraconducteur à longue portée à basse température et un ordre à moyenne portée à plus haute température, détruit seulement à T_{KT} ?

Qu'en est-il dans nos composés? Notons en premier lieu la coïncidence entre la température de champ moyen T_{cm} et la température d'onset du diamagnetisme T_{c0} . Autre fait important, à T_{c0} le comportement électrique devient pratiquement indépendant du champ magnétique et aucune propriété magnétique (en alternatif voir Ch.4 et Ch.6 en continu) n'est observée au dessus de T_{c0} . Ceci indique que la profondeur de pénétration est plus faible que la taille des domaines supraconducteurs fluctuants. L'onset de l'effet Meissner traduirait ainsi le moment où la profondeur de pénétration devient plus petite que la taille des domaines. Au dessus de T_{c0} , les domaines sont très petits et entre eux le système est dans l'état normal. A partir de T_{c0} un ordre (au moins à moyenne portée) s'établit, c'est à dire que localement le paramètre d'ordre est non nul en tout point mais les paires dissociées et les fluctuations de phase de grandes longueurs d'onde détruisent la cohérence de phase à grande distance. Ce scénario est compatible avec une transition de phase à T_{c0} ou avec un passage progressif entre deux régimes de fluctuations.

Notons pour terminer, en faveur d'un ordre supraconducteur à longue portée, détruit seulement à T_{KT} par la dissociation des paires, les mesures d'effet Josephson (nécessitant une phase définie de chaque côté de la jonction) faites par de nombreuses équipes en dessous de T_{KT} et la coïncidence de T_{c0} et T_{cm} .

D'un autre côté, si le couplage interplan est capable de ramener la température de transition à T_{cm} , on imagine mal que le système reste suffisamment 2D pour être le siège d'une transition KT.

5.3) Courants critiques.

En champ nul nous venons de voir qu'un courant critique I_c existe en dessous de T_{KT} . A T_{KT} I_c s'annule en même temps que R_L devient non nulle.

La transition résistive s'élargit sous l'action du champ magnétique. A $T < T_{KT}$ une dissipation à bas courant est observée au dessus d'un champ $B_{el}(T)$ qui définit dans le plan B-T une ligne que l'on appelle « **ligne d'irréversibilité électrique** ». Au dessus de la ligne le comportement est dissipatif car les vortex peuvent se mouvoir sous l'action de la force de Lorentz induite par un faible courant de transport. On dit alors que le système est dans la zone réversible du diagramme B-T, par analogie avec les propriétés magnétiques du réseau de vortex qui sont réversibles lorsque ces derniers peuvent se mouvoir sous l'action d'une faible force extérieure. Nous discuterons au chapitre 6 de la relation qui existe entre la « réversibilité » électrique et la réversibilité magnétique.

Cette définition de B_{el} est ambiguë. Elle peut en effet s'interpréter de deux façons :

- 1- A B_{el} la résistance linéaire R_L s'annule.
- 2- A B_{el} le courant critique s'annule.

Ces deux définitions donneront deux lignes différentes si, au moment où le courant critique s'annule, la caractéristique présente, à faible courant, un comportement en loi de puissance $V = aI^\alpha$ ($\alpha > 1$). Dans ce cas, en champ et/ou en température croissants, on observera en premier l'annulation du courant critique puis, seulement, l'apparition d'une résistance linéaire non nulle. La ligne d'irréversibilité correspondant au premier critère sera donc plus haute que celle du deuxième critère. Nous avons vu que, en champ nul, c'est ce qui est prévu par la théorie KT pour les systèmes strictement 2D mais que, dans notre système, le couplage interplan avait pour effet de faire coïncider les températures d'annulation du courant critique et de la résistance linéaire (T_{KT}). Plus généralement, les deux lignes coïncident si ce sont les mêmes processus physiques qui sont à l'origine des parties linéaires et non linéaires des caractéristiques sauf si, comme dans le modèle du TAFF, ces lignes dépendent d'un critère expérimental qui peut ne pas être le même. Notons enfin que le premier critère sonde plus finement les propriétés « microscopiques » des vortex que le second. En effet, si la caractéristique possède une

pente nulle à faible courant, le deuxième critère considèrera le comportement des vortex comme réversible alors que, dans la limite des courants infinitésimaux, aucun déplacement de vortex (et donc aucune tension) n'est observé.

En champ nul la température d'irréversibilité est la température de transition de dissociation des paires, qui a déjà été étudiée au paragraphe précédent et qui prend la même valeur pour les deux critères. A basse température et/ou à fort champ le comportement électrique du système est déterminé par les vortex induits par le champ et la ligne d'irréversibilité relève donc a priori de processus physiques différents. C'est dans cette gamme de champ que nous allons travailler maintenant.

Nous sommes en possession d'une masse importante de données expérimentales (caractéristiques en tous points du plan B,T) présentant une diversité importante de comportements. Pour mettre en évidence et comprendre l'unité de ces comportements sous champ il est nécessaire d'analyser préalablement la structure de l'ensemble de nos données expérimentales. Cette analyse **qualitative** préalable est comme nous allons le voir, non triviale. Pour cela nous présenterons successivement les questions qui se posent a priori lorsque l'on observe naïvement les données (§5.3.1), puis la méthode d'analyse que nous employons pour leur donner un sens (§5.3.2) et enfin une comparaison qualitative avec les résultats expérimentaux (§5.3.3). Ce n'est qu'au §5.4 que nous aborderons la question d'une comparaison quantitative des données avec les approches théoriques.

5.3.1) Position du problème sous champ.

Nous commencerons par l'analyse des courants critiques expérimentaux I_c (voir définition au paragraphe 5.1.1). Cette grandeur n'est pas d'un accès facile. Elle est définie en première approche par la valeur du courant en dessous de laquelle la tension mesurée est plus faible que le niveau de bruit V_m du système de mesure. Deux possibilités existent au delà de cette première approche : soit la tension s'annule réellement pour une valeur un peu plus faible que le courant ainsi déterminé, soit en fait la tension ne s'annule réellement que pour un courant nul, comme prévu par exemple dans le modèle de TAFF. [En suivant la notation utilisée dans le paragraphe précédent nous appellerons courants critiques apparents les valeurs mesurées directement de I_d et I_c et, s'ils sont différents de zéro, courants critiques réels (ou ajustés) les valeurs $I_{cf} < I_c$ et $I_{df} < I_d$ correspondantes.]

Une seconde difficulté tient à la présence, dans les caractéristiques expérimentales, d'une partie linéaire à bas courant, suivie d'une partie non linéaire au delà de I_d . Ces deux parties des caractéristiques ont-elles la même origine physique, ou traduisent-elles la superposition de deux phénomènes différents? Cette question se mélange à la précédente puisque, lorsqu'une pente non nulle est observable à l'origine, le

courant critique apparent I_c est automatiquement nul (ou pas loin de le devenir). Résumons le problème par les questions suivantes :

1- La partie linéaire des caractéristiques est-elle un phénomène thermiquement activé, c'est à dire restant non nul à toute température strictement positive, mais éventuellement indétectable à basse température.

2- Les caractéristiques $V(I)$ mesurées possèdent-elle un vrai seuil en courant, autrement dit le courant critique mesuré I_c est-il seulement apparent ou indique t'il la présence d'un vrai courant critique à une valeur légèrement plus basse ? Autrement dit encore, la partie non linéaire des caractéristiques est elle, elle aussi, thermiquement activée (auquel cas I_c n'est qu'apparent, $I_{cf}=0$) ?

3- Les parties haut et bas courant correspondent-elles à des processus physiques différents ?

A champ nul nous avons répondu à ces questions au paragraphe 5.2 où nous avons montré que le courant critique est défini sans ambiguïté et ceci pour deux raisons :

- La partie linéaire de la caractéristique (bas courant) n'apparaît qu'après l'annulation (continue) de I_c à T_{KT} .

- Nous avons ajusté les caractéristique avec une loi de type $(I-I_{cf})^\alpha$ qui permettait de vérifier que le I_c mesuré traduit la présence d'un vrai vrai courant critique I_{cf} .

A champ nul, les parties linéaires et non linéaires représentent donc des phénomènes différents, mouvement des vortex dissociés en courant pour l'un, et vortex dissociés par les fluctuations thermiques ou le champ magnétique pour l'autre. Jusqu'où s'étend, dans le plan B-T, le régime dominé par les paires de vortex ou les vortex dépariés, et comment se raccorde t'il au régime dominé par les vortex du champ?

5.3.2 Présentation de la méthode d'analyse.

A basse température et bas champ, seules les parties non linéaires des caractéristiques sont observables (Fig.5.16-a). I_c est alors strictement positif. La température T_I à laquelle I_c s'annule est définie par l'équation $I_c(T_I)=I_m$ ou $I_m \sim 1\text{mA}$ est la résolution en courant de notre système. Par contre, à plus haute température, en dehors des très bas champs, on observe systématiquement une partie linéaire dans les caractéristiques à bas courant (Fig.5.16-b) à laquelle se superpose, au dessus de $I_d > 0$, une partie non linéaire. [Cette propriété distingue radicalement le comportement du système sous champ et en champ nul où cette partie linéaire n'était perceptible qu'après l'annulation de I_c]. Le courant critique I_c est donc systématiquement égal à zéro, et seul le courant I_d peut être mesuré. Les définitions pratique de R_L et de I_d sont ainsi interconnectées. I_d est la valeur du courant pour laquelle $V(I)$ s'écarte de sa partie linéaire d'une quantité plus grande que la résolution en tension de notre système, V_m . En l'absence d'une partie non linéaire sur les courbes $V(I)$ la température T_R où R_L devient

apparemment non nulle est celle où la tension $R_L \cdot 100\text{mA}$ (maximum de la gamme de courant utilisée dans nos expériences) devient plus grande que V_m . Par contre lorsque $I_d < 100\text{ mA}$, R_L n'est perceptible que si $R_L I_d < V_m$ (Fig.5.16-a).

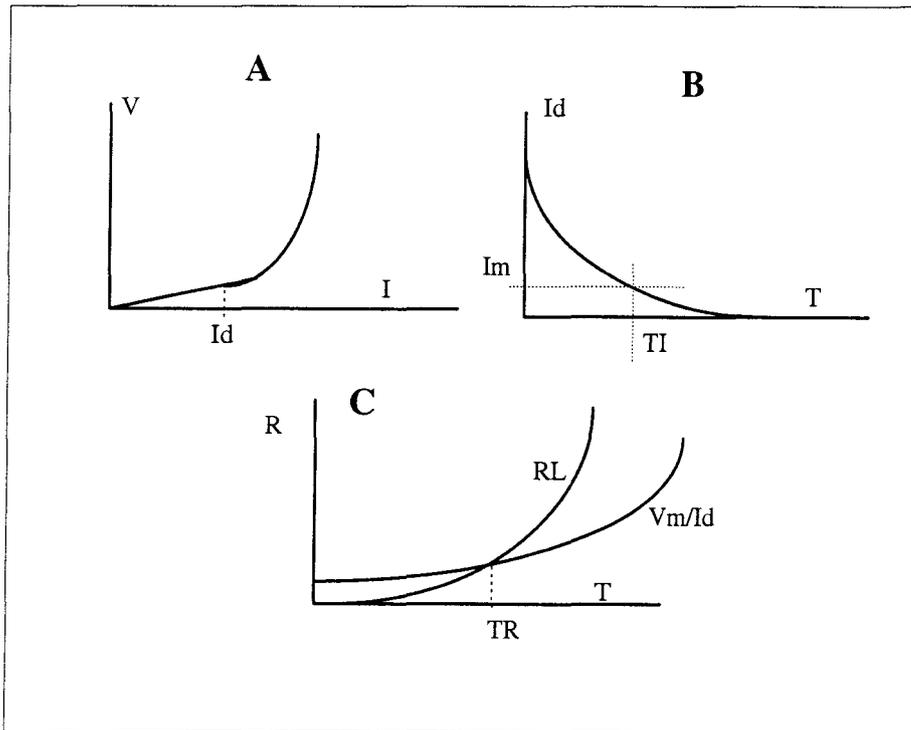


Fig.5.16. a- Schéma d'une caractéristique $V(I)$ avec une partie linéaire à bas courant ($I < I_d$) et une partie non linéaire à fort courant. **b-** $I_d=f(T)$. Au-dessus de T_I le courant est plus faible que la résolution en courant I_m . **c-** Croisement des courbes $R_L(T)$ et $V_m/I_d(T)$. Au-dessus de T_R la résolution du système de mesure permet de déterminer R_L .

Comme R_L croît avec T et I_d décroît, la température T_R où R_L devient apparemment nulle est donc déterminée par le croisement des courbes $R_L(T)$ et $V_m/I_d(T)$ (Fig.5.16-c). Cette approche est valable que les phénomènes soient ou non thermiquement activés. Puisqu'en général la partie non linéaire est perceptible sur les caractéristiques avant (en T et B) la partie linéaire, on prévoit, selon que les deux phénomènes sont liés au même processus ou non, deux comportements différents pour les courbes I_c et I_d :

* Si les processus sont différents la courbes $I_c(T)$ décroît lentement jusqu'à T_R où elle s'annule assez brutalement. En dessous de T_R , I_d n'est pas défini et prolonge la courbe de I_c au delà (Fig.5.17).

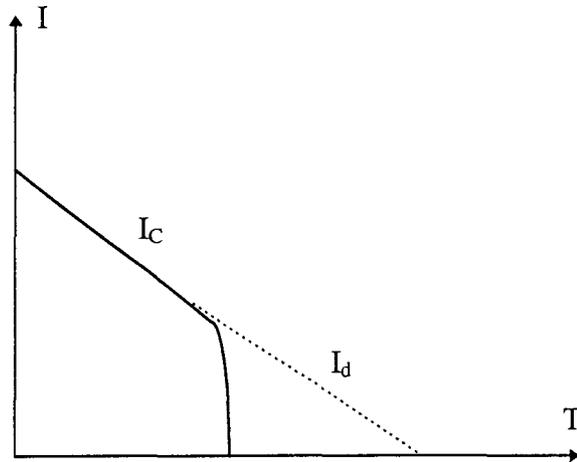


Fig.5.17. Evolution du courant I_c (trait plein) et du courant de décollement I_d (trait discontinu) lorsque les processus en action sont différents.

* Pour analyser la situation où les processus sont identiques nous allons nous restreindre au modèle du creep d'Anderson qui prévoit :

$$V = V_0 \operatorname{sh}\left(\frac{I}{I_0}\right) \quad (15-a)$$

$$\text{avec } V_0 = R_c I_A \exp\left(-\frac{U}{k_B T}\right) \text{ et } I_0 = I_A \frac{k_B T}{U} \quad (15-b)$$

où R_c est la résistance correspondant à la resistivité de TAFF ρ_c (Eq.1 ch.2) I_a est le courant critique d'Anderson $I_A = J_c S_{ech}$, S_{ech} est la section de l'échantillon et J_c la densité de courant critique d'Anderson.

Le modèle est trop grossier pour qu'une comparaison directe de (15-a) avec les caractéristiques mesurées soit envisageable. Il est par contre assez riche qualitativement, bien qu'il ne contienne que deux I_0 et V_0 dont on déduit la résistance théorique :

$$R_{TAFF} = \frac{V_0}{J_0} \quad (16)$$

Selon les valeurs relatives de V_0 et V_m d'une part et de I_0 , I_m et d'un courant critique I_{ce} en dessous duquel la tension est plus basse que V_m ,

$$I_{ce} = I_0 \operatorname{Argsh}\left(\frac{V_m}{V_0}\right) \tag{17}$$

six régimes sont observables. (Pour illustrer la différence entre I_c et I_{ce} notons par exemple que dans le modèle de TAFF I_{ce} n'est jamais nul (sauf à $T=0$ ou $V_m=0$) alors que I_c sera nul si $I_{ce} \leq I_m$).

Ces divers régimes sont présentés dans la figure 5.18-a ou sont indiquées, sur la ligne du haut, les caractéristiques théoriques et, sur celle du bas, les caractéristiques «apparentes» qui en sont déduites.

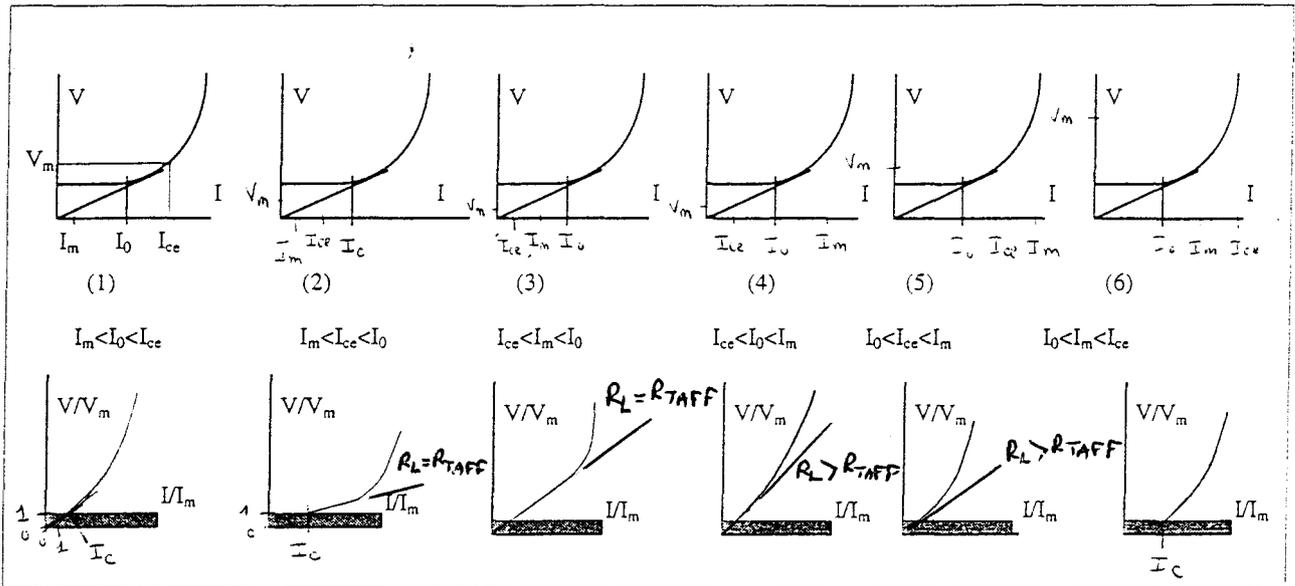


Fig.5.18.a- Définition des régimes observables des caractéristiques $V(I)$ prévues par la théorie d'Anderson. Première ligne: Définition des conditions des 6 régimes. Seconde ligne: Formes observables ou apparentes des caractéristiques correspondantes. La zone hachurée correspond au niveau de bruit de tension.

La situation (3) est la plus simple puisque courbes apparente et théorique coïncident, $I_c=0$ et $R_L=R_{TAFF}$. C'est la situation que l'on attend lorsque le régime TAFF est pleinement développé à l'échelle I_m et V_m . Le cas (2) est similaires sauf que $I_c \neq 0$ du fait qu'une fraction de la partie linéaire bas courant de la caractéristique tombe dans le bruit de tension (représenté par une bande hachurée sur les figures du bas). Dans le cas (4) on observe encore une caractéristique linéaire à bas courant mais avec une pente $R_L > R_{TAFF}$ donnée par :

$$R_{L(4)} = \frac{V_0}{I_m} \operatorname{sh}\left(\frac{I_m}{I_0}\right) \tag{18}$$

La non-linéarité apparaît à courants faibles mais non nuls. La situation (5) est très similaire sauf que la non-linéarité de la caractéristique est perceptible dès les courants

On peut passer du régime « idéal » basse température (1) au régime très dissipatif (4) par deux chemins non équivalents présentés sous les noms (α) et (β) dans la figure 5.18-b. Nous présentons dans la figure 5.19 l'évolution des grandeurs mesurables I_c , I_d et R_L suivant ces chemins.

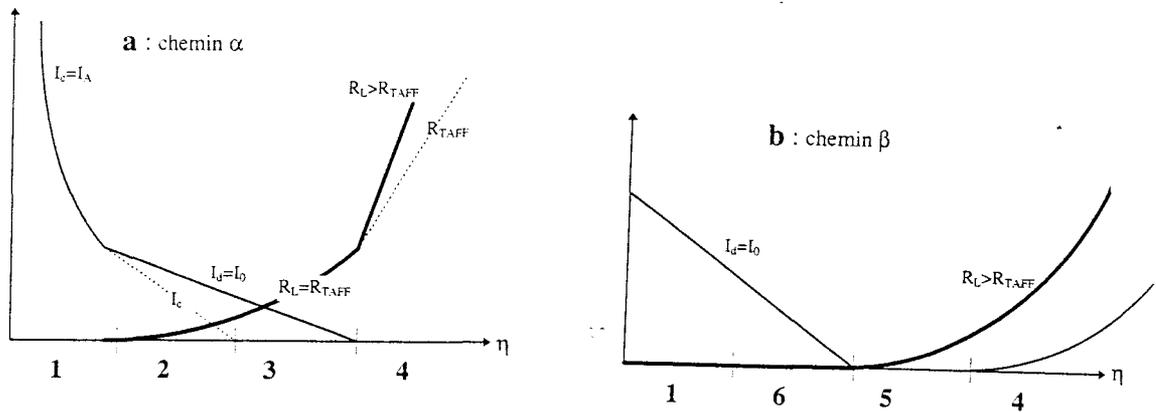


Fig.5.19. Evolution de la forme prévue pour les caractéristiques expérimentales suivant les deux chemins (α) et (β) indiqués sur la figure 5.18-b.

5.3.3. Comparaison avec les caractéristiques expérimentales.

L'analyse qualitative qui suit a pour but:

1- de distinguer entre les phénomènes en champ nul et sous champ et de repérer la zone du diagramme B-T où les processus observés en champ nul continuent à se produire,

2- de déterminer si, au delà de cette zone, les parties linéaire et non linéaire des caractéristiques sont associées à un même processus.

Pour cela nous avons procédé comme suit :

- Ajustement des parties non-linéaires ($V(I)-R_L I$) des caractéristiques avec une loi de type $a(I-I_f)^\alpha$ où I_f est ajusté de la même façon que dans le paragraphe 5.2 et représente I_{df} ou I_{cf} selon que $R_L=0$ ou non (Fig.5-20 pour $T=80$ K). Cette approche est le meilleur moyen de distinguer entre seuil apparent et seuil réel. Elle nécessite cependant une méthode d'extrapolation des courbes mesurées (au dessus du seuil apparent) jusqu'à des tensions nulles et dépend donc d'un modèle (ici une loi de puissance). En dessous de 100 K, l'ajustement de I_f donne systématiquement un résultat positif. La très grande majorité des exposants α déduits de cette méthode sont compris entre 2 et 3.

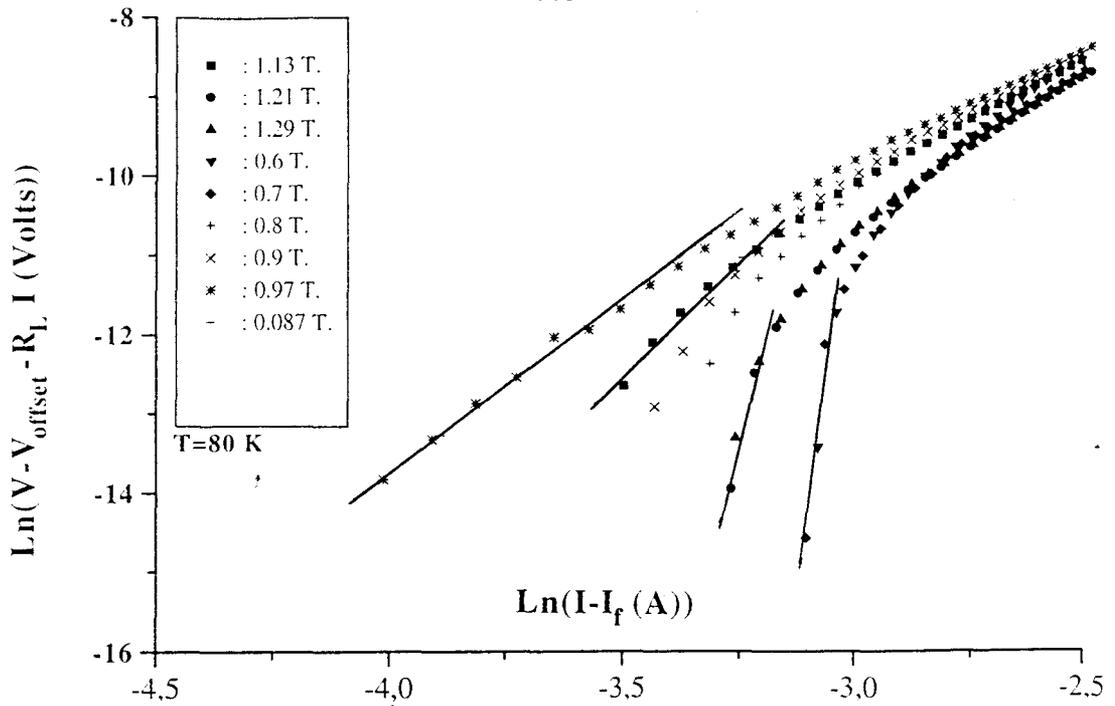


Fig.5.20. Caractéristiques corrigées de leurs parties linéaires en coordonnées Log-Log à T=80 K pour divers champs. Mise en évidence de la loi $V - R_L I \sim (I - I_c)^{\alpha}$ à bas courant.

- Les évolutions de I_c , I_d , R_L et α en fonction de B à 80 K sont présentées sur la figure 5.21.

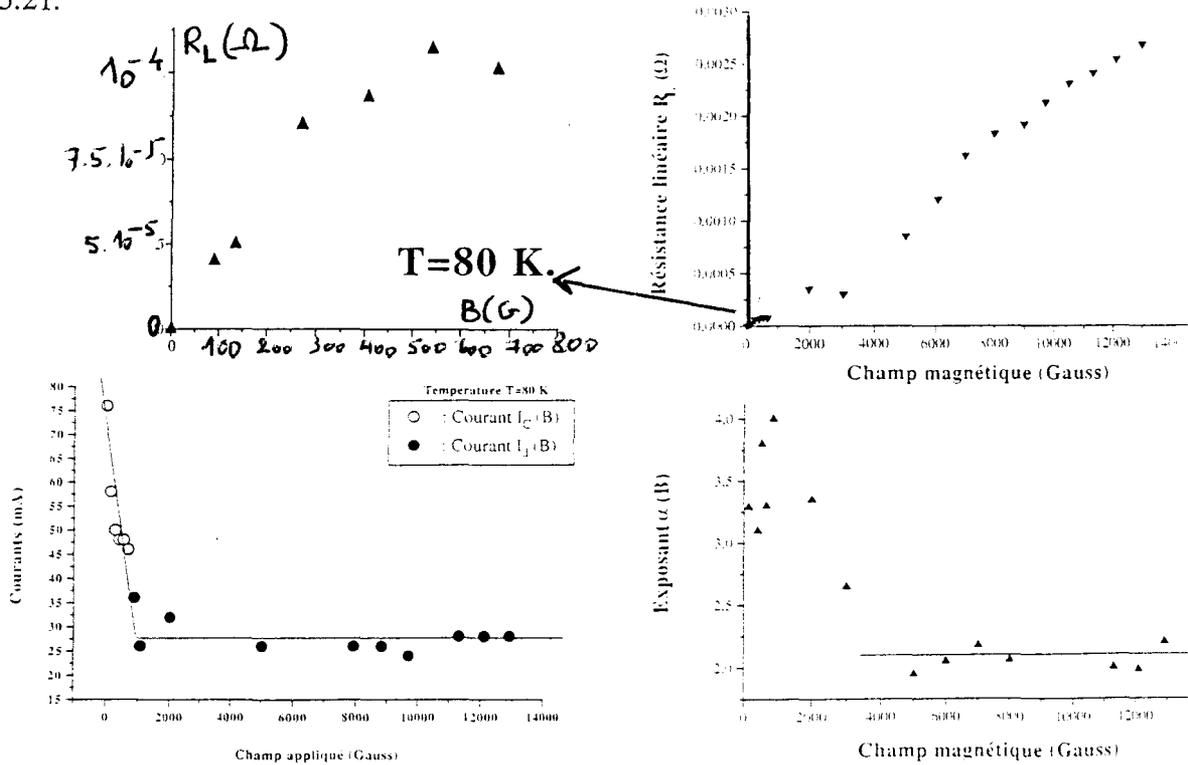


Fig.5.21. Courbes $I_c(B)$, $I_d(B)$, $R_L(B)$ et $\alpha(B)$ à T=80 K.

La résistance R_L est nulle seulement à $B=0$ puis croit lentement quand B augmente jusqu'à un champ $B_M \sim 1500$ G ou l'accroissement devient beaucoup plus rapide. Nous

avons vu au §5.2 que la partie bas champ pouvait s'ajuster avec une loi de puissance en $R_L \sim B^{\sigma_<}$ avec $\sigma_< \sim 1$ et la partie haut champ avec un exposant $\sigma_> > 1$. En $B=0$, I_c vaut 76mA puis se transforme continument en I_d qui diminue rapidement entre $B=0$ et B_M . A partir de B_M il diminue très lentement avec B (de 26 mA à 24 mA entre 2000 et 13000 Gauss). L'exposant α vaut ~ 3 en dessous de B_M et diminue progressivement pour atteindre ~ 2 vers 4000 G, valeur qu'il garde au delà de ce champ. Les valeurs ajustées I_{df} et I_{cf} sont légèrement plus basses que les valeurs apparentes I_c et I_d mais varient exactement de la même façon. On retrouve ce même comportement à toute température jusqu'à 100 K. La valeur à saturation de I_d ne dépend pratiquement pas de T (elle passe de 40 à 28 mA entre 70 et 110 K) alors que sa valeur en $B=0$ diminue. Ainsi, au dessus de $T \sim 91$ K la valeur bas champ de I_d est plus faible que sa valeur à saturation, de telle sorte que la courbe $I_d(T)$ est croissante à bas champ. Le champ B_M décroît avec T et devient plus petit que l'incrément minimum de champ étudié (100 gauss) vers 96 K. En dessous de 75 K, le régime bas champ est trop faible pour être observable. Dans cette gamme de température on obtient donc une résistance strictement nulle jusqu'à $B \sim 6500$ gauss et le courant I_c défini en $B=0$ se prolonge jusqu'à ce champ ou il se transforme continument en I_d . Au dessus de 100 K la différence entre le comportement bas champ et le comportement haut champ s'estompe.

Ces résultats nous permettent de distinguer deux phénomènes : en dessous de B_M le comportement est analogue à celui observé en champ nul et interprété au §5.2 en terme de mécanisme KT. Au-delà de B_M les vortex induits par le champ l'emportent et le comportement est différent. A bas courant une partie linéaire est observée sur les caractéristiques, suivie, au delà d'un courant $I_d \sim 30$ mA, qui dépend peu de T et de B , d'une partie non linéaire. Le fait que I_d reste pratiquement constant dans des gammes de champ et de température où R_L varie considérablement laisse penser que les parties bas et haut courant des caractéristiques correspondent à des phénomènes distincts. Si cela est vrai on comprend cependant mal pourquoi les deux parties des caractéristiques se mettent à dominer le comportement KT approximativement au même champ B_M . Pour distinguer entre ces deux possibilités nous nous proposons d'appliquer la méthode indiquée au § précédent en étudiant les déformations de la caractéristique sous champ constant lorsque T varie de 70 et 110 K.

Un exemple des caractéristiques mesurées à 5000 G à 80 K est présenté dans la figure 5.22 et l'évolution de R_L et I_d sur la figure 5.23. Les exposants α sont tous égaux à 2 ce qui indique que $B > B_M$. I_c est défini à $T=70$ K où il vaut 46 mA. Au dessus de cette température il devient I_d et décroît rapidement jusqu'à une trentaine de mA, valeur qu'il atteint vers 75 K et qu'il garde grossièrement jusqu'à 110 K. La résistance reste très faible jusqu'à 75 K puis augmente rapidement jusqu'à 110 K. Si l'on compare les caractéristiques de la figure 5.23 avec les prévisions du modèle d'Anderson présentées sur la figure 5.18, on constate que jusqu'à 74 K les caractéristiques

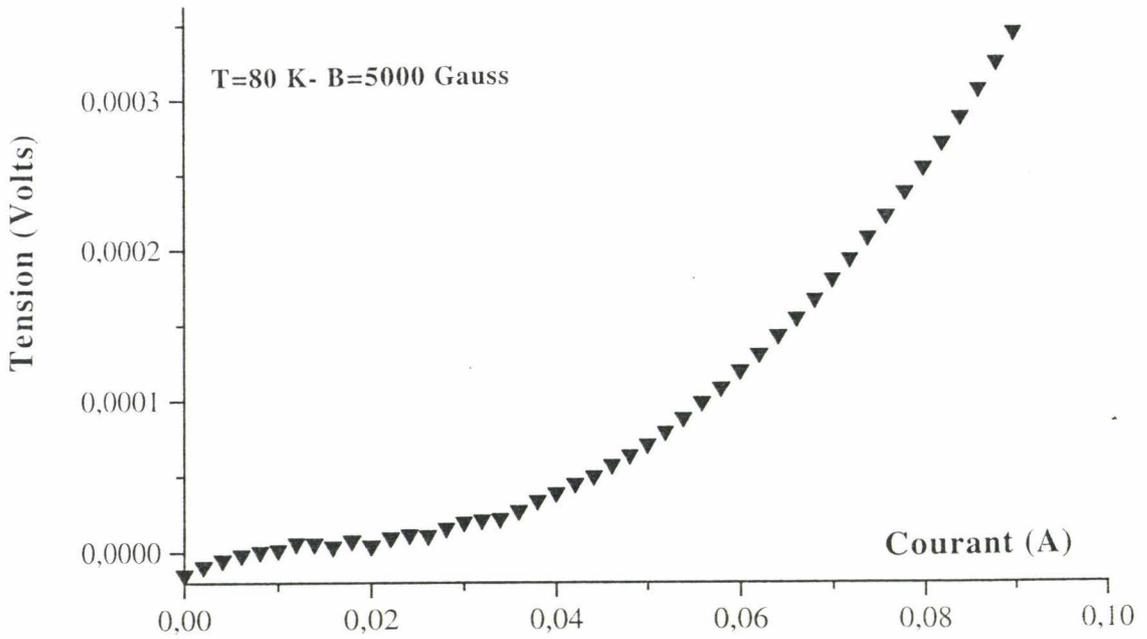


Fig.5.22. Exemple de caractéristique obtenue à 5000 G entre 70 et 110 K.

correspondent au régime (1) puis au régime (2) jusque vers 90 K et enfin au régime (3). Si on compare ce que nous observons pour $I_d(T)$ avec la courbe théorique de la figure 5.20, nous constatons un fort désaccord. Ceci est principalement du au fait que les caractéristiques à haute température ne présentent pas du tout la forme prévue par le modèle d'Anderson. Elles sont formées de deux portions linéaires de pentes différentes se rejoignant dans la région de I_d par une faible portion non linéaire. Autrement dit, si le modèle d'Anderson marche, le régime de flux creep en est pratiquement absent et on passe directement du régime TAFF au flux flow.

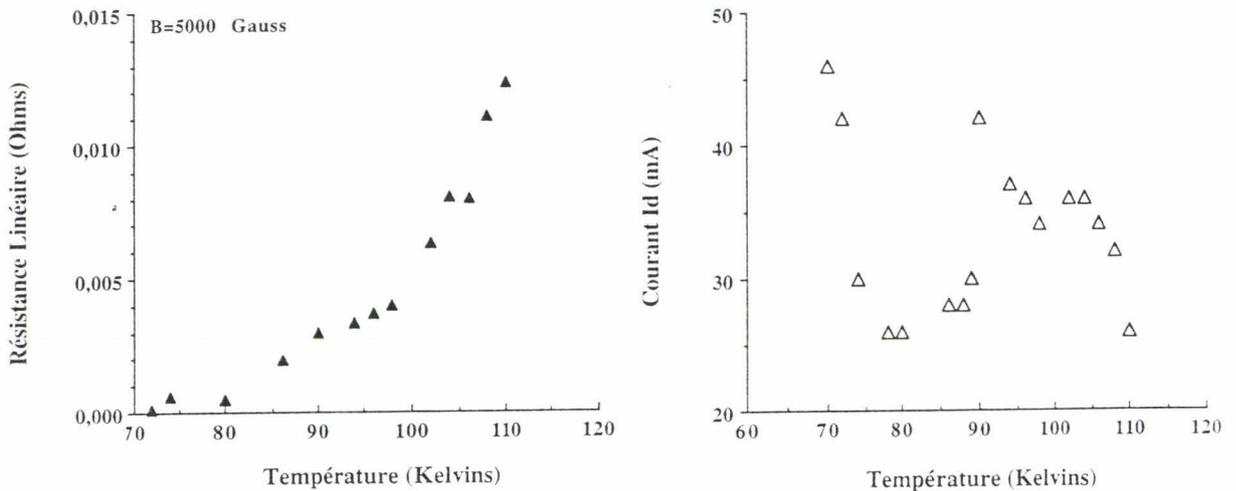


Fig.5.23. Résistance linéaire et courant de décollement I_d en fonction de T à B=5kG.

Nous arrivons donc aux conclusions suivantes :

- Soit le régime de creep est court circuité par le flux flow, ce qui n'est possible que si $I_0 > I_A$ i.e. $U < k_B T$. Nous verrons au § suivant que, au contraire, $U > 20 k_B T$ (voir Tab.6.5), ce qui devrait permettre de voir le creep sur une large gamme de courant. De plus, dans les régimes (2) et (3) nous avons vu que I_d suit les variations de $I_0 = I_A k_B T / U$ (Eq.5.19) et l'on comprend difficilement pourquoi il varie si peu avec T même près de T_{c0} . Enfin, nous avons déjà remarqué que le régime linéaire atteint à haut courant est indépendant du champ, en contradiction évidente avec les prévisions du modèle de flux flow.

- Soit les parties haute et basses températures ne correspondent pas aux mêmes phénomènes. C'est l'hypothèse qui nous semble, au vu de l'ensemble de nos données, la plus probable. Il est raisonnable dans ces conditions d'attribuer l'ensemble de la partie non linéaire des caractéristique mesurée au dessus de B_M , depuis son début en I_d , en passant par son maximum en I_{inf} (notons que I_d comme I_{inf} varie peu à l'approche de T_{c0}) jusqu'à son asymptote linéaire aux forts courants, aux jonctions intergranulaires. Nous reviendrons sur ce point au §5.4.3.

Nous en avons fini avec l'analyse qualitative des caractéristiques et allons passer, maintenant, à une comparaison quantitatives des données avec les diverses théories, en nous concentrant sur la partie bas courant des courbes $V(I)$.

5.4) La ligne d'irréversibilité.

5.4.1) Présentation de la ligne.

Nous appellerons par la suite ligne d'irréversibilité électrique, $B_{el}(T)$, la ligne correspondant au critère résistif, à savoir celle qui est déterminée par les processus bas courant. D'après la discussion du précédent paragraphe cette ligne est de nature complexe. Tant que les processus KT sont actifs elle doit être, à strictement parlé, réduite à l'axe de température ($B_{el}=0$) puisque $R_L \sim B^\sigma$. Ce n'est que lorsque le processus KT devient invisible, car le nombre de paires de vortex décroît très vite à basse température, qu'on doit s'attendre à voir un champ B_{el} non nul correspondant aux seuls vortex induits par le champ. Ce raisonnement néglige la possibilité pour les vortex dissociés d'être eux mêmes ancrés et le fait que la théorie prévoit, de toute façon, au minimum un seuil B_{c1} pour la dissociation en courant. Dans ce cas, même dans la partie du diagramme B-T dominé par les paires, on peut s'attendre à un seuil en champ, la loi $R_L \sim B^\sigma$ n'étant alors vérifiée qu'au dessus de ce seuil. A température assez basse pour que le nombre de paires ne puisse induire une dissipation détectable, la ligne $B_{el}(T)$ doit croiser la ligne B_M et l'ancrage des vortex du champ déterminer la ligne d'irréversibilité

électrique. Dans les deux cas c'est l'ancrage qui contrôle la ligne, la croisée B_M , B_{el} correspondant à l'ancrage dans deux systèmes de vortex différents. Pour rendre compte de cet ensemble de phénomènes, nous avons défini la ligne d'irréversibilité électrique par un critère sur la valeur de R_L . Nous avons choisi de considérer comme nulle les résistances plus petites que $\sim 10^{-4}\Omega$. Ce critère est très grossier, même comparé aux performances de notre système de mesure, il indique donc une limite supérieure pour B_{el} .

$B_{el}(T)$ est représenté sur la figure 5.24.

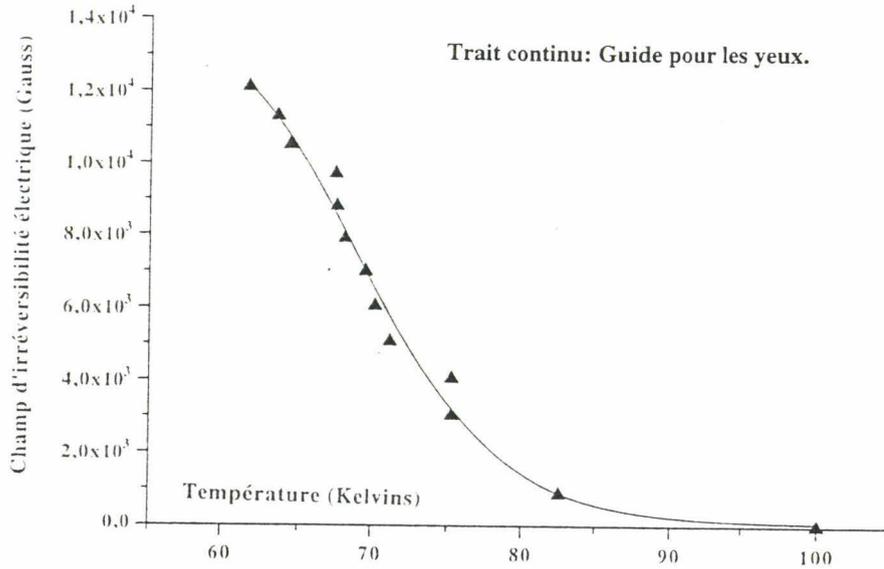


Fig.5.24. Ligne d'irréversibilité électrique dans le plan B-T.

Il décroît très vite à basse température et présente un coude vers 85 K, température au dessus de laquelle il vient s'annuler progressivement à T_{KT} . En dessous de 85 K il est correctement ajusté par une loi de puissance,

$$B(\text{Teslas}) \cong 27 \left(1 - T/86\right)^{\frac{3}{2}} \quad (20),$$

La portion basse température de la ligne s'extrapole donc sur l'axe des températures en $T=86$ K. La loi (13) correspond à celle qui fut observée par le biais de mesures magnétiques, par Bednörz, Müller et Takashige⁸ sur des céramiques du composé au Lanthane (LaSrCaCuO). Ils avaient alors interprété la ligne d'irréversibilité comme une ligne de transition vitreuse, applicable aussi bien au système de vortex²⁴ qu'au système de jonctions intergranulaires¹⁴. Mais cette loi est aussi celle qui fut prédite par Yeshurun et Malozemoff²⁵ en partant de l'idée du désancrage thermique des vortex.

Nous aborderons la question de l'origine de la ligne d'irréversibilité à partir des questions suivantes :

- Est-elle liée aux jonctions intergranulaires? (§5.3.4).
- Trahit-elle des processus de désancrage thermique des vortex?
- Est-elle la trace d'une transition du système de vortex d'un état désordonné vitreux vers un état liquide de vortex ou un solide ordonné de vortex?
- Traduit-elle l'influence d'un champ appliqué sur la transition de Kosterlitz-Thouless?

Pour répondre à ces questions nous avons à notre disposition trois grandes séries de données expérimentales qu'il est possible de comparer aux prévisions théoriques de ces divers modèles :

- La dépendance en champ et température du courant critique expérimental I_c .
- La dépendance en température de $R_L(T)$ sous champ.
- La forme de la ligne d'irréversibilité.

5.4.2) Discussion 1 : Phénomènes intragranulaire.

- Confrontation au modèle TAFF.

Nous allons tenter d'interpréter les données expérimentales concernant la partie linéaire des caractéristiques en terme de TAFF. Rappelons que la tension aux bornes de l'échantillon est donnée, d'après ce modèle, par l'expression théorique :

$$V = R_C S_{ech} J_C \exp\left(-\frac{U}{k_B T}\right) \text{Sh}\left(\frac{J}{J_c} \frac{U}{k_B T}\right) \quad (21)$$

où S_{ech} est la section de l'échantillon, R_C une résistance ajustable, J_c la densité de courant critique d'Anderson et U l'énergie d'ancrage, ces deux derniers paramètres devant être déduits des expériences. Dans cette équation les natures de l'ancrage (collectif ou individuel) et de la phase de vortex sont prises en compte dans la dépendance de U en B et T . Deux situations extrêmes permettent d'en faire un résumé utile. Soit U ne dépend ni de T ni de B et $J_c \sim U$, c'est le cas de l'ancrage individuel loin de T_c . Soit U varie en $1/B$ et J_c est indépendant de B , c'est le cas du modèle des « bundles » d'Anderson⁴. Malgré sa souplesse cette équation n'est pas une expression universelle de la théorie du désancrage. Elle correspond seulement à l'une des nombreuses possibilités qu'ont les vortex de se désancrer puis de se déplacer (en fonction de la densité de sites d'ancrage, de leur profondeur, de leur largeur) c'est à dire à un modèle ad hoc produit par Anderson pour expliquer les particularités des phénomènes observés dans les anciens supra. Pour citer Anderson ce modèle est basé sur « *only one of many possible regimes of behavior of the hard superconductors* »⁴.

Même s'il a été, par la suite, largement étendu, il faut garder à l'esprit que l'équation (21) est, en dehors des hypothèses étroites qui la sous-tendent, essentiellement qualitative. Elle permet de prévoir le comportement qualitatif des diverses grandeurs mesurables, résistance, courants critiques apparents ..., comme nous l'avons vu au paragraphe 5.3.2, et d'estimer les valeurs de ses paramètres intrinsèques J_c , U etc ..

* $R(T)$: D'après (21) la résistance linéaire varie comme :

$$R_{T\text{AFF}} = R_c \frac{U}{k_B T} \exp\left(-\frac{U}{k_B T}\right) \quad (22)$$

Afin de confronter quantitativement nos données aux prédictions du modèle, nous avons étudié les courbes donnant $\ln(R_L T)$ en fonction de $1/T$ à différentes valeurs du champ magnétique. L'étude est présentée sur la figure 5.25.

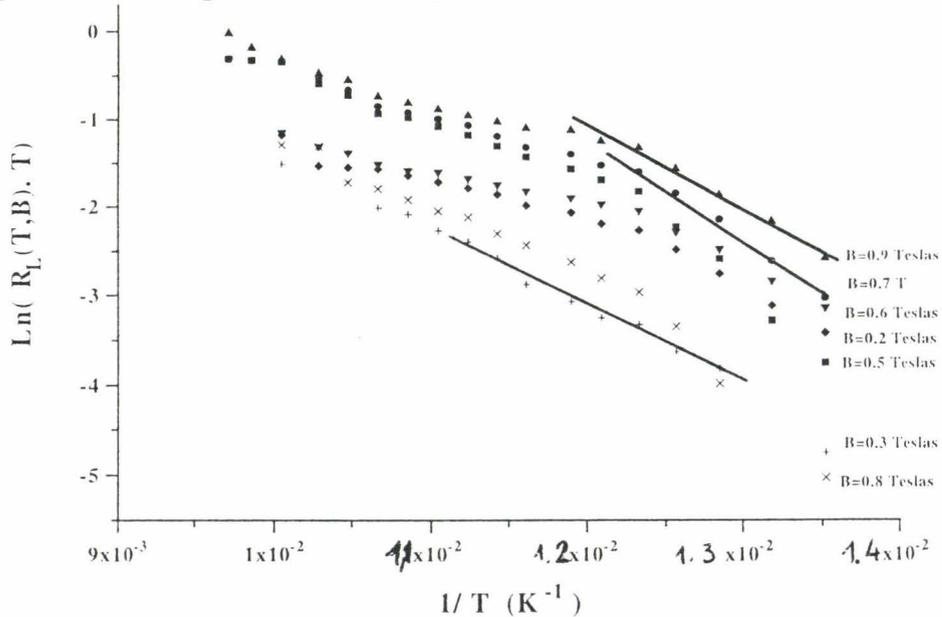


Fig.5.25. Ajustement des courbes $\text{Log}(R_L T)$ vs $1/T$ à divers champs.

Ces courbes sont linéaires à basse température et présentent une courbure positive au delà de 85 K, quelque soit le champ. Ce comportement n'est infirmé qu'à champ nul ou aucune partie linéaire n'est perceptible. Il est à rapprocher du passage que nous observons dans les courbes $R_L(B)$ pour $B > B_M$ d'une loi de puissance avec un exposant $\sigma > 1$ au dessous de 85 K à un exposant plus petit au dessus. Le fait que l'on obtienne un écart à la loi théorique à forte température peut s'interpréter soit par le fait qu'à l'approche de T_{c0} l'énergie d'ancrage U doit diminuer, soit par l'influence des paires vortex-antivortex.

Les valeurs de U sont présentées dans le tableau 4. Le fait que la température soit très inférieure à T_{c0} explique la faible dépendance de U avec T . Ce paramètre décroît par ailleurs lorsque le champ augmente, en accord avec les prédictions d'Anderson.

B (G)	870	2000	3000	5000	6000	7000	8000	9000
U (K)	1556	1107	1685	1500	905	1100	850	964

Tab. 5.4 : Variation en champ de l'énergie d'ancrage U déduite des mesures $R_L(T)$.

* Ligne d'irréversibilité. La ligne d'irréversibilité peut être prévue dans le modèle de TAFF lorsque l'on connaît la dépendance en champ de l'énergie U . Les valeurs de U indiquées sur la tableau 5.3 sont trop fluctuantes pour permettre une estimation précise de la ligne. Elles sont cependant suffisantes pour comparer les ordre de grandeur et rendre consistante l'interprétation en terme de TAFF. La température d'irréversibilité « théorique » est déterminée par le même critère que celui retenu pour la mesure, c.a.d par l'équation $R_L(T_{el}) = 10^{-4}\Omega$ soit :

$$\frac{k_B T_{el}}{U} \exp\left(\frac{U}{k_B T_{el}}\right) = \frac{R_C}{(10^{-4}\Omega)} \quad (23).$$

R_C et U ayant été mesurés plus haut (Tab.5.4) cette équation permet de retrouver, pour chaque champ, la valeur de T_{el} . La ligne ainsi reconstruite est comparée à la ligne mesurée dans le tableau 5.5. L'accord est satisfaisant, sauf pour les températures au delà du coude (85 K) de la ligne.

B (G)	870	2000	3000	5000	6000	7000	8000	9000
T_{el} (K)	85	80	75	72	70	67	66	65
T_{el} (K)	77	77	79	71.4	68.7	67.2	66.3	64.5

Tab. 5.5 : Variation en champ de de la température d'irréversibilité électrique, déduite des valeurs de U (ligne 3) et mesurée directement (ligne 2).

* Forme des caractéristiques et courants critiques : Nous avons fait des observations à des échelles de densité de courant très faibles comparées aux courants critiques intrinsèques (J_c , $I_a=J_c S_{ech}$) des systèmes de vortex intragranulaires. Nous avons pu estimer ces derniers au Ch.6 par mesures magnétiques à quelques $10^6 A/cm^2$, soit 5 ordres de grandeur de plus que les courants injectés dans nos expériences. Si l'on compare ces valeurs de J_c et celles de $U/k_B T$ cela donne des J_0 de l'ordre de $10^5 A/cm^2$, autrement dit les caractéristiques devraient aborder le domaine non linéaire associé au « creep » vers $I \sim 5000A$. Ce résultat n'est compatible avec nos données que si, comme

nous l'avons soutenu plus haut, la partie non linéaire des caractéristiques expérimentales est attribuée à un mécanisme différent.

Lorsque la température approche ou dépasse T_{c0} , la situation est différente. Nous montrerons au Ch.6 que dans ces conditions le courant critique diminue fortement pour venir s'annuler à 106 K. Il peut donc, dans cette gamme de température, devenir de l'ordre des courants utilisés. Par ailleurs au voisinage de T_{c0} , U doit diminuer, de telle sorte que $k_B T/U$ devienne plus petit que 1. Dans ces conditions le système de vortex doit passer directement du régime TAFF au régime flux flow en court circuitant la zone de creep.

* $R_L(B)$. Nous avons montré que les courbes $R_L(B)$ pouvaient s'ajuster avec une loi de puissance B^{σ} ou σ , passe de valeurs supérieures à 1 au dessous de 85K à des valeurs inférieures au dessus. A haute température, $R_L(B)$ semble saturer à fort champ. Ceci correspond à un comportement de $U(B)$ en $U_0 - \mu \text{Log}(B)$ pour les forts champs avec $U_0 \sim 3000$ K et $\mu \sim 200$ K (B en gauss) d'après les valeurs du tableau 5.4 et $\mu \sim 140$ K à $T=70$ K d'après la valeur de l'exposant σ , à cette température. Le changement de concavité des courbes $R_L(B)$ à 85K peut être relié à la disparition progressive de l'influence des paires (qui tirent σ vers les petites valeurs) lorsque la température baisse. Nous avons en effet supposé que cette influence était dominante en dessous de B_M , ce qui ne veut pas dire qu'elle est nulle au dessus.

- Modèle de l'état vitreux.

Le modèle de l'état vitreux prévoit un exposant 3/2 pour décrire la forme de la ligne d'irréversibilité, en accord avec nos observations (Eq.20). Il prédit pour la résistance linéaire $R_L(T,B)$, au voisinage de la température de gel (correspondant, dans cette interprétation, à la ligne d'irréversibilité électrique $T_{el}(B)$), une loi de puissance (Eq.44, §2.3.2.4) du type²⁴:

$$R_L(T) \propto \left(\frac{T}{T_{el}(B)} - 1 \right)^\beta \quad (24),$$

où β est supérieur à 6. Nous avons observé un comportement de ce type sur la céramique comme on peut le voir sur les figures 5.26. Les valeurs de β déduites de ces courbes sont consignées dans le tableau 5.4 ci-dessous:

B (Teslas)	T_{el} (Kelvins)	β
1.0	62.3	1.77
0.88	67.5	1.45

0.79	68.1	1.36
0.50	71.2	1.31
0.41	75.2	1.25
0.30	75.2	1.15

Tableau 5.4 : Exposant de la loi $R_L \sim (T/T_{el}-1)^\beta$ pour divers champs B , décrivant le comportement de la résistance linéaire à l'approche de la température d'irréversibilité.

Les valeurs de β ne coïncident pas avec les prédictions théoriques qui imposent, en dimension inférieure ou égale à trois, à β d'être supérieur ou égal à 6.

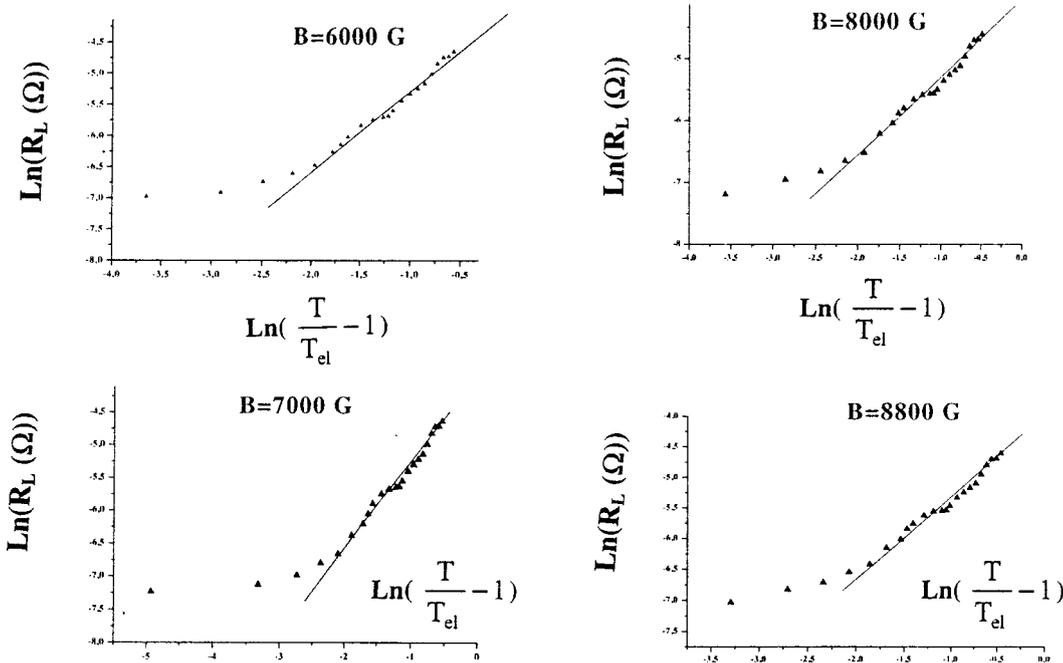


Fig.5.26. Résistance linéaire R_L vs $(T/T_{el}-1)$ en coordonnées Log-Log.

- Fusion du cristal de vortex (3D et 2D).

- La théorie de Lindeman appliquée à la fusion du réseau de vortex prévoit une ligne d'irréversibilité variant en $1/T^2$ à basse température et en $(T_{c0}-T)^2$ près de la température critique. Les faits que la ligne expérimentale s'annule à $T_c=100K < T_{c0}$ et que l'exposant 2 n'est pas observé, indiquent que la partie haute température de la ligne ne peut être expliquée par ce modèle. On peut voir par ailleurs sur la figure 5.25 qu'à basse température la ligne d'irréversibilité n'a pas la concavité prévu par la loi en $1/T^2$.

- La fusion du cristal de vortex 2D est décrite par un modèle de dissociation des paires de dislocations⁹. Cette théorie prévoit une asymptote pour la ligne d'irréversibilité en $T=T_m^{2D}$ (voir Eq.18, Ch.7). Cette asymptote n'est pas observée dans la gamme de températures étudiée.

- Transition KT.

La ligne d'irréversibilité s'annule à 100 K et traverse la courbe $B_M(T)$ sans doute vers 80 K (cette température est difficile à estimer du fait de la faible précision avec laquelle nous mesurons B_M). Au dessus de 80 K c'est donc l'action de l'ancrage sur les paires de vortex qui détermine la ligne et, à l'approche de T_{KT} , la dissociation des paires annule le champ d'irréversibilité. Nous voyons deux interprétations à ces phénomènes :

a- Soit le mécanisme d'ancrage a cessé d'être efficace, même à bas champ, avant 100 K. Dans ce cas, il suffit, en champ nul, que les paires soient dissociées pour qu'elles dissipent, ce qui explique l'annulation de B_{el} à T_{KT} . La partie proche de T_{KT} de la ligne d'irréversibilité suit alors la courbe $B_{cl}(T)$ puisque la dissociation sous champ ne se produit, d'après la théorie, que au delà de B_{cl} . Entre B_{cl} et B_M les vortex dissociés et désancrés produisent une dépendance de R en $B^{\sigma<}$ et, au delà de B_M , les vortex désancrés induits par le champ une dépendance en $B^{\sigma>}$. A plus basse température, vers 85K, l'ancrage commence à se faire sentir et la ligne remonte mais reste, au début, dans le domaine de domination de paires. Ceci réduit la zone d'observation de la loi $R \sim B^{\sigma<}$. Enfin cette zone disparaît complètement lorsque la ligne croise B_M . A ces températures, les vortex dépariés sont dominants à bas champ mais sont ancrés, à plus haut champ les vortex du champ deviennent dominants et enfin il y a désancrage. A plus basse température encore les paires disparaissent complètement. Nous ne pouvons pas dire de quel coté de cette température se produit le croisement des lignes B_{el} et B_M ni même si ce croisement a réellement lieu.

b- La deuxième possibilité est que le désancrage ne se produise, en l'absence de paires, dans la limite des champs nuls, qu'au dessus de T_{KT} . Dans ce cas, c'est la présence des paires de vortex qui abaisse la ligne près de T_{KT} et c'est la dissociation qui l'annule. Ce phénomène est inexplicable si la ligne d'irréversibilité provient d'un désancrage thermique. Par contre, si le modèle de fusion du réseau de vortex est retenu, la présence des paires, en favorisant les fluctuations de position des vortex du réseau¹⁵, va abaisser la valeur du champ d'irréversibilité, ce qui pourrait expliquer le désaccord entre la forme de ligne que nous observons et les prévisions de la théorie de la fusion. Les changements qualitatifs observés à 85 K est alors explicable, comme en a-, par le croisement des lignes B_{el} et B_M .

5.4.3) Discussion 2 : Phénomènes intergranulaires.

Le fait que la portion basses températures de $B_{el}(T)$ est décrite par l'exposant 3/2 prévu²³ par la théorie des systèmes de jonctions désordonnés laisse penser que la ligne d'irréversibilité électrique, au moins dans sa partie inférieure à 85 K, correspond au seuil

de dissipation des jonctions intergranulaires. Par ailleurs les valeurs de courants critiques mesurées sont extraordinairement faibles comparées aux valeurs typiques intragranulaires.

D'un autre coté, plusieurs faits sont en défaveur des processus inter:

- La ligne d'irréversibilité ne s'annule pas réellement à 85 K mais présente un simple coude à cette température et ne vient s'annuler que près de 100 K. Même si un autre processus entre en jeu au dessus de 85 K on voit mal ce qui empêcherait les jonctions de dissiper à faible champ dans cette gamme de température.

- La ligne d'irréversibilité électrique de la céramique est parallèle (à basse température) à la ligne d'irréversibilité magnétique de cette même céramique ou d'une poudre du même composé, qui reflète les seuls processus intragranulaires (§ 6.6.2). Les lignes (électrique et magnétique) sont parallèles et présentent un coude au même endroit ce qui indique peut être une origine commune, forcément intragranulaire, des deux lignes.

- Les énergies d'ancrage mesurées électriquement dans la céramique sont les mêmes que celles mesurées par relaxation magnétique (§6.7.1, Tab.6.5) dans une poudre du même composé (donc sans systèmes de jonctions intergranulaires) aux mêmes températures.

- Les ordres de grandeurs de B_{el} sont les mêmes que pour les champ d'irréversibilité magnétique i.e. très élevés pour des processus intergranulaires.

- La température 85 K ne coïncide pas avec la température $T_{coh}=95$ K en dessous de laquelle nous avons vu, au chapitre 4, que le système de jonctions se mettait à se comporter comme un seul milieu supraconducteur.

Pour étayer quand même l'interprétation en termes de processus intergranulaire, comparons les valeurs des paramètres caractéristiques de nos données expérimentales avec la théorie des systèmes de jonctions^{27,28}. Rappelons pour cela que nous avons estimé au chapitre 4 la valeur à T_{coh} de l'énergie de couplage des jonctions $E_J=k_B T_{coh}=8meV$. Les champs critiques B_{C1} et B_{C2} intergranulaire ne dépendant que de la taille R des grains sont, dans nos échantillons, inférieurs au dixième de gauss. Autrement dit, nous sommes toujours dans la zone incohérente du diagramme de phase lorsque nous appliquons un champ magnétique. Dans la zone cohérente (en champ nul) la densité de courant critique est déterminée par le courant critique intrinsèque I_{cJ} des jonctions $J_c^{exp}=I_{cJ}/R^2 =E_J/\Phi_0 R^2=0.66A/cm^2$ à 95 K. Cette valeur est de l'ordre de grandeur de I_{inf} en accord avec l'interprétation donnée au paragraphe 5.1.3 indiquant que les jonctions n'étaient dissipatives que pour des valeurs relativement élevées des courants. Elle est par ailleurs également de l'ordre de grandeur des courants critiques expérimentaux. Elle ne permet donc ni de confirmer ni d'infirmer l'interprétation intergranulaire. Dans la zone incohérente du diagramme, le champ a pénétré entre les

jonctions, ce qui conduit à une dissipation activée thermiquement plus forte. La résistance a été calculée par Tinkham et vaut alors :

$$\frac{R_L}{R_n} = 2 \frac{E_J}{k_B T} \exp\left(-\frac{E_J}{k_B T}\right) \text{ à basse température } \quad (25)$$

$$\frac{R_L}{R_n} = A \frac{B^2}{\left(1 - \frac{T}{T_{c0}}\right)^3} \text{ plus près de } T_C \quad (26)$$

L'exposant 2 de la loi $R_L(B)$ à haute température est en désaccord avec l'exposant inférieur à 1 que nous avons mis en évidence sur les courbes 5-b. L'expression (25) est la même que celle prévue dans le modèle du TAFF où U est ici remplacée par E_J . L'analyse présentée dans le paragraphe précédent, qui indiquait un bon accord de l'ensemble des données mesurées à basse température avec ce type de loi, reste donc valable. L'énergie d'activation mesurée, $U \sim 1000$ K, est cependant en désaccord avec les 95 K de la théorie des processus intergranulaires.

Discutons pour finir la largeur de transition de nos échantillons en champ nul ($T_c - T_{c0} = 10$ K). En champ strictement nul, un vrai courant critique doit être observé dans ces systèmes. Ce courant doit s'annuler à T_{c0} (nous supposons ici bien sûr que l'interprétation concurrente en terme de transition KT n'est pas fondée) en suivant une loi de puissance de $(1 - T/T_{c0})^n$. La transition résistive doit donc être observée lorsque le courant critique devient plus petit que la résolution en courant de notre expérience ($I_m \sim 1$ mA). Avec $I_c^{\text{exp}} = 50$ mA à 95 K ceci n'est possible que si l'exposant n vaut 10, soit une valeur pas très plausible. En particulier la théorie d'Ambegaokar et Baratoff, qui est utilisée pour prévoir l'exposant $3/2$ de la ligne d'irréversibilité, donne $n=2$.

Nous ne pouvons rejeter formellement le rôle des jonctions, bien que, comme nous venons de le voir, le comportement que nous observons dans la céramique ne s'accorde pas bien aux prévisions théoriques de ce type de système. Il est en effet extrêmement difficile d'expliquer pourquoi elles ne devraient jouer aucun rôle dans la dissipation. Notons d'abord que l'argument présenté en 5.1.3, stipulant que les jonctions ne sont actives que pour $I > I_{\text{inf}}$, n'est pas contradictoire avec une attribution du régime linéaire bas courant à ces mêmes jonctions. En effet, I_{inf} serait alors lié au courant critique intrinsèque des jonctions, seule habilité à champ nul, la partie bas courant correspondant à la dissipation activée thermiquement due aux vortex Josephson piégés, sous champ, entre les grains. Pour qu'un tel mécanisme soit absent il faudrait que l'énergie de couplage des jonctions soient tellement élevée qu'il n'y ait plus de différence entre les grains et les jonctions, ce qui est incompatible avec l'observation d'une transition de cohérence à 95 K. Pour la même raison le champ critique de

première pénétration des vortex Josephson est nécessairement très faible. Enfin il est difficile de faire l'hypothèse d'un ancrage très fort de ces vortex, qui inhiberait le mécanisme dissipatif jusqu'à des températures élevées, puisque ceci est incompatible avec la pénétration des lignes de flux entre les grains, dont nous montrerons (§6.4) qu'à basse fréquence elle est toujours réalisée. Il reste enfin la possibilité que la dissipation due aux vortex intergranulaires soit effectivement présente mais trop faiblement pour être mesurables par notre système expérimental.

Conclusion.

Quatre températures caractérisent le comportement électrodynamique de la céramique :

- La température de cohérence $T_{coh}=95$ K mise en évidence par les mesures de susceptibilité A.C marquant le découplage des grains supraconducteurs.
- La température critique de la transition résistive en champ nul $T_c=100$ K.
- La température d'onset du diamagnétisme $T_{c0}=110$ K.
- La température $T_{fluc}\sim 120$ K en-dessous de laquelle on observe un changement du régime de décroissance de la résistance linéaire dans l'état normal.

On retrouve ces quatre températures dans la littérature expérimentale et théorique concernant la majorité des SHTC. Malgré cette abondance de données aucune interprétation univoque et incontestable n'a à ce jour émergé. La céramique Bi:2223 que nous avons étudiée présente, au point de vue électrique, la caractéristique majeure d'avoir une très large transition résistive $T_{c0}-T_c=10$ K. Nous avons étudié la validité de l'hypothèse d'une transition de dissociation de paires vortex antivortex expliquant cet élargissement. Nos conclusions sont mitigées. En champ nul les prévisions de la théorie KT sont vérifiées, au moins qualitativement, si l'on tient compte des corrections apportées par le couplage Josephson entre plans supraconducteurs. Seuls les valeurs mesurées pour le courant critique en dessous de T_{KT} sont en franc désaccord avec la théorie (la plus simple), puisque les densités de courants critiques mesurées sont cinq ordres de grandeurs plus faibles que celles prévus par Fisher. Ce désaccord peut être surmonté si l'on tient compte de raffinements apportés à la théorie (renormalisation du couplage interplan par les boucles de vortex Josephson résidant entre les plans). Pour être retenue cette interprétation nécessite cependant une étude expérimentale complémentaire. Sous champ magnétique, la situation théorique est assez confuse.

Qualitativement tout le monde (ou presque) prévoit une résistance variant en loi de puissance du champ magnétique, ce que nous observons. Quantitativement nos données ne s'ajustent vraiment à aucune des théories, ce qui est facilement compréhensible du fait du couplage interplanaire, de l'ancrage et de la présence des vortex induits par le champ, qui ne sont pas pris en compte par les théoriciens, mais qui rendent inconclusives nos mesures sous champ.

A T_c la ligne d'irréversibilité rejoint l'axe des températures. Près de T_c cette ligne peut donc être interprétée en terme de transition KT en accord avec la faiblesse des champs d'irréversibilité dans cette gamme de température, qui sont assimilés dans cette théorie au champ B_{c1} . Cette interprétation simple suppose que le système de vortex n'est pas ancré à haute température. A partir du moment où l'ancrage commence à être effectif (en dessous de 85 K) le champ d'irréversibilité croît rapidement en température décroissante. Cette portion basse température de la ligne a été comparée avec diverse théories. Le meilleur accord qualitatif que nous trouvons concerne la théorie du TAFF et celle de la fusion du verre de vortex. Dans ce dernier cas un désaccord quantitatif important persiste sur la valeur de l'exposant β (Eq.18). Nous poursuivrons l'étude de cette ligne au chapitre suivant ou elle sera comparée à la ligne d'irréversibilité magnétique.

La petitesse des courants critiques observés dans nos expériences, comparée aux données de la littérature concernant les monocristaux de SHTC, suggère une interprétation complètement différente des phénomènes électriques présentés dans ce chapitre. Dans celle ci, les jonctions Josephson intergranulaires déterminent le comportement électrique de la céramique. Nous n'avons pas pu présenter de « scénario » associé à cette interprétation dans le cadre duquel nous puissions faire entrer, même seulement qualitativement, l'ensemble de nos données.

REFERENCES DU CHAPITRE 5

- 1: "Superconductivity", Ed.R.D. Parks, M.Dekker Inc., New-York ,vol.2 1115 (1969).
- 2: Voir ref.1 p.1116.
- 3: Voir dans le chapitre 2 la présentation des théories d'ancrage dans les types II et les références correspondantes.
- 4: - P.W. Anderson, Phys. Rev. Letters **9**, 309 (1962).
- P.W Anderson, Y.B.Kim, Rev. Mod.Phys. **36** , 39 (1964).
- 5: P. Mathieu et Y. Simon, Europhys. Letters **5**, 67 (1988).
- 6: B. Plaçais, Thèse de doctorat d'état, Université Paris VI, 1990.
- 7: T.T. Palstra et al, Phys.Rev.**B 41**, 6621 (1990).
- 8: K.A. Müller et al, Phys. Rev. Letters **58**, 1143 (1987).
- 9: - Berezenskii V.L., Sov. Phys. JETP **32**, 493 (1971).
- J.M. Kosterlitz and D.J. Thouless, J. Phys. **C 6**, 1181 (1973).
- 10: C.Paracchini et L.Romano, Physica C **191**, 72 (1992).
- 11: S.Martin, A.T. Fiory et al, Phys.Rev.Lett. **62**, **6**, 677 (1989).
- 12: Pradhan et al, Phys.Rev.B, **47**, 11374 (1993).
- 13: "Superconductivity in metals and alloys", P.G. de Gennes, Benjamin New-York.
- 14: Blatter et al, Rev. Mod. Phys. Vol.**66**, N°**4**, 1292 (1994).
- 15: K.H.Fisher, Physica C **193**, 401 (1992).
- 16: -D.H.Kim et al Phys.Rev.B**40**, 8834 (1989).
-I.G. Gorlova et al JETP Lett **51**, 224 (1990).
- 17: Fiory et al, Phys. Rev.B **28**, **9**, 5075 (1983).
- 18: Ying Q.Y. et Kwok H.S., Phys. Rev. **B 42**, N°**4**, 2242 (1990).
- 19: F.X. Regi, « Anisotropie de résistivité et couplage Josephson dans les cuprates supraconducteurs $Bi_{2-x}Pb_xSr_2CaCu_2O_{8+y}$ », Thèse de l'Université Paris VI (1994).
- 20: Minnhagen P. and Olsson P., Phys. Rev. Letters **67**, 1039 (1991).
- 21: C.Paracchini et L.Romano, Physica C **184**, 29 (1991).

- 22 :** D. Feinberg, Jour. Phys. **III** France 4, 169 (1994).
- 23:** Aslamazov L.G. and Larkin A.I., Sov. Phys. Solid State **10**, 875 (1968).
- 24:** - E.H. Brandt, Int. Journ. of Mod. Physics **B5**, 751 (1991).
- M.P.A. Fisher, Phys. Rev. Letters, **Vol.62** N°**12**, 1415 (1989).
- 25:** Y. Yeshurun and A.P. Malozemoff, Phys. Rev. Letters **60**, 2202 (1988).
- 26:** M. Tinkham and C.J. Lobb, Solid state Physics, vol. **42**, 91 (1988).
- 27:** J.Rosenblatt et al, Phase Transitions, **Vol. 30**, 157 (1991).
- 28:** G. Deutscher, Y. Imry, L. Gunther Phys. Rev. **B 10**, 4598.
- 29 :** Huberman et Doniach, Phys. Rev. Lett. **43**, 950 (1979).

CHAPITRE 6

**PROPRIETES MAGNETIQUES EN REGIME CONTINU
DES CERAMIQUE ET POUDRE Bi:2223**

SOMMAIRE DU CHAPITRE 6

Introduction.

Partie I : Situation expérimentale et théorique.

6.1) Hysteresis magnétique.

6.1.1) Modèle de Bean.

6.1.2) Relaxation.

6.2) Lignes d'irréversibilité.

6.2.3) Systèmes granulaires.

6.2.2) Systèmes lamellaires

Partie II : Résultats expérimentaux.

6.3) Caractérisation de la transition normal-supra : courbes $M(T)$, céramiques.

6.3.1) Courbes $M(T)$ en champs faibles.

6.3.2) Courbes $M(T)$ en champs forts.

6.4) Comparaison de la poudre et de la céramique.

6.5) Courbes d'hysteresis et courants critiques.

6.5.1) Présentation des cycles d'hystérésis.

6.5.2) Vérification du modèle de Bean.

6.5.3) Courants critiques.

6.6) Ligne d'irréversibilité.

6.6.1) Définition de la ligne.

6.6.2) Présentation de la ligne.

6.6.3) Comparaison avec la théorie.

6.7) Relaxation.

6.7.1) Présentation des résultats.

6.7.2) Discussion.

Conclusion.

**PROPRIETES MAGNETIQUES EN REGIME CONTINU
DES CERAMIQUE ET POUDRE Bi:2223.**

Introduction.

Dans ce chapitre, nous présentons les résultats des campagnes de mesures magnétiques d.c. effectuées sur des céramiques et des poudres du composé Bi:2223 à 20 % de Plomb.

Après un survol (§6.1 et 6.2) de l'état de la situation expérimentale dans chaque type de composés, nous présentons les résultats obtenus à l'aide d'un susceptomètre continu à SQUID (§6.3). Nous montrons (§6.4) que, en dehors des faibles champs, non étudiés ici, le comportement de la poudre et de la céramique sont identiques. Les cycles d'hystérésis, présentés au §6.5, donnent accès à :

- La densité de courant critique à basse température, qui est estimée à partir du modèle de Bean.
- La ligne d'irréversibilité magnétique.

Les régions du plan B-T délimitées par la ligne d'irréversibilité (§6.6), définissent divers régimes dynamiques du système de vortex que nous avons sondés par des mesures de relaxation de l'aimantation (§6.7).

PARTIE I

SITUATION EXPERIMENTALE ET THEORIQUE DANS LES SHTC

Nous proposons dans les §6.1 et 6.2 un survol des travaux expérimentaux accessibles dans la littérature, relatifs aux propriétés magnétiques macroscopiques des SHTC, ainsi qu'une présentation des méthodes et modèles¹ utilisés pour l'interprétation des données expérimentales. Nous nous limiterons aux modèles permettant l'exploitation des cycles d'hystérésis afin de déterminer les lignes d'irréversibilité (§6.2) et les densités de courants critiques (§6.1.1) et à ceux prédisant le comportement en relaxation (§6.1.2) dans la zone irréversible du diagramme de phases.

6.1) Hysteresis magnétique.

6.1.1) Modèle de Bean.

Le modèle de Bean² est un modèle phénoménologique, datant des années 60, développé pour les supraconducteurs "hard", c'est-à-dire dont la densité de courants critique J_c est contrôlée par les défauts en volume. Ce modèle établit un lien entre les forces de piégeages dues aux défauts, le courant critique et la forme des cycles. Il permet de calculer la forme du cycle en faisant deux hypothèses :

- 1- Pas de relaxation magnétique, approximation qui n'est réaliste qu'à basse température.
- 2- La densité de courants critiques ne dépend pas du champ magnétique appliqué.

Cette dernière hypothèse peut être éliminée sans modifier le modèle mais en rendant le calcul du cycle plus compliqué. D'autres modèles prennent en compte une dépendance en champ de la densité de courants critiques. Citons, par exemple, le modèle de Kim³ et le modèle de Senoussi et al⁴.

Dans le modèle de Bean, lorsque le champ extérieur est supérieur au premier champ critique B_{c1} , les vortex commencent à pénétrer dans l'échantillon (cylindrique) de taille R et vont s'ancrer sur les premiers défauts rencontrés. Cet ancrage empêche le système de se mettre à l'équilibre thermodynamique et conduit à une distribution inhomogène de vortex dans l'échantillon. Pour déterminer cette distribution, Bean suppose que les vortex sont à l'équilibre mécanique sur leurs sites d'ancrage, c'est-à-dire que la force d'ancrage subie par un vortex est compensée par la force de Lorentz induite par le gradient de densité de vortex. Le courant critique étant celui pour lequel la force de Lorentz est égale à la force d'ancrage, la condition

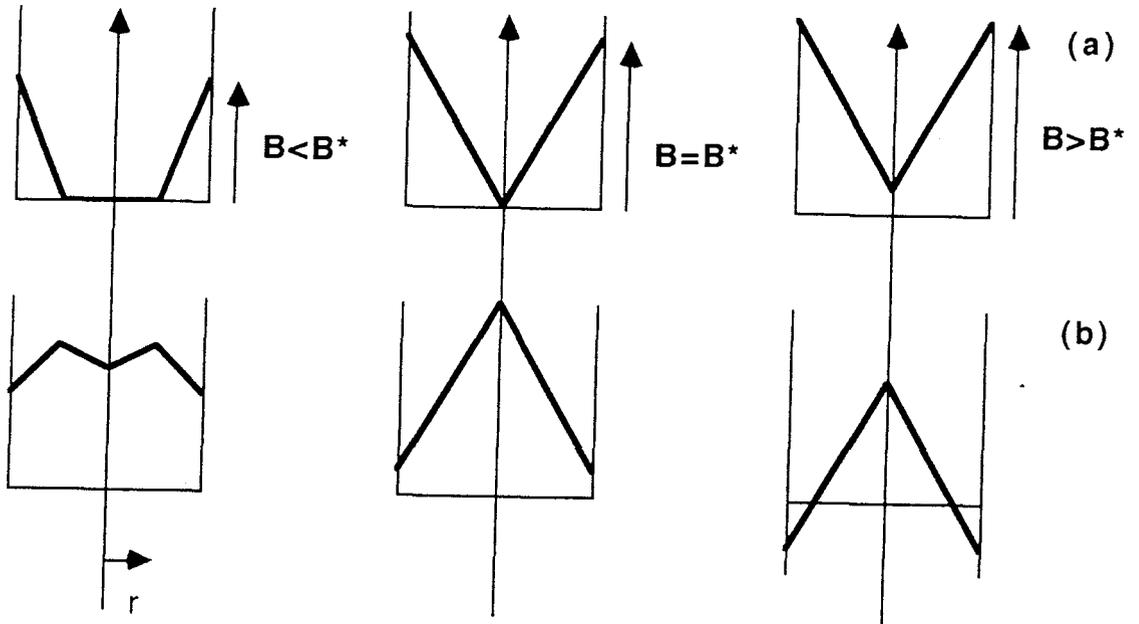


Fig.6.1.

-a : Profil de champ magnétique dans un échantillon cylindrique dans le modèle de Bean en champ croissant. Le champ est appliqué parallèlement à l'axe. Le flux atteint le coeur de l'échantillon pour un champ B^* .

-b: Profil de champ dans la phase de décroissance du champ magnétique.

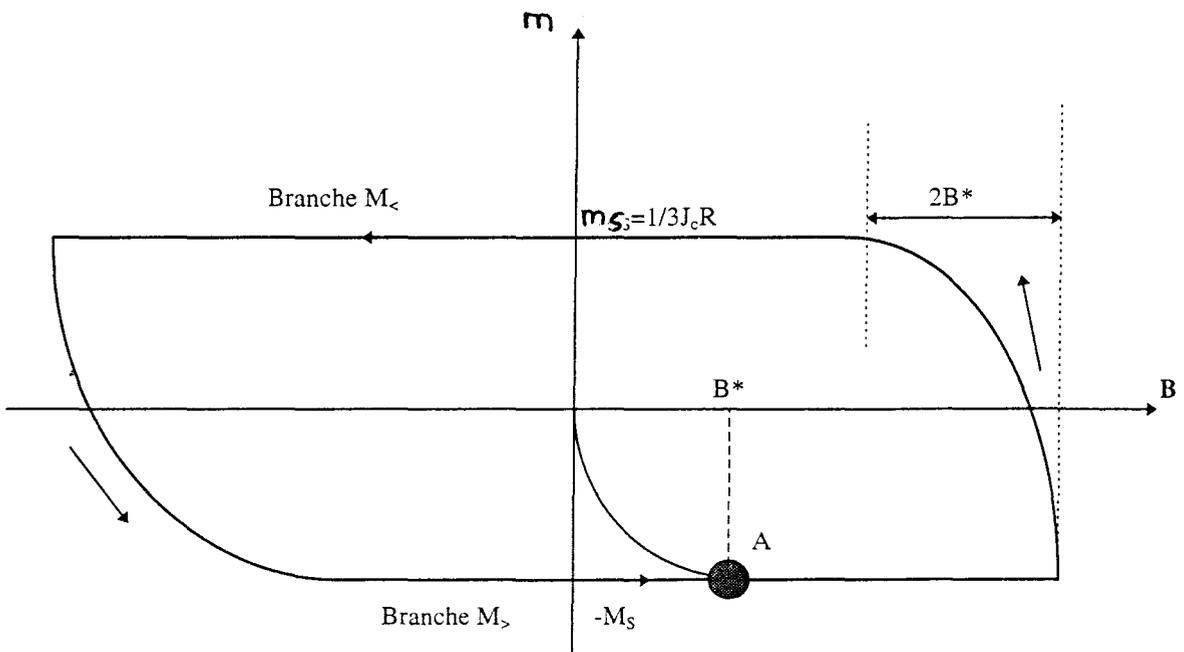


Fig. 6.2.

Allure du cycle d'hystérésis dans le modèle de Bean. La courbe de première aimantation rejoint le cycle au point A pour un champ $B=B^*$. La branche de renversement du champ s'étend sur une largeur $2B^*$.

d'équilibre mécanique revient donc à supposer que la densité de courants en tout point de l'échantillon atteint par le flux magnétique est égale à la densité de courants critique J_c . Au fur et à mesure que le champ magnétique extérieur croît, les vortex pénètrent plus profondément dans l'échantillon et le profil d'induction magnétique décroît linéairement à partir de la surface de l'échantillon (Fig.6.1-a). Tant que B reste inférieur à une valeur de champ B^* , le flux magnétique n'atteint pas le coeur de l'échantillon et le champ s'annule à une distance finie de l'axe :

$$B^* = \mu_0 J_c R \quad (1)$$

Lorsque le champ B^* est atteint, la densité de courants est égale à J_c partout dans l'échantillon. Celui-ci est alors dans l'état dit "**critique**" et il y reste lorsque le champ continue à augmenter jusqu'à un champ B_{max} . A partir de B_{max} on fait décroître le champ appliqué et les vortex proches de la surface sortent de l'échantillon pour accommoder la valeur du champ magnétique à l'extérieur. La densité de vortex en surface diminue donc et entraîne un changement du signe du gradient de champ magnétique en surface et une variation non monotone de la densité de vortex en fonction de la distance au centre. Le profil prend alors la forme présentée sur la figure 6.1-b. Le processus se poursuit ainsi jusqu'au coeur de l'échantillon et se reproduit à chaque inversion du sens de variation du champ appliqué.

La forme du cycle $M(B)$ (M est le moment magnétique) obtenue dans le cadre de ce modèle est représentée sur la figure 6.2. Lorsque l'échantillon est refroidi en champ nul, l'aimantation reste nulle. En champ croissant, l'aimantation croît (en valeur absolue) en suivant une courbe dite de « première aimantation ». Lorsque B atteint B^* , la courbe de première aimantation rejoint le « cycle enveloppe » sur lequel elle reste lorsque le champ est cyclé entre $-B_{max}$ et $+B_{max}$. Ce cycle enveloppe est constitué de deux « branches principales » où l'aimantation m_S est constante (densité monotone de vortex):

$$m_S = M_S / V_{ech} = \pm 1/3 J_c R \quad (2)$$

(V_{ech} est le volume de l'échantillon) et de deux « branches d'inversion » (densité non monotone de vortex) qui ferment le cycle et qui sont parcourues par le système au moment où le sens du champ commence à s'inverser.

La composante réversible de l'aimantation (c'est à dire lorsque le champ appliqué n'est pas beaucoup plus grand que B_{c1}), ne modifie pas la forme du cycle enveloppe dont on peut déduire la composante d'équilibre M_{rev} du moment :

$$M_{rev} = \frac{1}{2}(M^< + M^>) \quad (3)$$

ainsi que sa composante dite irréversible $M_{irr} = M - M_{rev}$

$$M_{irr} = \frac{|M^< - M^>|}{2} \quad (4)$$

Dans cette formule, $M^<$ désigne la valeur du moment sur la portion du cycle décrite à champ décroissant alors que $M^>$ désigne le moment sur la portion du cycle décrite à champ croissant (à partir de $-B_{max}$). Ces dernières équations ne sont valables que si le système a atteint l'état critique ($B_{max} > B^*$) et en prenant $M^<$ et $M^>$ sur les branches principales du cycle.

Lorsque le courant critique varie avec le champ le cycle enveloppe n'est plus linéaire. Par exemple, lorsque $J_c \sim 1/B$, comme dans le modèle des sauts de « bundles » d'Anderson, M_{irr} décroît en $1/B$ à fort champ.

Le cycle d'hystérésis précédent est valable pour un échantillon cylindrique où le champ est appliqué parallèlement à l'axe du cylindre. Les échantillons étudiés ont en général des formes diverses où les effets de champ démagnétisant sont importants. C'est le cas en particulier des échantillons monocristallins de Bi:2212 que nous avons étudié au chapitre 7 et qui se présentent sous forme de plaquettes.

Les cycles d'hystérésis à forts champs, traités dans le cadre du modèle de l'état critique de Bean, conduisent en général^{4,5} à des densités de courant critique à basse température de l'ordre de 10^7 A.cm⁻² dans les monocristaux et 2 à trois ordres de grandeurs plus bas dans les céramiques. Les dépendances expérimentales en température et en champ magnétique de la densité de courant critique sont assez variées puisqu'elles dépendent à la fois de la nature des échantillons (poudre, céramique, film, cristal) et de leurs conditions d'élaboration. Peu de modèles prévoient cette dépendance du fait de la méconnaissance des mécanismes d'ancrage qui conditionnent J_c ⁶.

6.1.2) Relaxation de l'aimantation.

Le modèle de Bean ignore la relaxation de l'aimantation vers sa valeur d'équilibre, qui, à haute température, ne peut pourtant pas être négligée. Déjà connue dans les SBTC⁷, la relaxation lente de l'aimantation dans les supraconducteurs de type II demeure une caractéristique importante des SHTC. D'abord observée par Bednörz et Müller dans les céramiques des composés au lanthane, elle a été largement étudiée par la suite dans les autres oxydes. Les auteurs de ces études rapportent le plus souvent une loi de relaxation logarithmique du type:

$$M(t) = M_{rev} + M_0(1 \pm S(T, B) \text{Ln}(1 + \frac{t}{t_0})) \quad (5)$$

où le signe +/- dépend de la méthode d'observation (maintien du champ ou application suivie du retrait du champ) et où $S(T,B)$ est le taux de relaxation normalisé :

$$S(T, B) = \frac{1}{M_0} \frac{dM(t)}{dLnt} \quad t \gg t_0 \quad (6).$$

Le comportement décrit par l'équation (5) s'explique théoriquement par le modèle de flux creep de Kim et Anderson⁸ pour des temps petits comparés au temps de relaxation du système. Ce modèle permet de déduire des mesures de $S(T,B)$ une énergie d'activation U et un temps «de retard» t_0 (§ 2.3.2.5). (ρ_c =resistivité de TAFF (Eq.21, Ch.2)) :

$$\begin{aligned} M_0 &= M_{\text{irr}}(0) = \frac{1}{2} J_c R \\ t_0 &= \frac{\mu_0 R^2}{2\rho_c} \left(\frac{k_B T}{U} \right)^2 \\ S &= \frac{k_B T}{U} \end{aligned} \quad (7)$$

où $U(T,B)$ est l'énergie d'ancrage⁹ et B le champ appliqué lorsqu' il est maintenu ou le champ appliqué avant son relachement lorsque le champ n'est pas maintenu (Le terme $\frac{1}{2}$ dans la première équation est différent du $\frac{1}{3}$ de l'Eq.3 car ici une géométrie différente a été utilisée, les différences de facteurs démagnétisants jouant peu de rôle dans ce problème). La valeur de $S(T,B)$ est la même lorsque le champ appliqué est maintenu ou non (B étant alors la valeur du champ appliqué avant le relachement). En effet, la valeur initiale du courant circulant dans l'échantillon est la même dans les deux cas et vaut J_c en tout point de l'échantillon (état critique). Ce n'est donc qu'aux temps longs que les deux relaxations ne suivront plus la même loi.

Les mesures de relaxation rapportent toujours une croissance de cette énergie en fonction de la température¹⁰. Dans les poudres orientées d'YBaCuO, elle va de quelques dizaines de milliélectron-volts à basse température à 200 meV à haute température ($T > 50$ K). Dans les cristaux du même composé elle passe de 30 à 80 meV entre 5 et 50 K. Enfin, dans les cristaux des composés au bismuth sa valeur double entre 5 K (10 meV) et 20 K mais reste plus faible que dans les autres composés¹¹. Pour les poudres orientées de YBaCuO¹², les taux de relaxation mesurés décroissent très vite lorsque la température approche la température critique en désaccord avec les prédictions du modèle le plus simple de flux-creep qui prévoit une croissance linéaire de S avec la température. Pour les gros cristaux des SHTC par contre, le taux de relaxation normalisé croît avec T à basses températures¹³ et décroît avec T pour des champs appliqués importants.

L'équation (5) est strictement croissante avec t et ne peut donc décrire que le début de la relaxation. A temps longs, $M_{irr}(t)$ donnée par (5) s'approche de 0, ce qui définit le temps de relaxation τ_R donné par:

$$\tau_R = t_0(e^{1/S} - 1) = \frac{\mu_0 R^2}{2\rho_c} \left(\frac{k_B T}{U}\right)^2 \left(e^{\frac{U}{k_B T}} - 1\right) \quad (8)$$

Dans cette gamme de temps le courant à l'intérieur du système devient beaucoup plus faible que J_c , de telle sorte que les vortex quittent le régime creep pour entrer dans le régime de TAFF dans lequel la relaxation devient exponentielle avec un temps de relaxation τ_D :

$$\tau_D = \frac{\mu_0 R^2}{2\rho_c} \frac{k_B T}{U} e^{\frac{U}{k_B T}} \gg \tau_R \quad (9).$$

- D'autres lois de relaxation que (5) ont également été observées. Citons par exemple la loi exponentielle étirée¹⁴ :

$$M(t) = M_{rev} + M_1 \exp\left(-\left(\frac{t}{\tau}\right)^\beta\right) \quad (10)$$

qui a été observée sur des poudres orientées du composé YBaCuO¹⁵, avec un exposant $\beta=0.44$, et la loi,

$$M(t) = M_{rev} + M_2 \left(\text{Ln}\left(\frac{t}{t_m}\right)\right)^{-\mu(T,B)} \quad (11).$$

Les comportements (10) et (11) correspondent à des modèles de relaxation dans les verres de vortex pour des gammes de temps de l'ordre du temps de relaxation.

Si la ligne d'irréversibilité correspond à une transition de phase dans le verre de vortex, les différentes constantes qui apparaissent dans ces équations doivent adopter un comportement singulier à l'approche de la ligne. Par contre, si la ligne provient du désancrage thermique (et quelle que soit la nature du système de vortex en dessous de la ligne), ce comportement sera régulier.

6.2) Lignes d'irréversibilité.

A fort taux de relaxation le modèle de Bean n'est plus applicable et la courbe $M(B)$ rejoint sa valeur d'équilibre. Ce phénomène se produit en augmentant la température mais

également, à température constante, en montant le champ magnétique. La valeur du champ, à température fixée, pour laquelle l'hystérésis disparaît (c'est à dire pour laquelle l'aimantation prend sa valeur d'équilibre) détermine, dans le plan B-T, la ligne d'irréversibilité magnétique du système.

6.2.1) Systèmes granulaires.

L'existence de cette ligne est l'un des aspects les plus importants des SHTC et fut mise en évidence pour la première fois par Bednörz et Müller sur des céramiques des composés au Lanthane¹⁶. Ils ont montré que la variation en température du seuil d'irréversibilité suit la loi :

$$B_{\text{irr}}(T) = B_0 \left(1 - \frac{T}{T_0}\right)^{3/2} \quad (12)$$

où les paramètres T_0 et B_0 sont deux constantes dépendant du système étudié. Ce comportement a été confirmé pour l'ensemble des céramiques et poudres des SHTC¹⁷ avec des exposants variant entre 1.33 et 2.

Dans les céramiques, l'origine de l'hystérésis et de la ligne d'irréversibilité est plus complexe que dans les systèmes monocristallins en raison des phénomènes liés à la cohérence intergranulaire et des vortex Josephson. Les propriétés hystérétiques des céramiques des SHTC ont été étudiées par Senoussi et al¹⁸ sur le composé YBaCuO. Ces auteurs ont pu, par l'étude des cycles aux très faibles champs, mettre en évidence l'effet des jonctions intergranulaires. Aux forts champs, le cycle est fortement déformé par le système de vortex intragranulaires, qui donne la contribution dominante à l'hystérésis dans les céramiques. Dans le composé YBaCuO, l'hystérésis s'efface très vite lorsque la température augmente¹⁸. La forme des cycles n'est pas toujours régulière et nombre d'expériences rapportent des irrégularités dans les cycles, représentant des sauts de flux, visibles surtout à basse température¹⁹.

6.2.2) Systèmes lamellaires.

Dans les monocristaux ou les poudres, les phénomènes intergranulaires sont inexistantes et l'irréversibilité concerne uniquement le système de vortex intragranulaire. L'explication de la ligne d'irréversibilité est une question fondamentale encore controversée dans les SHTC. En particulier, se pose la question de savoir si, au passage de cette ligne, le système de vortex subit une transition de phases: Transition de fusion²⁰, transition vitreuse ou transition de Kosterlitz-Thouless du réseau de vortex²¹. D'autres approches de la ligne existent qui rejettent l'idée d'une transition de phases, comme par exemple le modèle du TAFF²². Dans tous les cas l'aspect lamellaire de ces systèmes joue certainement un rôle important.

Les données expérimentales ne permettent pas actuellement de trancher en faveur de l'une ou l'autre de ces interprétations. Certaines équipes rapportent des données en faveur de

la fusion du réseau de vortex. Citons par exemple M.F.Schmidt (mesures magnétiques sur des films minces de Niobium)²³ qui parvient à rendre compte de ces mesures à l'aide d'un critère de Lindemann. Plusieurs équipes ont rapporté une fusion de type Kosterlitz-Thouless à partir de mesures électriques: A.Yazdani et al²⁴ dans un composé SBTC MoGe et Q.Y. Ying et H.S.Kwok²⁵ composé YBaCuO (films minces). C.J. Van der Beek, P.H.Kes et al²⁶ ont effectué des mesures de relaxation de l'aimantation dans des monocristaux Bi:2212 interprétées en termes de verre de vortex. De même, R.H. Koch et V.Foglietti²⁷ ont observé la transition vitreuse dans des films minces épitaxiés d'YBaCuO et enfin D.J. Bishop et al²⁸ pour les composés Bi:2212. Les déterminations de l'ordre de la transition (si transition il y a) sont très rares²⁹ et soumises à caution. Par exemple, l'ordre de la transition de Kosterlitz-Thouless (théoriquement infini) est difficile à déterminer³⁰. D'un point de vue expérimental, certains groupes ont observé une transition du premier ordre à la traversée de la ligne d'irréversibilité³¹.

La "phase" de vortex située au-delà de la ligne d'irréversibilité (phase hautes températures et forts champs) a été étudiée expérimentalement par le biais de mesures de transport ou de relaxation d'aimantation, mais à l'heure actuelle il est difficile d'affirmer l'existence d'une phase liquide de vortex³². Cette même phase a par contre été étudiée sur le plan théorique par, pour ne citer qu'eux, Nelson et al³². Des expériences récentes³³ de Harada et al ont permis de suivre en temps réel le comportement dynamique des vortex entrant ou sortant d'un film mince de Bi:2212. Ils ont étudié le comportement dynamique des vortex sous un champ faible dans une large gamme de température de part et d'autre du point d'irréversibilité et n'ont noté aucune modification du réseau de vortex à la traversée de la ligne d'irréversibilité.

Enfin, les phénomènes de changement de dimensionnalité jouent sans doute une rôle important sur la ligne d'irréversibilité des supraconducteurs lamellaires et en particulier dans les SBTC. Par exemple, l'observation d'une ligne d'irréversibilité dans des films minces de composés SBTC est inattendue et montre l'influence décisive de la bidimensionnalité sur cette propriété. Les effets de cross-over dimensionnel affectent aussi bien le comportement de la supraconductivité que celui du système de vortex et consistent en un passage d'un comportement tridimensionnel à haute température à un comportement bidimensionnel à basse température. Le premier type de cross-over, qui affecte les propriétés supraconductrices dans les plans, a été prévu théoriquement dans les années 70 par R.A. Klemm, M.R. Beasley et A.Luther³⁴ dans le cadre du modèle de Lawrence et Doniach des supraconducteurs lamellaires. Cet effet se produisant d'autant plus près de T_C que l'anisotropie est forte, a été observé dans les composés 123 (YBaCuO)³⁵. Il reste difficile à observer dans les composés au bismuth ou au thallium qui sont très anisotropes. Un deuxième type de changement dimensionnel a été observé qui affecte le système de vortex³⁶. La ligne d'irréversibilité des monocristaux ou des films minces est affectée par les changements de dimensionnalité.

La ligne a été mesurée dans différentes géométries, en particulier pour des champs parallèles et perpendiculaires aux plans supraconducteurs. La ligne obtenue en champ parallèle est située au-dessus de la ligne obtenue en champ perpendiculaire, confirmant le fait que l'ancrage intrinsèque à la structure³⁷ est très fort. Pour des orientations de champ intermédiaires, les études expérimentales révèlent à la fois un passage 2D-3D pour une température dépendant de l'orientation³⁸ du champ par rapport aux plans, et une transition de lock-in pour les vortex parallèles aux plans³⁹.

PARTIE II

CERAMIQUES ET POUDRES Bi:2223 à 20% Pb RESULTATS EXPERIMENTAUX

La céramique étudiée dans ce chapitre a été décrite au §3.1.2, son volume est de 75 mm³.

6.3) Caractérisation de la transition normal-supra des céramiques : courbes M(T).

6.3.1) Courbes M(T) en champs faibles.

La figure 6.3-a présente l'évolution thermique du moment $M(T)$ de la céramique à 20 et 100 gauss. A 20 gauss le moment magnétique diminue rapidement entre la température d'onset du diamagnétisme, $T_{c0}=110$ K, et 100 K. La dérivée dM/dT (Fig. 6.3-b) accuse un maximum unique très marqué à 106 K et devient très faible en dessous de $T=102$ K ce qui donne une largeur de transition $\Delta T=8$ K. A 100 gauss la transition est déjà considérablement élargie.

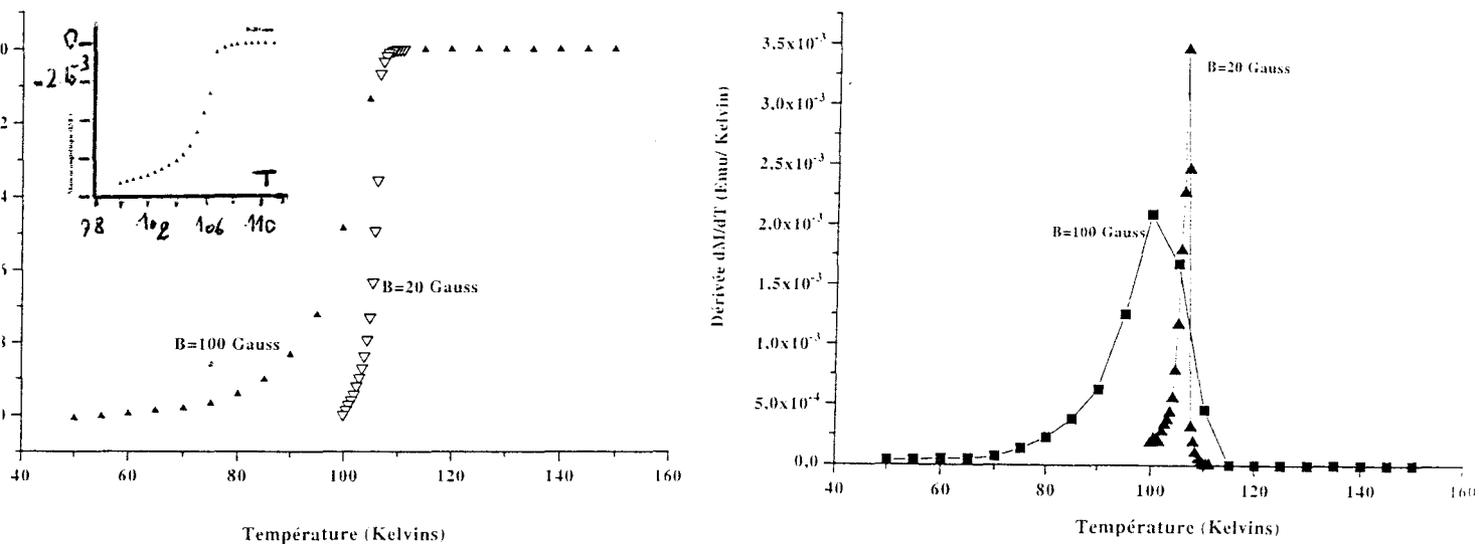


Fig.6.3. Evolution thermique des moments normalisés en F.C. pour la céramique à :
-a : à $B=20$ et 100 Gauss. En insert, courbe $M(T)$ à 20 G.
-b : Dérivées des courbes $M(T)$.

Contrairement aux observations de susceptibilité en alternatif, la transition ne se fait pas en deux étapes et elle est plus large, à faibles champs (20 gauss), en statique qu'en alternatif. Deux interprétations opposées peuvent pour l'instant être données à ces faits :

- Soit, à faible champ statique et en l'absence de composante alternative du champ, les deux transitions, intra et intergranulaires, se produisent simultanément à T_{c0} . Le $\Delta T=8$ K à 20G, et son élargissement rapide avec le champ, s'expliquent alors par le fait que la transition de cohérence étant plus large que la transition intragranulaire, c'est elle qui détermine ΔT . Dans ce cas, c'est la fréquence qui expliquerait le splitting des transitions observé en alternatif et la température de cohérence ne serait plus une propriété intrinsèque du système mais une fonction de la fréquence tendant vers T_{c0} à fréquence nulle.

- Soit, les mesures de susceptibilité statique sont incapables de voir la transition de cohérence. Autrement dit, les lignes du champ de la composante alternative de B sont expulsées du volume de l'échantillon alors que les lignes de champ statique ne le sont que des grains. Cette hypothèse, difficile à justifier, ne peut cependant pas être rejetée de premier abord du fait que les processus physiques se produisant dans le système de jonctions sont, à de nombreux points de vue, nettement plus complexes et moins bien compris que les phénomènes intra. Elle est par ailleurs en accord avec le fait que le pic de cohérence en susceptibilité alternative est beaucoup plus sensible aux champs alternatifs qu'au champ statique : quelques dixièmes de gauss dans la composante alternative de B ont le même effet (décaler le pic de cohérence vers les basses températures) que 1000 gauss de champ statique.

La comparaison entre le comportement de la poudre et de la céramique, que nous aborderons au paragraphe 6.4, nous permettra de clarifier ce problème.

6.3.2) Courbes M(T) en champs magnétiques forts.

Sur la figure 6.4 sont présentées les courbes M(T) obtenues à 0.5, 1, 3 et 5 Teslas.

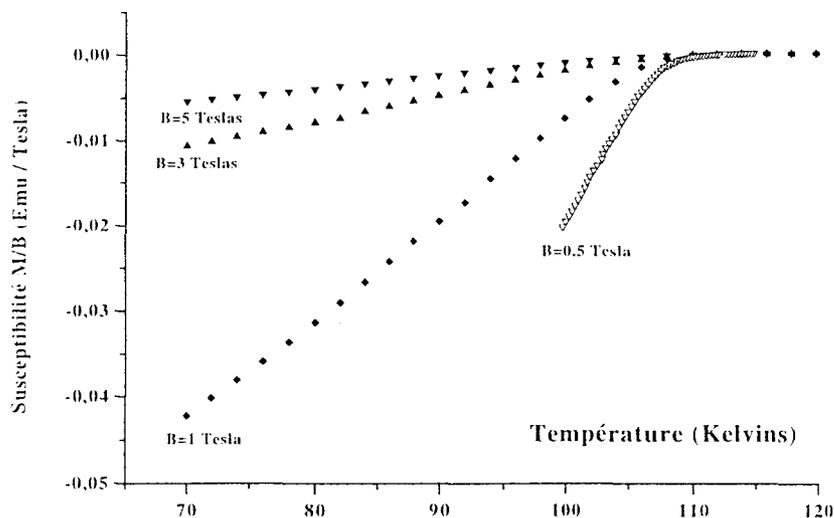


Fig.6.4. Courbes M(T) à 0.5, 1, 3 et 5 Teslas obtenues en F.C. sur la céramique.

La tendance à la saturation à basse température disparaît en champ fort. La largeur de transition devient rapidement plus importante que la gamme de température observée.

6.4) Comparaison de la poudre et de la céramique.

Nous ne savons pas a priori si les lignes de champ magnétique pénètrent entre les grains composants la céramique ou si elles sont expulsées de son volume. Nous avons vu au chapitre 4 que le champ alternatif est expulsé du volume de la céramique lorsque la température est plus faible que T_{coh} . La valeur de la température de cohérence dépend du champ statique surimposé au champ alternatif ($T_{coh} \sim 80$ K pour $B_{stat} = 2000$ G). Ce résultat ne peut pas être généralisé pour nos mesures puisque, le champ de cohérence dépendant aussi de la fréquence et de l'amplitude du champ alternatif, nous ne connaissons pas sa valeur statique. Pour savoir si, dans les expériences faites sur le SQUID, le champ pénètre dans la céramique, étudions en premier lieu sa susceptibilité en dessous de B_{C1} , que l'on détermine sur la partie linéaire bas champ de la courbe de première aimantation. La figure 6.5 représente M_{rev} vs B à 10K.

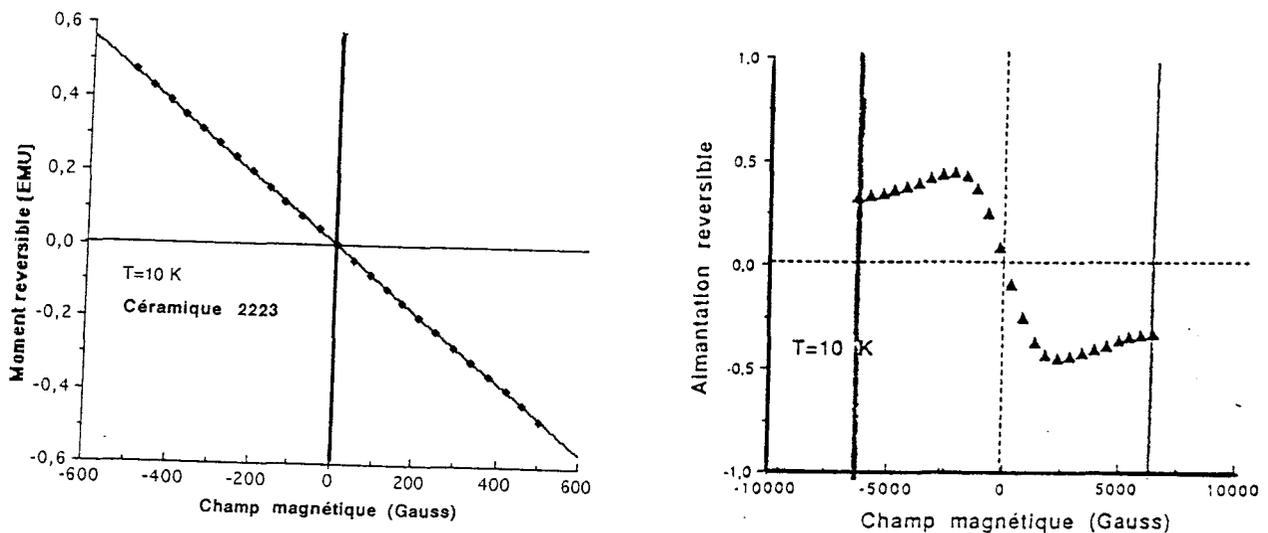


Fig.6.5. Composante réversible de l'aimantation à $T=10$ K pour $B_{max}=500$ G et $B_{max}=1$ Tesla.

La relation entre M_{rev} et B est linéaire dans tout l'intervalle de champs, ce qui permet de déduire la susceptibilité diamagnétique, qui vaut $\chi = -0.08$, valeur très inférieure à l'unité en valeur absolue (on trouve une valeur légèrement inférieure à -0.9 pour la poudre dans les mêmes conditions). Ceci montre que l'effet Meissner n'est pas complet dans la céramique, indiquant que le champ, même faible, pénètre entre les grains. Pour confirmer cette hypothèse comparons le comportement de la céramique à celui mesuré sur une poudre obtenue par broyage de cette céramique.

La poudre est constituée de grains répartis dans une matrice de paraffine avec un taux de remplissage en volume de 1.8%. Pour ce coefficient de remplissage, la distance moyenne entre grains est de l'ordre de 20 μm , soit plus de deux fois la taille d'un grain. Le couplage Josephson existant normalement entre les grains de la céramique est considérablement atténué, voir supprimé, dans la poudre. Le comportement magnétique de la poudre est donc dominé par les processus intragranulaires. Un faible couplage magnétique dipolaire (couplage diamagnétique) entre les grains supraconducteurs est toutefois toujours possible⁴⁰. A $B=1$ Tesla, l'énergie de couplage diamagnétique entre deux grains adjacents n'excède pas 10^{-3} eV (0.1 Kelvins). Il n'intervient donc qu'à très basse température. Cet effet est de toute façon plus faible que les effets de champs démagnétisants dans les grains isolés.

Les courbes $M(T)$ normalisées de la poudre et de la céramique se superposent, indiquant une largeur de transition identique pour les deux systèmes, quel que soit le champ magnétique. Nous avons vérifié ce phénomène à divers champs et températures et donnons un exemple sur la figure 6.6.

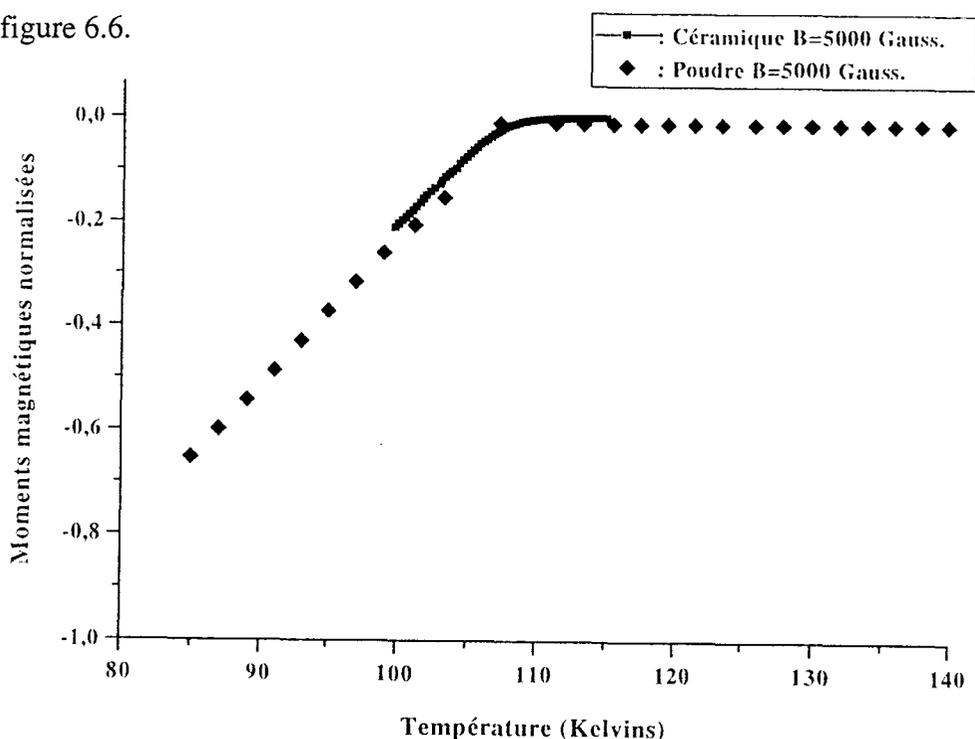


Fig.6.6: Comparaison des courbes $M(T)$ normalisées pour la céramique et la poudre ($B=5\text{kG}$).

Il est difficile de comparer la forme des cycles d'hystéresis des deux systèmes en superposant simplement des cycles normalisés à la masse des échantillons. En effet, les coefficients démagnétisants des poudres et céramiques sont très différents du fait de la forte compression des lignes de champ s'introduisant entre les grains dans la céramique. Pour réaliser la superposition nous avons donc normalisé les cycles de façon à obtenir une coïncidence soit de la partie linéaire de la courbe de première aimantation (basse température) soit de la partie réversible du cycle (forte température). Dans les deux cas on obtient, lorsque

B_{\max} est grand une bonne superposition des cycles des poudre et des céramiques obtenus dans les mêmes conditions (Figs.6.7).

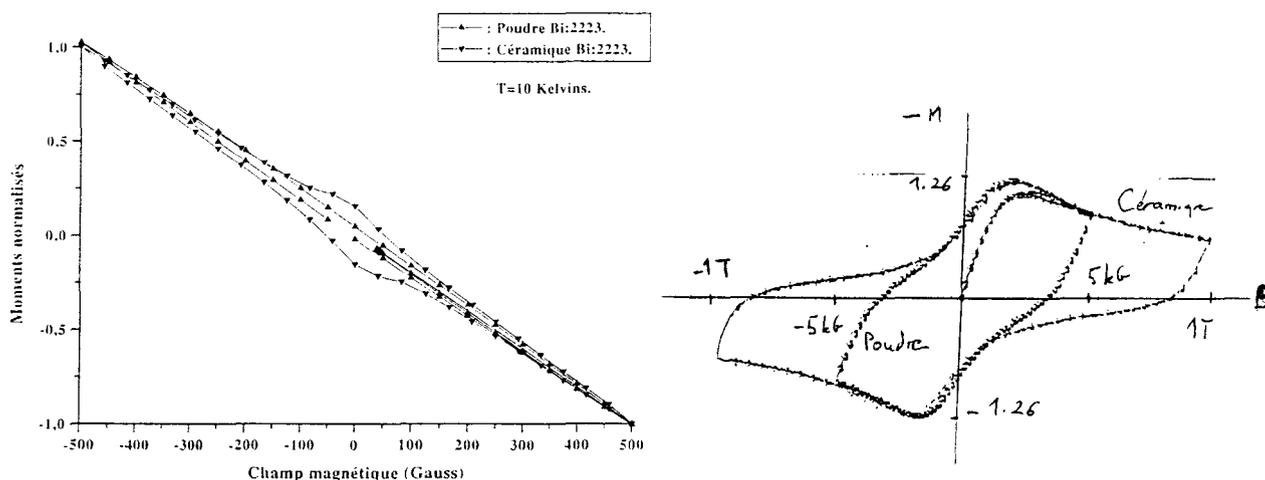


Fig.6.7: Superposition de cycles d'hystérésis à différents B_{\max} pour la céramique et la poudre.

-a: $B_{\max} = 500$ G et $T = 10$ K.

-b: $B_{\max} = 0.5$ T (poudre) et 1 T (Céramique).

Pour des valeurs faibles du champ maximum l'effet des jonctions se fait sentir. La figure 6.7-a superpose les cycles à 10 K sous un champ de 500 G. Le cycle de la céramique est plus renflé en dessous de 150 gauss que celui de la poudre, ce qui indique une contribution des jonctions à l'irréversibilité, cependant cet effet est assez faible ($M_{\text{irr}}(0) = 0.8$ emu pour les processus intra ($B_{\max} > B^*$) et < 0.07 emu pour les phénomènes intergranulaires). Par contre les courbes $M_{\text{rev}}(B)$ des deux échantillons sont parfaitement linéaires, ce qui indique que le premier champ critique intragranulaire est plus grand que 500 gauss et le B_{c1} intergranulaire est beaucoup plus petit que la résolution en champ de notre expérience. Ainsi les jonctions ne participent pas à l'écrantage, conformément aux observations faites sur les courbes $M(T)$. Nous ne chercherons pas, dans ce travail, à comprendre comment elles interviennent à bas champ sur l'irréversibilité et nous contenterons de travailler à fort champ.

En conclusion, aucun phénomène de cohérence n'est apparemment observé en régime statique dans les céramiques. Ce résultat confirme le point 2 du paragraphe précédent (pénétration du champ statique entre les grains et expulsion du champ alternatif en dessous du champ de cohérence). Il s'explique si le temps de relaxation magnétique de la céramique est court devant la durée des expériences en statique mais plus long que la période du champ alternatif appliqué. Ainsi, en alternatif, les lignes de champ n'ont pas le temps de pénétrer entre les grains, ce qui donne une contribution à la susceptibilité alternative observée dans le

pic basse température de $\chi_{alt}(T)$ (Fig.4.1) alors que les lignes de champ statique pénètrent toujours. Ce phénomène implique que le système de lignes de flux intergranulaires (vortex inter ou boucles de courant, voir § 2.3.2) est hors d'équilibre lorsque le champ varie brutalement. Cette situation hors d'équilibre peut s'expliquer dans le cadre d'un modèle de verre de spin intergranulaire, intrinséquement hors d'équilibre ou par celui du modèle de Bean appliqué au milieu supraconducteur effectif intergranulaire décrit dans le chapitre 4. Dans les deux cas une ligne d'irréversibilité est définie dans le plan B,T lorsque le temps de mesure devient grand devant le temps de relaxation (partie réversible du diagramme). Le temps de relaxation étant très petit pour le système intergranulaire, en statique nous sommes « presque » toujours dans la partie réversible du diagramme et le champ a pénétré entre les grains.

Nous ne chercherons pas à étudier plus avant ce phénomène et nous contenterons de l'utiliser pour interpréter les résultats présentés dans ce chapitre en termes exclusivement intragranulaires. Nous présentons, dans les paragraphes qui viennent, les données sur la poudre et la céramique en présentant différemment les données expérimentales des deux systèmes et en notant dans le texte lorsque des résultats différents sont observés.

6.5) Cycles d'hystérésis et courants critiques.

6.5.1) Présentation des Cycles d'hystérésis.

Quelques exemples de cycles sont présentés sur la figure 6.8.

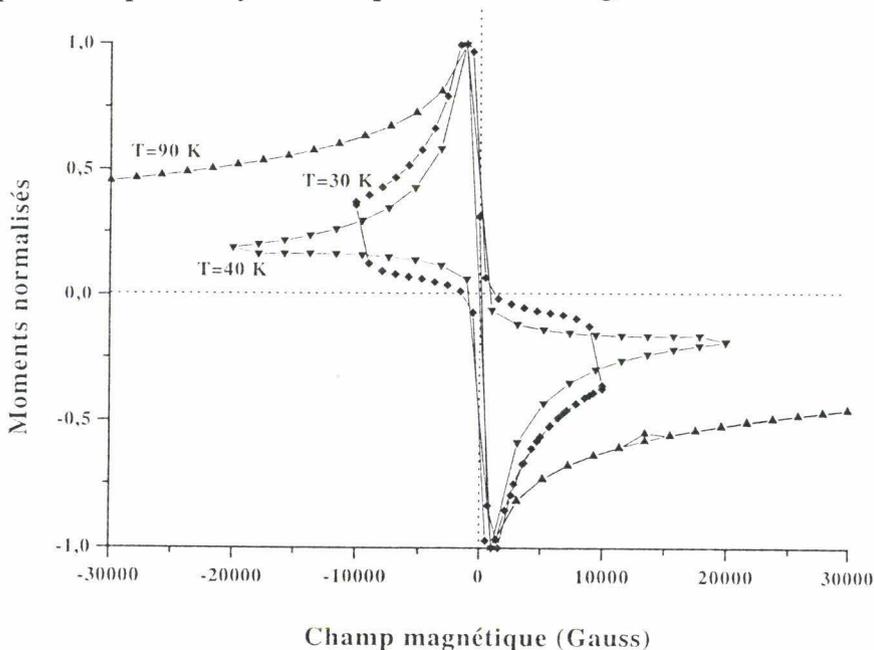


Fig.6.8. Cycles d'hystérésis pour la céramique à T=90 K, $B_{max}=3T$ - T=40 K, $B_{max}=2T$ -T=30 K, $B_{max}=1 T$.

Selon la valeur du champ maximum et de la température, la forme de ces cycles varie beaucoup. Les formes présentées ici sont caractéristiques de celles observées dans les SHTC. Notons que, à basse température et assez fort champ, les cycles se rapprochent de ceux prévus

par le modèle de Bean. Comme prévu, lorsque la température est haute les cycles sont plus proches d'une forme réversible (S renversé) et lorsque le champ maximum ne permet pas d'atteindre le champ B^* (Eq.1) le cycle ne peut pas se déployer complètement. De façon générale une bosse plus ou moins marquée apparaît sur les cycles qui les rend disymétriques par renversement du signe de B . Cet effet traduit l'antisymétrie des courbes $M_{rev}(B)$ et disparaît sur la composante $M_{irr}(B)$ qui est toujours paire.

6.5.2) Vérification du modèle de Bean.

Avant d'analyser plus avant les détails de ces cycles, cherchons dans quelles conditions (et si) le modèle de Bean permet de les décrire. En dehors des basses températures, la forme simplifiée du modèle, dans laquelle le courant critique ne varie pas avec le champ et qui prévoit une faible variation de l'aimantation irréversible en fonction de B , ne correspond pas du tout aux courbes mesurées puisque M_{irr} décroît très vite avec le champ. L'explication en est soit l'approche du champ d'irréversibilité, soit une dépendance de J_c avec le champ magnétique (modèle de Bean étendu). Il est pratiquement impossible de tester le modèle étendu ou J_c dépend de B dans la mesure ou pratiquement n'importe quelle forme de cycle peut être alors prédite⁴ pourvu que l'on donne une dépendance adéquate à $J_c(B)$ (la seule chose qu'on puisse faire, au mieux, est de faire l'hypothèse que le modèle s'applique et en déduire $J_c(B)$). On se contentera donc de tester le modèle à basse température. Pour ce faire nous allons vérifier :

a- Que $M_{irr}(B)$ est pratiquement constant, au moins à faible champ.

b- Que la courbe enveloppe des cycles ne dépend pas de B_{max} , c'est la condition d'existence de la courbe enveloppe et une conséquence directe de l'état critique.

c- Que les courants critiques que l'on tire des équations (1) et (2) coïncident. Autrement dit que le rapport $B^*/M_{irr}(0)$ ne varie pas avec la température (Eqs.1 et 2). Plus précisément, le rapport $VB^*/M_{irr}(0)\mu_0$ doit être égal à 3 (V est le volume de l'échantillon).

Cette analyse doit permettre, d'une part, de tester le modèle et d'autre part de déterminer la gamme de champ sur laquelle J_c varie peu avec B . Cette gamme doit être grande à basse température.

a- Du fait de la parité déjà notée de $M_{irr}(B)$, les courbes qui la représentent sont toujours plates à faible champ. Le modèle peut donc être testé en notant l'extension ΔB de la plage de champ dans laquelle M_{irr} reste pratiquement constante. A basse température (Fig.6-9), ou le champ d'irréversibilité n'est jamais atteint, on observe une large gamme de champ ou M_{irr} reste constante puis une décroissance lente compatible qualitativement avec le modèle de Bean. Lorsque le champ d'irréversibilité est observé, M_{irr} continue à être à peu près constant à faible champ et décroît vers zéro lorsque le champ s'approche du champ d'irréversibilité. Ces

résultats sont compatibles avec le modèle, tant que le champ appliqué ne dépasse pas un fraction (typiquement 1/3) de B_{irr} . L'irréversibilité est ensuite atteinte progressivement. Les valeurs de ΔB mesurées sur la poudre et la céramique sont indiquées dans le tableau 6.1. La gamme de champ ou J_c est constant est assez réduite.

T (K)	10	30	50	60	90
ΔB (G) cer	10000	2000	$\gg 500$	1000	300

Tab. 6.1 : Extension ΔB de la gamme de champ sur laquelle $M_{irr}(B)$ varie peu dans la céramique (moins de 20% de sa valeur en $B=0$)

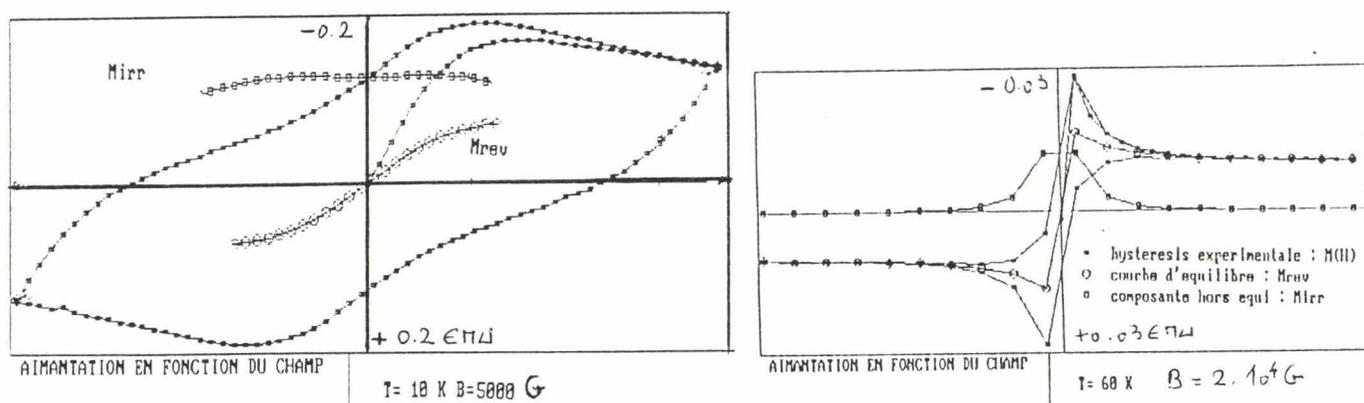


Fig.6.9. Composantes réversibles et irréversibles du moment magnétique de la poudre à
 a- 10 K- $B_{max}=5kG$.
 b- 60 K- $B_{max}=20000G$.

b- Nous avons vérifié le point b sur quelques cycles. Il n'a jamais été mis en défaut. Un exemple pour la céramique à 10 K est présenté sur la figure 6-10.

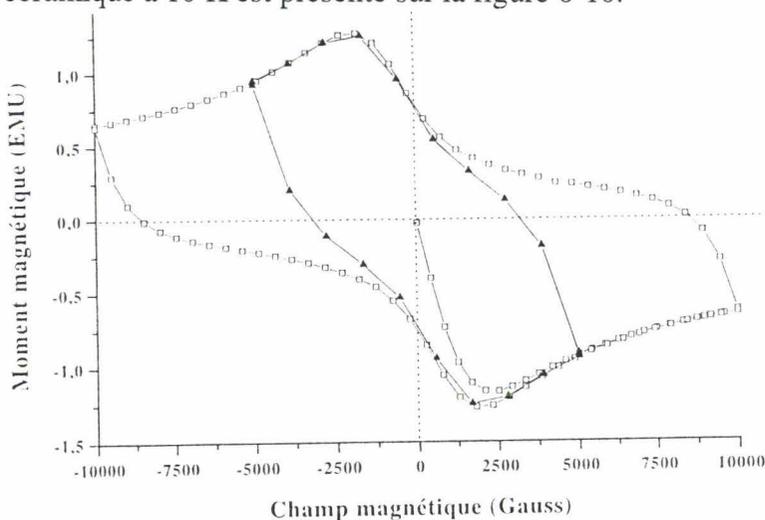


Fig.6.10. Indépendance de la courbe enveloppe du cycle vis-à-vis de B_{max} . Ici, pour la céramique à 10K et $B_{max}=5000$ et 10000 G.

c- Les valeurs de $B_{irr}/M_{irr}(0)$ de la poudre sont présentées dans le tableau tableau 6.2.

B_{max} (T)	T (K)	$M_{irr}(0)$	$B^*(T)$	$V B^*/M_{irr}(0)\mu_0$
5	5	0.0995	0.582	5.22
0.5	10	0.09	0.5	5.04
2	55	0.0134	0.11	7.11
2	60	0.012	0.077	5.76
1	75	0.0039	0.062	14.4
1	80	0.0037	0.12	30
1	85	0.0028	0.09	29.7
1	90	0.0016	0.073	41.4

Tab. 6.2 : Evolution du rapport $B^*/M_{irr}(0)$ avec la température dans la poudre.

Le rapport reste constant et assez proche de la valeur théorique 3 (on ne connaît rien sur les coefficients démagnétisants des grains), conformément aux prédictions du modèle, jusque vers 70 K, point au-delà duquel il augmente rapidement et atteint une valeur presque 10 fois plus élevée à 90 K qu'à basse température. Cette propriété est conforme au fait que, à champ maximum constant, plus on monte la température, plus l'approche de la ligne d'irréversibilité diminue la valeur de $M_{irr}(0)$.

6.5.3) Courants critiques.

Le tableau 6.3 présente les valeurs de J_c obtenues sur la céramique et la poudre à l'aide de B^* (Eq.1) pour un rayon typique des grains de $R=10 \mu m$.

T (Kelvins)	échantillon	B^* (Gauss)	$J_c(10^6 A.cm^{-2})$
5	poudre	5800	5
10	poudre	3600	3.1
55	poudre	1000	0.91
60	poudre	760	0.64
75	poudre	620	0.52
10	céramique	4200	3.3
30	céramique	2300	1.8

Tableau 6.3 : Valeurs mesurées de J_c en fonction de la température sur la poudre et la céramique. (L'incertitude sur B^* et donc sur J_c est assez forte).

La décroissance en température de la densité de courants critiques est assez lente et les ordres de grandeur de J_c à basse température sont conformes aux valeurs indiquées dans la littérature⁴¹. Les valeurs indiquées dans ces tableaux représentent la limite à champ nul de

$J_c(T,B)$ et reste constante dans toute la gamme de champ ΔB (Tab.6.1). Au-delà de 70 K elles sont sujettes à caution en raison du désaccord entre le modèle de Bean dont elles sont déduites et les données expérimentales.

6.6) Ligne d'irréversibilité magnétique.

Le passage des cycles à l'état réversible se fait progressivement. Ce passage est caractérisé par l'existence de deux champs magnétiques dont les valeurs décroissent avec la température. Le premier, est le seuil de champ au-delà duquel l'aimantation irréversible amorce sa décroissance et le second, B_{irr} est le **champ d'irréversibilité**. Chacun de ces champs définit dans le plan B-T une ligne. En dessous de la première ligne, la composante irréversible de l'aimantation ne varie que très lentement avec le champ magnétique, en accord avec les prédictions du modèle de Bean. Au dessus de la seconde, le système a un comportement réversible ($M_{irr}=0$). La première ligne n'est pas directement mesurable puisque une dépendance en champ de J_c peut également avoir pour effet de faire décroître M_{irr} avec le champ. Il est donc impossible de savoir si le champ où l'on commence à voir M_{irr} décroître doit être attribué à cet effet ou à l'amorce d'un comportement réversible.

6.6.1) Définition de la ligne.

A fort champ les cycles se referment et une queue réversible apparaît. Ce n'est pas le seul effet qui caractérise le point d'irréversibilité. Les phénomènes observés au passage du régime irréversible au régime réversible sont :

- 1. Disparition de l'hystérésis dans les courbes $M(B)$ ou les courbes $M(T)$.
- 2. Dans le domaine réversible du cycle ($B > B_{irr}$) l'aimantation varie très peu avec le champ, et ce, même pour des températures et des champs élevés. Ce phénomène est inattendu et peut indiquer des valeurs très élevées du champ H_{c2} , même à haute température. Par exemple à 100 K, B_{c2} doit être au moins égal à quelques dizaines de teslas pour être compatible avec la décroissance observée de $M_{rev}(B)$.
- 3. Modification du régime de relaxation. Ce dernier point sera abordé dans le paragraphe 6.7.

B_{irr} dépend de la température et définit expérimentalement la ligne d'irréversibilité magnétique. Sa mesure dépend de la résolution du SQUID (en fait plutôt du niveau de bruit). En effet la composante irréversible de l'aimantation rentre dans le bruit très progressivement à B_{irr} . Considérer que B_{irr} correspond au moment où M_{irr} est plus petit que la résolution de l'appareil est impossible puisqu'alors (dans le cas par exemple où un comportement de type TAFF se produit) deux échantillon de même nature mais de tailles différentes donneront une

valeur différente de B_{irr} . Pour remédier à ce problème il faut utiliser un critère qui dépende de la taille de l'échantillon. Plusieurs possibilités sont envisageables :

a- Définir B_{irr} comme le point où $M_{irr} <$ une fraction ($q\%$ où q est arbitraire mais définie une fois pour toute) de l'aimantation au maximum de la courbe d'hystéresis. Cette définition a le désavantage de comparer M_{irr} à M total et donc de mélanger deux contributions indépendantes de l'aimantation. Deux échantillons ayant la même dépendance en température de leurs composantes irréversibles, mais des composantes réversibles différentes, donneraient alors des B_{irr} différents, en contradiction avec la définition du champ d'irréversibilité. Cependant, le maximum du cycle étant toujours très voisin de $B=0$ où la composante réversible est nulle par définition, ce problème est assez secondaire, sauf à haute température.

b- Définir B_{irr} comme le point où $M_{irr} <$ une valeur fixe (typiquement petite devant les aimantations mesurées) proportionnelle à la masse de l'échantillon. Cette méthode donnera des champs d'irréversibilité B_{irr} différents pour deux systèmes ayant des $M_{irr}(B)$ ayant exactement la même dépendance en champ mais avec une valeur en $B=0$ différente. En particulier, si la valeur de $M_{irr}(0)$ est déterminée par le modèle de Bean, elle décroît avec la température comme le courant critique, et cette méthode donnera des B_{irr} différents, même si la décroissance en champ est exactement la même. Autrement dit la variation mesurée de B_{irr} en fonction de T traduira la dépendance en T d'une grandeur réversible (J_c) et non pas l'accroissement d'irréversibilité, en contradiction, encore une fois, avec la définition de B_{irr} . Par ailleurs cette méthode rend difficilement comparable une poudre et une céramique, qui possèdent, en raison du fort ressèment des lignes de champ entre les grains dans la céramique, des coefficients démagnétisant très différents.

c- Définir B_{irr} comme le point où $M_{irr} <$ un fraction ($q\%$ ou q est arbitraire et petit mais le même à toute température et pour tout échantillon) de l'aimantation irréversible en $B=0$, c'est à dire, puisque $M_{rev}(0)=0$ par définition, de l'aimantation en $B=0$. Cette méthode évite les inconvénients des deux précédentes mais présente le problème inverse de b-. En effet, si $M_{irr}(0)$ est déjà affaibli (par la relaxation), par rapport à sa valeur optimale définie par le courant critique, la méthode n'en tiendra pas compte. Cet inconvénient se manifeste principalement pres de T_{c0} (à partir de 105 K) où $M_{irr}(0)$ s'écrase brutalement en raison de l'irréversibilité. Cependant, **nous avons retenu ce dernier critère pour mesurer nos lignes** car, en champ nul, l'irréversibilité est toujours maximale et, même si elle est plus faible que sa valeur optimale, l'erreur sur B_{irr} sera moindre que par les méthodes a- et b-. De plus, dans la majorité des cas (lorsque le maximum du cycle est en $B=0$), c- coïncide exactement avec le critère a-.

Pour tenir quand même compte des objections du point b nous avons superposés à la ligne de type c- la ligne obtenue par cette méthode. Ces deux méthodes correspondent à deux approches de l'origine de la ligne. Si cette dernière provient d'un affaiblissement de J_c c'est la méthode b qui est la plus adaptée. Si elle provient d'une accélération des processus de relaxation c'est la méthode b qui est meilleure.

6.6.2) Présentation de la ligne.

Les lignes d'irréversibilité déduite des mesures d'hystérésis magnétique sont présentées sur la figure 6.11. En dessous de 40 K et pour les critères plus fins que $q=1\%$, B_{irr} est trop élevé pour être observé (>5 T). Il décroît ensuite très vite jusque vers 80 K, point où la ligne d'irréversibilité magnétique subit un ralentissement. Il s'annule ensuite progressivement à 110K. Entre 100 et 110 K l'irréversibilité étant très faible, la mesure de B_{irr} devient imprécise. Au dessus de 80 K les variations de B_{irr} sont à peu près linéaires et s'extrapolent à zéro en 110K.

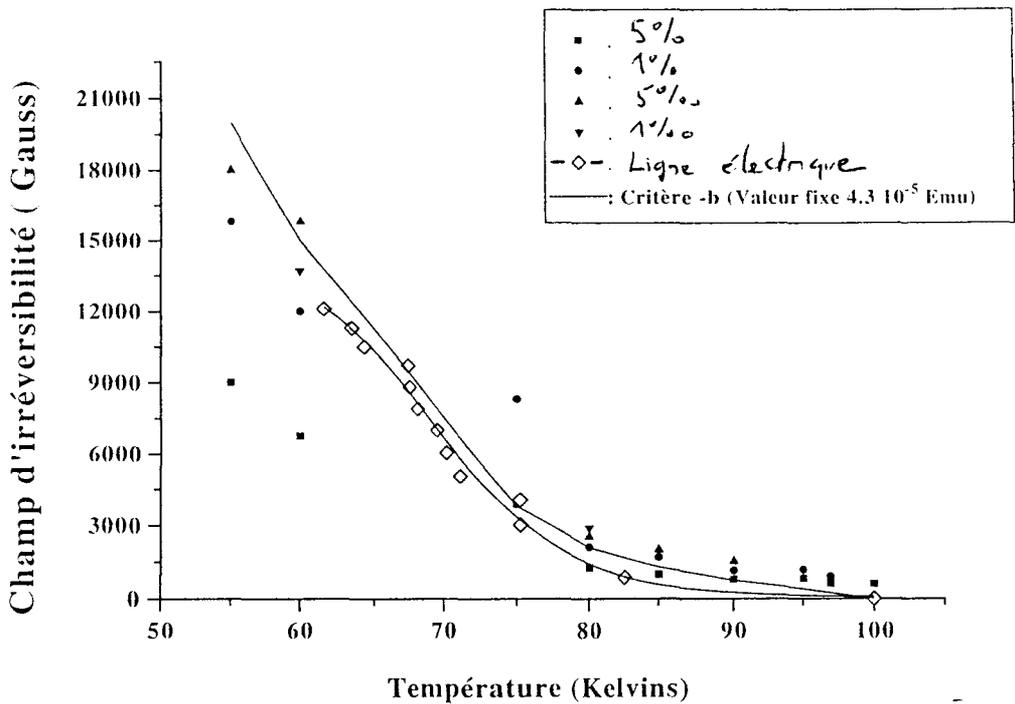


Fig.6.11. Lignes d'irréversibilité magnétiques à différents critères $q=1,5,0.1$ et 0.5% comparées à la ligne électrique et à celle déduite du critère -b.

Sur la même figure les ligne magnétiques sont comparées à la ligne d'irréversibilité électrique. Au dessus de 80 K, la ligne électrique est sans ambiguïté sous les les lignes magnétiques, même celle correspondant au critère très grossier $q=5\%$. La ligne électrique s'annule à 100 K alors qu'à cette température les B_{irr} sont encore de l'ordre de 1000 G. Au dessus de 80 K la comparaison est plus difficile à cause du petit nombre de points mesurés sur la ligne magnétique et de l'incertitude des valeurs de B_{irr} correspondante. Globalement les lignes correspondent en ordre de grandeur, la ligne électrique est plus abrupte et semble vouloir passer au dessus des lignes magnétiques à basse température.

Une autre façon de déterminer le degré de réversibilité du système est de mesurer la quantité $M_{irr}(B=0)$. Comme $M_{irr}(0) > M_{irr}(B)$ quelquesoit B (ou peu s'en faut), cette grandeur donne une bonne idée de la réversibilité maximale des échantillons. Dans le cadre du modèle

de Bean (applicable à faible T) elle permet de déterminer le courant critique du système (Eq.2), mais à haute température, elle est diminuée par la relaxation. Nous avons tracé sur la figure 6.12 son évolution avec la température au voisinage de T_{c0} . Elle décroît pratiquement linéairement en dessous de 106 K et s'extrapole à zéro à cette température ou elle subit un coude très spectaculaire et vient s'annuler très lentement à 110 K. Après le coude les valeurs de $M_{irr}(0)$ sont 500 fois plus faibles qu'à 100 K mais restent cependant un ordre de grandeur plus élevées que le niveau de bruit de l'expérience (10^{-7} emu), déterminé en mesurant $M_{irr}(0)$ à diverses températures supérieures à 120 K, niveau qu'elle atteint progressivement exactement à 110 K.

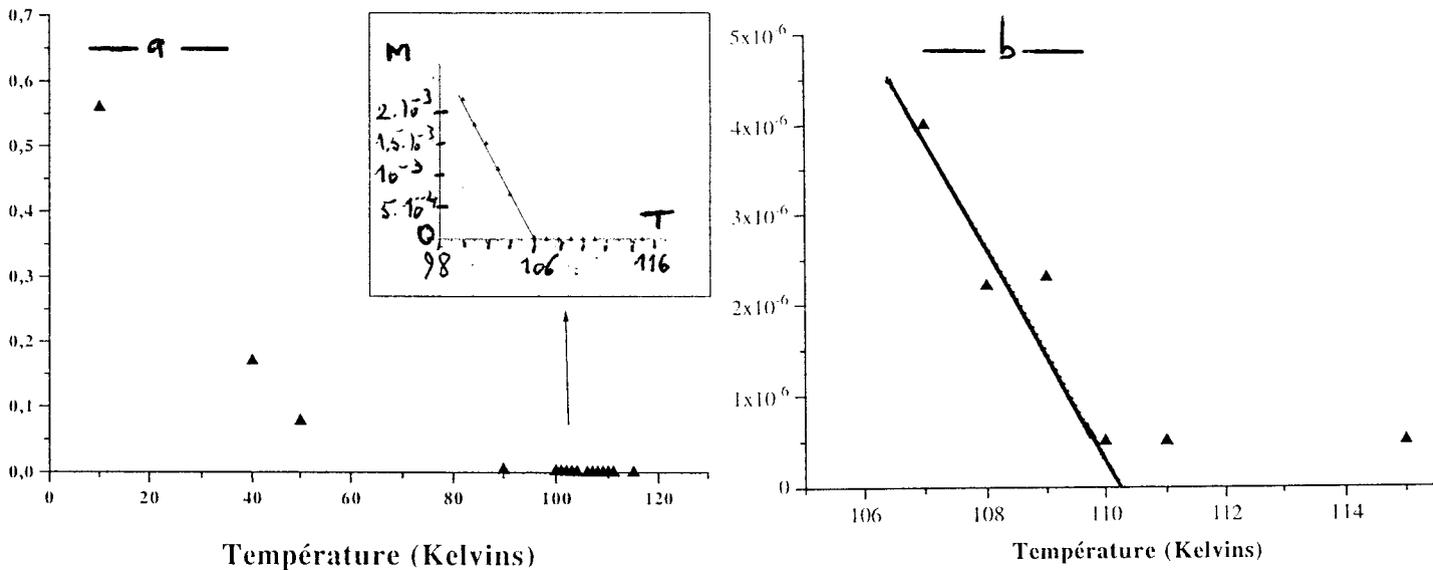


Fig.6.12. Evolution thermique de la composante irréversible de l'aimantation en $B=0$.

a- En insert, agrandissement de la zone située autour de 106 K.

b- Comportement au voisinage de 110 K.

6.6.3) Discussion.

Nous allons comparer les formes de la ligne d'irréversibilité et les valeurs de courant critiques avec les approches théoriques les plus courantes. Nous avons vu au chapitre 5 que ce type d'analyse n'était pas très conclusif, puisque les diverses théories ne peuvent prétendre, au moins loin de T_{c0} , prédire avec précision la forme de la ligne et que, par ailleurs, les données s'ajustent toujours, plus ou moins bien, avec toutes les théories. Nous reportons donc au paragraphe suivant la possibilité de choisir la théorie la plus proche des faits exposés dans cette thèse. Par contre cette analyse permet d'estimer les valeurs des paramètres intervenant

dans ces théories. D'un autre coté, une analyse qualitative fournit des informations utiles. Retenons les points suivants :

- L'irréversibilité subsiste jusqu'à 110 K en subissant deux changements de régime vers 80 et à 106 K.

- L'évolution rapide de la ligne avec le paramètre q (critère de précision expérimental qui définit la ligne) est en faveur d'une interprétation en terme de TAFF. Par ailleurs, l'absence de saut de l'aimantation au passage de la ligne prohibe une interprétation en terme de transition du premier ordre se produisant dans le système de vortex. Une transition plus douce (verre de vortex-liquide par exemple) reste cependant compatible avec les données, à condition que l'amorce de la réversibilité commence à se produire loin en deça de la ligne, dans la phase irréversible.

- Comparaison avec le modèle du TAFF.

Dans ce modèle la température d'irréversibilité est définie comme celle où le temps de relaxation magnétique τ_R du système devient du même ordre de grandeur que le temps séparant deux points de mesure sur une courbe d'hysteresis, à savoir quelque secondes. τ_R étant donné par l'équation (9), on trouve que T_{irr} est donnée par ($U/k_B T \gg 1$) :

$$\frac{\mu_0 R^2}{2\rho_c \tau_R (= 1 \text{sec.})} = \left(\frac{U}{k_B T_{irr}}\right)^2 \exp\left(-\frac{U}{k_B T_{irr}}\right)$$

C'est pratiquement la même équation qui définit, dans ce modèle, la ligne d'irréversibilité électrique, mais avec une constante différente dans le terme de gauche (et un carré sur $U/k_B T$). U et ρ_c ont été mesurés dans le chapitre 5. La formule précédente permet donc a priori d'estimer la valeur théorique de T_{irr} pour chaque B et de comparer avec les valeurs (Tab.6.4).

B (G)	870	2000	3000	5000	6000	7000	8000	9000
T_{irr} (K)	40.5	28	30.3	27.5	23.5	22.6	21.3	20.3

Tableau 6.4 : Température d'irréversibilité magnétique reconstruite théoriquement à l'aide des énergies d'ancrage mesurées électriquement.

Ces valeurs sont faibles comparées aux valeurs mesurées, et correspondent à une ligne prévue très raide en $T \sim 25$ K. Notons que cette approche est assez grossière car elle est indépendante du critère q alors que, comme nous l'avons vu, la ligne expérimentale en dépend très fortement. Cependant ces faibles valeurs semblent indiquer que ce ne sont peut être pas les variations de τ_R qui expliquent la ligne magnétique. Nous reprendrons cette analyse après l'exposition des résultats de relaxation qui donnent une estimation plus directe de U .

- Influence du mécanisme KT.

La ligne magnétique, contrairement à la ligne électrique, n'est pas directement sensible à la transition de dissociation des paires de vortex, puisqu'une paire vortex-antivortex possède un moment total nul. On a vu cependant au chapitre 5 que ces vortex pouvaient modifier considérablement les propriétés du système de vortex induits par le champ, en abaissant B_{c1} ou en ramollissant un éventuel réseau de vortex par exemple.

Comme la ligne électrique, les lignes magnétiques varient plus lentement au dessus de 85 K que en dessous, mais on ne peut pas y déceler, à cette température, un véritable coude. Par contre elles ne s'annulent pas à 100 K (T_{KT}), ni même à 106 K (température où la transition KT est complètement terminée). Cette dernière température est cependant distinguée par le fait que l'extrapolation de la courbe $M_{irr}(0)$ à 0 se fait à 106 K. Au dessus de 106 K l'irréversibilité est non nulle mais plusieurs ordres de grandeurs plus faible que en dessous de cette température. L'ampleur de ce phénomène permet d'identifier un premier processus irréversible, de forte amplitude, qui disparaît à 106 K, et semble donc lié à la présence des paires de vortex, ce qui permet à un second mécanisme, d'amplitude beaucoup plus petite, d'être observé. L'irréversibilité résiduelle au dessus de 106 K est peut être due aux jonctions, mais on ne peut le démontrer car nous n'avons pas mesuré $M_{irr}(0)$ dans la poudre entre 105 et 110 K.

6.7) Relaxation de l'aimantation.

Les mesures de relaxation doivent apporter des informations sur la nature et les propriétés de la phase de vortex dans ce domaine, à savoir le type d'ancrage et la présence d'une phase solide ou vitreuse. A l'approche de la ligne d'irréversibilité la dynamique doit être modifiée par les processus déclenchant le comportement réversible. Dans le cadre du TAFF le régime de relaxation doit évoluer **régulièrement** au passage de la ligne. Si au contraire la ligne traduit une transition de phases dans le système de vortex, le régime de relaxation doit changer (qualitativement et quantitativement) à son passage. De plus les phénomènes prétransitionnels dans la phase irréversible doivent conduire à une évolution progressive du régime de relaxation avec un comportement **singulier** des paramètres le décrivant au point d'irréversibilité.

6.7.1) Présentation des résultats.

La procédure expérimentale suivie dans la mesure des courbes de relaxation magnétique $M(t)$ est la suivante:

- On porte la température au-dessus de T_C , le champ extérieur étant nul.
- L'échantillon est refroidi à la température de travail en champ nul (ZFC).

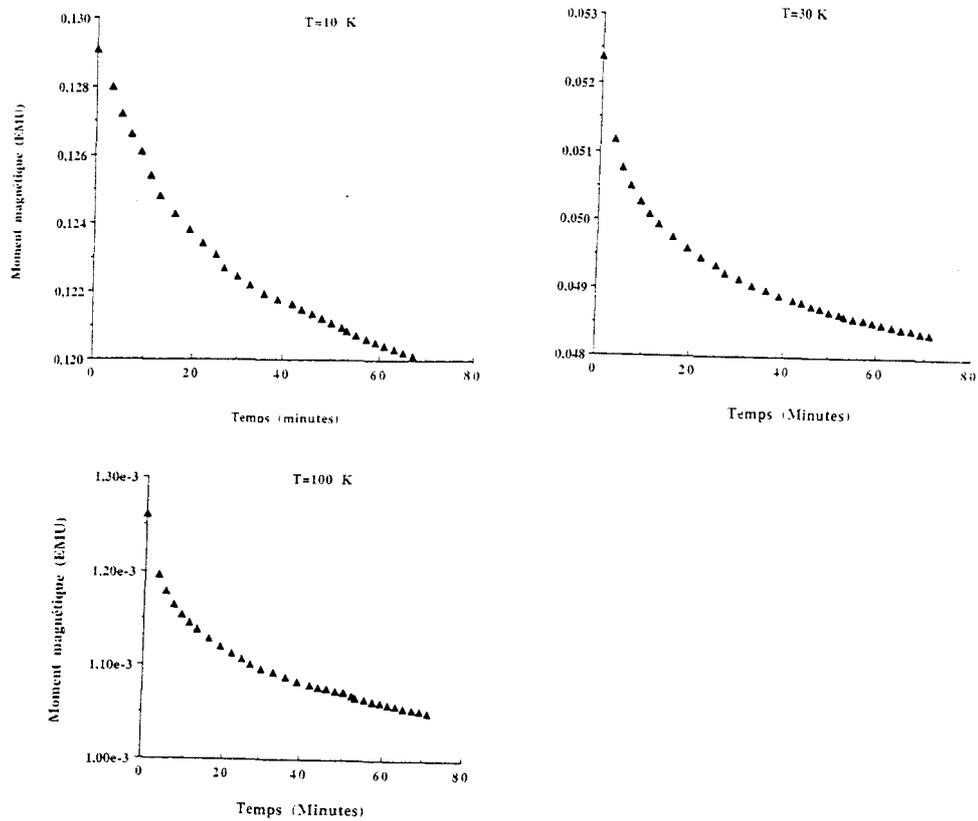


Fig.6.13. Relaxation magnétique de la poudre en champ non maintenu ($B=5$ T) à $T=10, 30$ et 100 K.

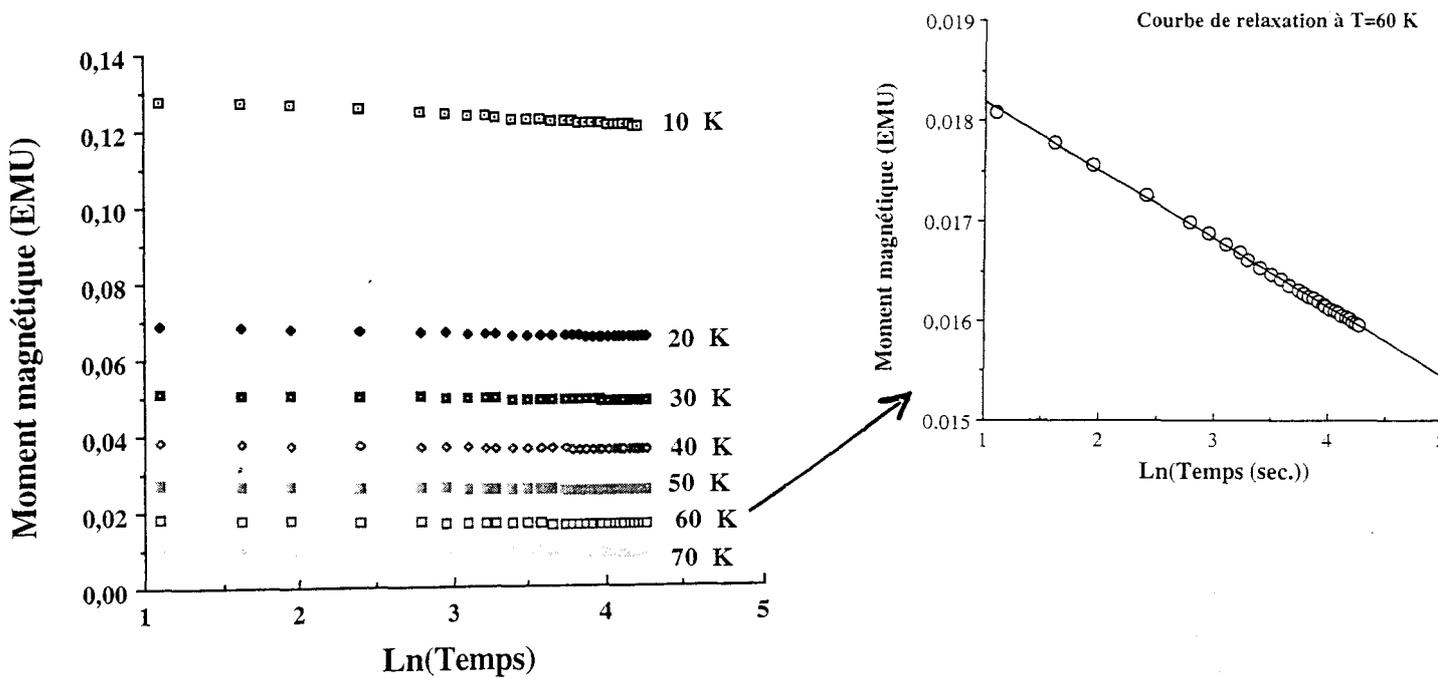


Fig.6.14. a- Superposition de quelques courbes montrant l'évolution linéaire de M avec $\text{Log}t$.
b- La linéarité est mise en évidence sur la courbe à 60 K.

- A la température de travail, le champ est appliqué à 5T pendant 800 secondes puis ramené à zéro avant d'effectuer les mesures pendant 90 mn par intervalles de deux minutes.

Les courbes de relaxation de la poudre, pour un champ appliqué (non maintenu) de 5T et des températures variant de 5 à 100 K, sont présentées sur la figure 6.13. Quelle que soit la température, on observe une relaxation. L'aimantation ne sature pas pendant la durée de l'expérience. Dans tous les cas la relaxation est rapide aux temps courts, puis ralenti, sans jamais atteindre de régime de décroissance exponentiel.

-Relaxation logarithmique linéaire (TAFF).

L'évolution temporelle de l'aimantation, quelque soit le champ, est bien représentée par la loi (5) prévue par le modèle de relaxation d'Anderson, comme l'attestent les figures 6.13 et 6.14.

L'ajustement des courbes expérimentales avec (5) fait intervenir trois paramètres M_0 , S et t_0 . $M_0 = M(0)$ puisque le champ étant non maintenu $M_{rev}=0$. Pour obtenir S et t_0 on ajuste $M(t)$ à temps long avec une loi linéaire en $\text{Log}(t)$. En effet, l'équation(5) devient alors ($t \gg t_0$) $M = M_0 + M_0 S \text{Log}(t_0) - M_0 S \log(t)$ qui permet de trouver t_0 et S par ajustement linéaire puisque M_0 est connu. Les valeurs de t_0 , qui est un temps microscopique, obtenues par cette méthode ne peuvent être retenues du fait qu'on ne peut ajuster les courbes sur des temps petits devant le temps séparant deux mesures (qq secondes au moins). Les valeurs mesurées des 3 paramètres sont présentées dans le tableau 6.5.

T(K)	5	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100
$M_0(\text{emu})$	0.19	0.13	0.07	0.0523	0.039	0.028	0.019	0.011	0.005	0.0026	0.0013
$10^2 S$	1.35	2.2	1.76	1.74	2.25	2.78	3.63	4.45	4.6	4.71	3.76
$U/k_B \text{ (K)}$	370	458	1134	1719	1778	1799	1650	1572	1737	1908	2653
$U/k_B T$	74	46	56	57	44	35	27	22	22	21	26

Tab.6.5 : Taux de relaxation S , temps de retard t_0 , aimantation initiale M_0 et énergie d'ancrage U de la poudre pour diverses températures. Champ de 5T non maintenu.

S croît entre 20 et 100 K ce qui signifie que la relaxation est de plus en plus rapide quand la température augmente, phénomène normal puisque l'agitation thermique s'intensifie.

L'énergie d'ancrage, déduite de S à l'aide de l'équation 7, est strictement croissante avec T dans toute la gamme étudiée. Cette croissance, qui a été souvent observée^{9,10} dans les SHTC, est en contradiction avec la forme la plus simple du modèle de TAFF. Dans la gamme de température où nous avons mesuré U par la méthode électrique (Ch.5), les ordres de grandeur de U mesurés par les deux méthodes coïncident (on avait trouvé U variant de 850 à

1600 K au Ch.5 au dessus de 85 K). Le rapport $U/k_B T$ décroît lorsque T augmente et reste pratiquement constant au dessus de 60 K.

- Approche de la ligne d'irréversibilité.

Nous n'avons pas mesuré directement $T_{irr}(B=5T)$ mais nous savons qu'il est située entre 20 et 50 K. Le système traverse donc obligatoirement la ligne lorsqu'il parcourt la séquence de températures étudiée ici (5-100 K). A l'approche de la ligne d'irréversibilité, et quelquesoit le modèle (excepté pour une transition du premier ordre), un ralentissement progressif de la dynamique est attendu. On peut déduire des mesures précédentes, interprétées dans la théorie d'Anderson, les valeurs du temps de relaxation τ_R (Eq.8) qui sont indiquées dans le tableau 6.6. Les valeurs obtenues sont gigantesques, puisqu'elles varient de 10^{32} sec à 5 K à 10^{11} sec à 100 K. Ces valeurs fantaisistes sont évidemment une conséquence de la pathologie de la fonction log qui ne peut être utilisée pour de temps très long. Nous présenterons plus loin une méthode plus adaptée pour décrire le temps de décroissance réel de l'aimantation. Retenons seulement des chiffres précédents le fait que le temps de relaxation décroît lorsque la température augmente au dessus de T_{irr} (~35K).

Cette méthode n'est pas adaptée pour mesurer précisément le vrai temps de relaxation et vérifier que, sur la ligne d'irréversibilité, il s'approche de la seconde. Pour éviter les erreurs dues à l'utilisation inadaptée de la fonction Log, une méthode plus directe consiste à comparer les différentes courbes de relaxation. Cette comparaison ne permet pas de déduire immédiatement l'évolution du temps de relaxation puisque nous n'observons jamais la saturation des courbes $M(t)$. Pour vérifier si le temps de relaxation devient au moins de l'ordre de la durée typique de mesure d'une courbe d'hystérésis (une quinzaine de minutes) à la traversée de la ligne, on peut procéder de la façon suivante : Mesurer le pourcentage de l'aimantation ($M(t=0)$ =valeur de l'aimantation initiale = valeur à relaxer puisque $M_{rev}=0$ en $B=0$) qui est relaxée au bout d'une heure. Si ce pourcentage atteint une valeur importante à T_{irr} c'est qu'effectivement on peut attribuer le passage de la ligne à ce ralentissement. Si, par contre, il reste négligeable, même sur une heure, le passage de la ligne doit être attribué à une autre cause. Nous avons indiqué dans le tableau 6.6 la fraction $p=100(1- M(t=1h)/M(t=0))$ en fonction de T.

T(K)	5	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100
Log(τ_R)	74	46	56	57	44	36	28	22	21.7	21.2	27
p	7.4	7.7	7.14	7.44	8.16	11	15.8	18.2	20.7	20	16

Tab.6.6 :Pourcentage p de l'aimantation relaxée au bout d'une heure, et log du temps de relaxation (en secondes) déduit des mesures de U et t_0 .

On peut tirer plusieurs conséquences de ce tableau.

- Le pourcentage d'aimantation relaxée après une heure est toujours faible, même à haute température. La ligne d'irréversibilité ne peut donc être attribuée à une accélération de la relaxation.

- La relaxation accélère effectivement lorsque la température augmente.

- Le pourcentage reste constant jusque vers 35K, température sans doute proche de $T_{irr}(5T)$.

6.7.2) Discussion.

La forme des courbes de relaxation magnétique dans la poudre montre que le modèle d'Anderson de flux creep s'applique à nos systèmes. La théorie du creep est suffisamment générale pour s'adapter à presque tous les systèmes de vortex, excepté peut être les extrémités du spectre, à savoir le gaz de vortex d'un côté, qui est incompatible avec une température d'irréversibilité dépendant du champ magnétique et, de l'autre, le réseau complètement rigide, qui ne peut jamais être ancré. Ce fait n'apporte donc aucune information sur la nature de la phase de vortex.

Dans le modèle le plus simple, l'énergie d'ancrage U est constante à basse température et décroît à l'approche de T_c . Nous observons au contraire une croissance de l'énergie mesurée par relaxation entre 10 et 100 K

La durée de la relaxation est, quelle que soit la température, plus longue que la durée typique d'une mesure de cycle d'hystérésis. Elle semble par ailleurs constante dans la phase basse température et décroître seulement au dessus de T_{irr} . La ligne est donc caractérisée par une accélération de la relaxation, mais beaucoup trop lente pour que ce phénomène explique, à lui seul, cette ligne, d'autant plus qu'il prend naissance au passage de la ligne alors qu'il devrait, dans l'interprétation du flux creep, être achevé à ce moment. L'accélération semble donc une conséquence, et non la cause, de la réversibilité.

En conséquence, la diminution rapide observée de $M_{irr}(B=0)$ lorsque la température augmente ne provient pas de la relaxation, c'est une propriété d'équilibre du système de vortex. Dans le cadre du modèle de Bean, c'est la décroissance de J_c avec B qui explique la ligne d'irréversibilité « apparente » déduite des cycles d'hystérésis. Le modèle le plus simple, dans lequel J_c est indépendant de B , ne s'applique donc que sur une gamme de champ ΔB (Tab.6.1) petite devant B_{irr} . Au delà de ΔB , la décroissance de J_c se fait sentir et finit par rendre le cycle pratiquement réversible. La variation régulière de B_{irr} avec le critère q s'explique alors simplement par le fait que J_c décroît également régulièrement avec B . Si cette décroissance de J_c conduit à son annulation avant B_{c2} , elle est sans doute due à une transition de phases dans le système de vortex. La ligne de transition est alors déterminée par la limite $q > 0$ des lignes expérimentales. Si au contraire J_c ne s'annule que à B_{c2} , ou ne s'annule pas, c'est l'évolution des paramètres de l'ancrage au sein d'une seule phase qui explique la ligne.

Dans le modèle d'Anderson des sauts de Bundles, J_c est relié à U par $J_c = U/BVd$ où d est la distance de saut et V , le volume du bundle, est proportionnel⁸ à λ^3 . Comme nous avons vu au chapitre 5 que U diminue avec B et que par ailleurs la profondeur de pénétration λ n'en dépend pas, cette expression indique une décroissance très forte de J_c avec B , compatible avec notre interprétation. En prenant $V \sim \lambda^3$ et en supposant que l'expression précédente de J_c ne s'applique qu'au dessus de ΔB , on trouve une distance de saut $d \sim 100 \text{ \AA}$.

Nous ne savons pas encore si cette décroissance de J_c découle d'une transition de phase du système de vortex ou de son évoluton rapide au sein d'une même phase. Pour essayer de répondre à cette question, comparons les résultats des mesures électriques avec les données présentées dans ce chapitre.

Conclusion

Les densités de courant mises en jeu dans les grains lors les mesures magnétiques sont voisines de 10^6 A/cm^2 alors qu'elles ne sont que de l'ordre de 1 A/cm^2 dans les mesures électriques du Ch.5. On peut donc s'attendre à des comportements complètement découplés du système de vortex entre ces deux types d'expériences. Pourtant, les résultats obtenus sont très voisins. Par exemple les lignes électrique et magnétique sont quasiment parallèles et présentent des ordres de grandeur de B_{irr} identiques en dessous de 100 K. De plus les valeurs des énergies d'ancrage mesurées par les deux méthodes coïncident.

Les principales différences sont :

Hautes températures : Lorsque la température approche de 106 K, J_c tend vers des valeurs très faibles. La coïncidence de cette température avec la température où la transition KT est complètement achevée est trop spectaculaire pour être le fruit du hasard. On peut donc se demander si l'apparition des processus non linéaires à bas courant dans les caractéristiques en dessous de 106K (interprétés jusqu'à présent comme provenant de la dissociation en courant des paires de vortex confinées par le couplage Josephson) est une conséquence de la diminution de J_c ou si, au contraire, c'est la transition KT qui réduit le J_c magnétique à 0. Les mesures présentées au chapitre 5 nous avaient conduits à l'alternative suivante, Soit l'ancrage est terminé, même en champ nul, à 85 K et $T_c = T_{KT}$, soit l'ancrage continue, en l'absence de paires vortex-antivortex, au-delà de 100 K et c'est la dissociation des paires à cette température qui l'annule en faisant fondre le réseau de vortex. C'est cette dernière hypothèse que semble conforter l'annulation de J_c à 106 K, à la nuance près qu'il y a 6 K d'écart entre l'annulation de J_c et le désancrage en champ nul mesuré électriquement. Le début de la dissociation thermique des paires de vortex, à 100 K, aurait donc pour effet de libérer les vortex de l'ancrage ($U/k_B T \sim 0$) du point de vue des mesures électriques, la fin de la dissociation, à 106 K, de les libérer du point de vue magnétique ($J_c \sim 0$).

Basses températures : La ligne magnétique provient d'une diminution de J_c avec B alors que la ligne électrique semble indépendante de cette diminution puisque $I_A = J_c S_{ech}$ reste très supérieur à 100 mA jusque près de T_{c0} . C'est la résistance de TAFF ($J < J_c$ $kT/U \sim J_c/25$) qui, au moins à basse température, explique le passage de la ligne électrique. C'est donc plutôt la variation de U en B qui est à l'origine de cette ligne. La question qui se pose alors immédiatement est de savoir si l'on a affaire au même J_c dans les deux types de mesure et quel est le lien entre J_c et U . Anderson prévoit pour les sauts de Bundles, $J_c = U/BVd$ ou V est de l'ordre de λ^3 et d la distance de saut. La diminution de U avec B , observée par mesure électrique, doit alors s'accompagner d'une diminution de J_c . C'est donc à l'origine le même processus (U décroît avec B) qui est à l'origine des deux lignes mais alors que, dans la ligne électrique, c'est la dynamique des vortex qui est altérée par cette décroissance, dans la ligne magnétique ce sont leurs propriétés statiques, à travers la décroissance de $M_{irr}(B)$, et non l'accélération du processus de relaxation. Cette première interprétation, utilisant la formulation classique du modèle d'Anderson, se heurte au problème de la croissance de U avec T (mais décroissance de U/T) et de la décroissance simultanée de J_c . Si l'on veut conserver la relation $J_c = U/BVd$ il faut donc que Vd croisse avec T plus vite que U . La vision la plus simple de la relation d'Anderson est liée à un modèle de Bundle rigide dans lequel un seul vortex par bundle est ancré avec une énergie $U = U_0$ indépendante de la taille du bundle. En fait, lorsque T augmente, la rigidité du bundle décroît, les vortex qui le composent peuvent mieux se placer au fond des puits de potentiel qui leurs sont proches, et la taille des bundles augmente en même temps. A basse température et grande rigidité du bundle l'énergie U est donc U_0 et à température plus élevée un multiple de plus en plus grand de U_0 , égal par exemple dans le liquide à nU_0 ou n est le nombre de vortex composants le bundle. Ainsi, U augmente tant que T n'est pas trop proche de T_{c0} . Une telle approche qui tient compte plus complètement des relations entre ancrage et interactions vortex vortex a été étudiée théoriquement sous le nom de « pinning collectif ». Elle prévoit de plus un volume de bundles qui croît rapidement lorsque T ou B augmentent. La théorie prévoit cependant $U \sim (1 - T/T_{c0})^{1/4} j_c^{1/2}$, c'est à dire encore une décroissance, plus lente, de U avec T . Ces questions sont trop complexes pour qu'une seule théorie suffise à rejeter le pinning collectif. Cela indique cependant qu'il est peut être nécessaire de tenir compte d'une corrélation encore plus forte entre les vortex et de supposer qu'un état verre de vortex est réalisé. Nous ne pouvons aller plus loin dans cette analyse du fait que dans un verre de vortex les caractéristiques courant-tension doivent être analysées d'une manière complètement différente ($V \sim \exp(-J_c/J)$) et que la relaxation ne varie que aux temps courts en logarithme du temps.

Enfin, les résultats des chapitres 5 et 6 nous conduisent à poser la question de savoir où commence vraiment la phase supraconductrice. La détermination de T_{cm} , température de champ moyen dans les plans, est problématique. Si T_c représente bien T_{KT} , c'est à dire si l'ancrage devient ineffectif, en champ faible, avant T_c , l'ajustement de $R_L(T)$ avec la loi

prévue par la théorie KT indique $T_{c0}=T_{cm}$. Une autre mesure (divergence des fluctuations de conductivité à T_{c0}) confirme ce résultat mais est, dans notre travail, assez sujette à caution. Dans le cas contraire, si, à cause de l'ancrage, $T_c \neq T_{KT}$, l'ajustement précédent perd sa valeur et l'égalité $T_{cm}=T_{c0}$ doit être abandonnée. Combiné avec la très faible décroissance en température de l'exposant α (de la loi $V=al^\alpha$) en dessous de T_c , cet argument conduit à placer T_{cm} à des températures beaucoup plus élevées que 110 K. La question du sens de T_{c0} se repose alors. Si l'on observe attentivement les données électriques et magnétiques on constate en effet :

- Au dessus de 100 K la résistance devient non nulle,
- Au dessus de 106 K la non linéarité des caractéristiques à bas courant disparaît,
- Au dessus de 106 K l'irréversibilité magnétique disparaît (presque complètement),
- Au dessous de 106 K l'aimantation croît brutalement (Fig.6-3).

Il ne reste, pour caractériser T_{c0} , que l'indépendance de R_L vis à vis de B , l'onset (lent) du diamagnétisme et la disparition de l'irréversibilité résiduelle. Tous ces facteurs sont liés à la réponse magnétique du système et semblent plus indiquer, comme nous l'avons déjà souligné au chapitre 5, un profondeur de pénétration devenant plus petite que les grains, qu'une véritable transition de phases.

REFERENCES DU CHAPITRE 6.

- 1: E.H. Brandt, Int. Journal of Mod. Physics **B5**, 751 (1991).
- 2: C.P. Bean, Phys. Rev. Letters **8**, 250 (1962).
- 3: Y.B. Kim, C.F. Hempstead, A.R. Strnad, Phys. Rev. **129**, 528 (1963).
- 4: S. Senoussi et al, Physica **C175**, 202 (1991).
- 5: C. Aguillon-Levillain, Thèse Paris Sud Orsay 1991, p.55.
- 6: P.Manuel, Journal de Physique **III, 2** (1992).
- 7: "*Superconductivity*", Ed.R.D. Parks, Marcel Dekker Inc., New York (1969), **vol.1**.
- 8: - P.W. Anderson, Y.B. Kim Rev. Mod. Physics **36**, 39 (1964).
- P.W. Anderson, Phys. Rev. Lett. **9**, 309 (1962).
- 9: M.R. Beasley, R. Labusch, W.W. Webb, Phys. Rev. **181**, 682 (1969).
- 10: C.Keller, H.Kupfer, A.Gurevitch, Jour. of App. Phys. **68**, 3498 (1990).
- 11: Voir ref. **5**, p.155-156.
- 12: C. Keller, H. Küpfer, A. Gurevitch, Journal of App. Phys. **68**, 3498 (1990).
- 13: Voir ref. **5** p.154.
- 14: R. Griessen et al Cryogenics **30**, 563 (1990).
- 15: L. Früchter, Thèse Paris-Sud Orsay (1989).
- 16: K.A. Müller et al , Phys. Rev. Letters **58**, 1143 (1987).
- 17: M.A. Dubson et al ,Phys. Rev. Letters **60**, 1061 (1988).
- 18: S.Senoussi, J. de Phys. **III** France (1992).
- 19: K.Chen et al, Appl. Phys. Letters **56**, 2675 (1990).
- 20: D.R. Nelson, H.S. Seung Phys. Rev. **B 39**, 9153 (1989).
- 21: M.V. Feigelman, V.B. Geshenkbein, A.I. Larkin Physica **C 167**, 177 (1990).
- 22: M. Tinkham, Phys. Rev. Letters **61**, 1658 (1988).
- 23: M.F. Schmidt et al Phys. Rev. Letters **70**, 2162 (1993).
- 24: A.Yazdani et al Phys.Rev. Letters **70**, 505 (1992).
- 25: Q.Y.Ying, H.S.Kwok, Phys. Rev. **B 42**, 2242 (1990).

- 26:** P.H. Kes et al, Physica C **195**, 307 (1992).
- 27:** V. Foglietti et al, Phys. Rev. Letters **63**, 1511 (1989).
- 28:** D.J. Bishop, P.L. Gammel, D.A.Huse, C.A.Murray, Science **255**, 165 (1992).
- 29:** W.K. Kwok et al, Phys. Rev. Letters **69**, 3370 (1992).
- 30:** "*Gauge fields in condensed matter*", H.Kleineert, World Scientific **vol.1**, 618(1989).
- 31:** H. Safar et al, Phys. Rev. Letters **69**, 824 (1992).
- 32:** D.R. Nelson, H.S. Seung, Phys. Rev. **B 39**, 9153 (1989).
- 33:** K. Harada et al, Phys. Rev. Letters **71**, 3371 (1993).
- 34:** R.A. Klemm, M.R. Beasley and A. Luther, J. Low Temp. Phys. **16**, 607 (1974).
- 35:** D.E. Farrell et al, Phys. Rev. Letters **64**, 1573 (1990).
- 36:** L.I. Glazman, A.E. Koshelev, Physica C **173**, 180 (1991).
- 37:** M. Tachiki, S. Takahashi, Solid State Comm.**72**, 1083 (1989).
- 38:** R.Marcon, E. Silva, R.Fastampa, M. Giura, Phys. Rev.**B 46**, 3612 (1992).
- 39:** D. Feinberg, C. Villard, Mod. Phys. Letters **B 4**, 9 (1990).
- 40:** U. Gegenmüller, Journal de Physique **49**, 405 (1988).
- 41:** Voir réf. **5**.

CHAPITRE 7

PROPRIETES MAGNETIQUES EN REGIME CONTINU DES MONOCRISTAUX Bi:2212.

SOMMAIRE DU CHAPITRE 7

INTRODUCTION.

1er Partie RESULTATS EXPERIMENTAUX.

7.1) Hysteresis magnétique.

- 7.1.1) Aimantation en fonction de la température:
Composé avec plomb en champ perpendiculaire
- 7.1.2) Cycles d hysteresis des composé 2212 à 20% plomb.
- 7.1.3) Cycles d hysteresis des composé 2212 sans plomb.
- 7.1.4) Densités de courants critiques.

7.2) Lignes d'irréversibilité magnétique.

- 7.2.1) Composé 2212 avec plomb.
- 7.2.2) Composé 2212 sans plomb.
- 7.2.3) Remarques sur les changements de comportement.

7.3) Relaxation de l'aimantation.

- 7.3.1) Composé avec plomb en champ perpendiculaire.
- 7.3.2) Composé sans plomb en champ perpendiculaire.

2^{em} Partie DISCUSSION.

7.4) Dimensionnalité du système de vortex et effet du Plomb dans les BISCO.

- 7.4.1) La transition de Glazman et Koshelev.
- 7.4.2) Déplacement de la ligne d'irréversibilité par le plomb.
- 7.4.3) Conclusion: Réduction de l'anisotropie par le plomb.

7.5) La ligne d'irréversibilité.

- 7.5.1) Fusion de Kosterlitz-Thouless du cristal de vortex.
- 7.5.2) Confrontation au mécanisme de Lindemann.

CONCLUSION.

Introduction.

Nous avons étudié les propriétés magnétiques de deux monocristaux du composé Bi:2212, le premier (S1) contenant 20% de plomb et le second (S2) n'en contenant pas (voir §3.1 pour une description des échantillons). Le but était de mettre en évidence l'influence de la réduction de l'anisotropie par le plomb sur le système de vortex, à travers un éventuel déplacement de la ligne d'irréversibilité, et de mieux cerner la dynamique des vortex dans les plans supraconducteurs. Cette étude vise principalement trois objectifs:

- 1- Décrire l'effet du plomb sur le système de vortex et sur le réseau de jonctions Josephson interplanaires.
- 2- Observer les changements de dimensionnalité effective¹ du système de vortex et son impact sur le comportement dynamique des lignes de flux.
- 3- Elucider la nature de la ligne d'irréversibilité dans les systèmes lamellaires et des phases de vortex de part et d'autre de la ligne.

Nous avons effectué trois types de mesures magnétiques sur les composés Bi:2212 en champs parallèle et perpendiculaire aux plans supraconducteurs:

- Mesures d'aimantation en fonction de la température à champ extérieur fixé pour la détermination des températures critiques.
- Mesures de cycles d'aimantation pour la détermination des densités de courant critiques à basse température et des lignes d'irréversibilité.
- Mesures de relaxation de l'aimantation pour l'étude de la dynamique des vortex dans ces systèmes, de part et d'autre de la ligne d'irréversibilité.

1^{er} Partie

RESULTATS EXPERIMENTAUX.

7.1) Hystéresis magnétique.

7.1.1) Aimantation en fonction de la température.

Composé avec plomb (S1) en champ perpendiculaire.

Les courbes d'aimantation en fonction de la température ont été mesurées selon les deux méthodes de "Field-Cooled" (FC) et de "Zero-Field Cooled"(ZFC). Quelques courbes ont été superposées sur la figure 7.1 pour diverses valeurs de champ appliqué. La température d'onset du diamagnétisme mesurée à partir de ces courbes est de $T_{C0}=90$ K, quelque soit le champ appliqué ($<0.5T$). La saturation de l'aimantation n'est observée qu'à basse température, même a faible champ. Par exemple la décroissance de l'aimantation se fait sur une vingtaine de K à 20 gauss.

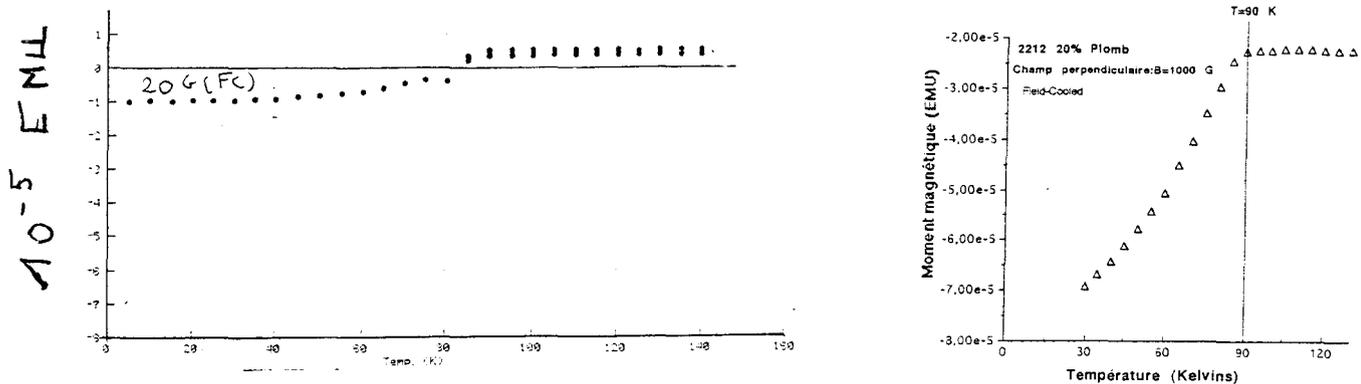


Fig. 7.1. Courbes $M(T)$ pour l'échantillon S1 en champ perpendiculaire à 20 et 1000 G.

7.1.2) Cycles d'hysteresis : composé 2212 à 20% plomb (S1).

- Champ perpendiculaire aux plans.

Les figures 7.2 présentent quelques cycles d'hystérésis à basse température ($T < 15$ K). Le champ d'irréversibilité n'est jamais atteint dans cette gamme de température et la forme des cycles correspond qualitativement aux prévisions du modèle de Bean. A 5 K et pour un champ maximal de 5 Teslas, le cycle présente un maximum de l'aimantation irréversible qui forme

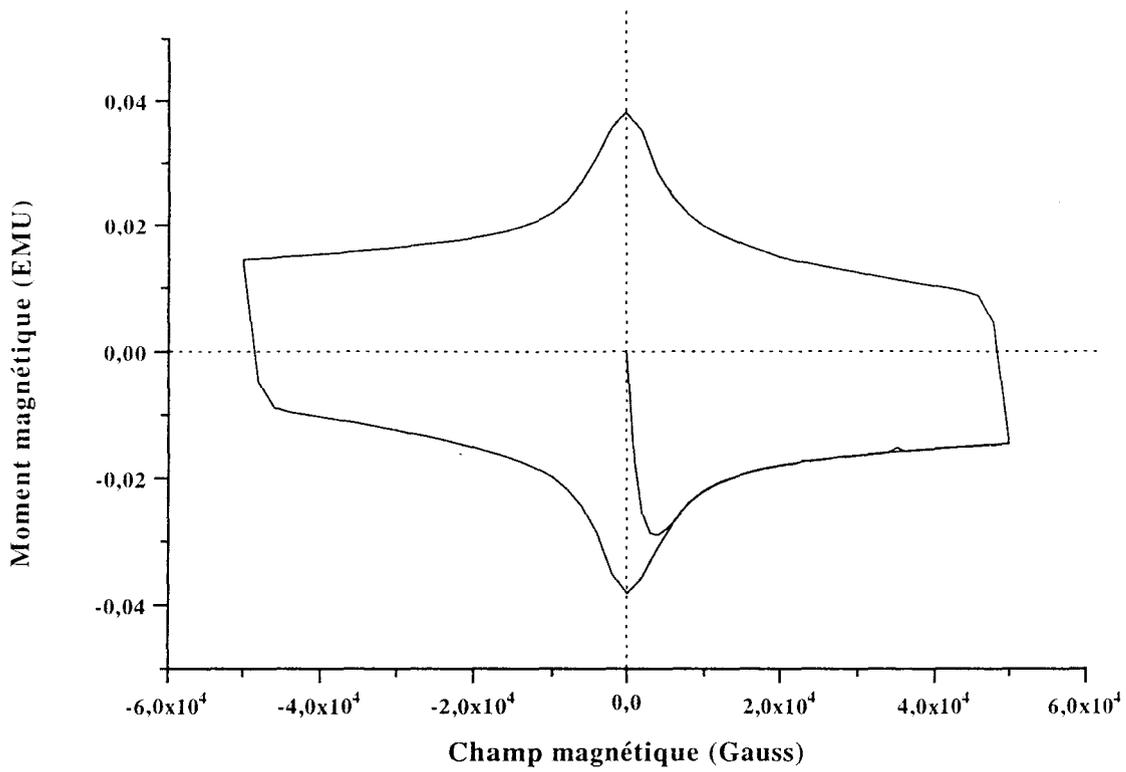


Fig. 7.2-a. Cycles d'hystérésis obtenu à 5 K sur l'échantillon avec plomb (S1) en champ perpendiculaire.

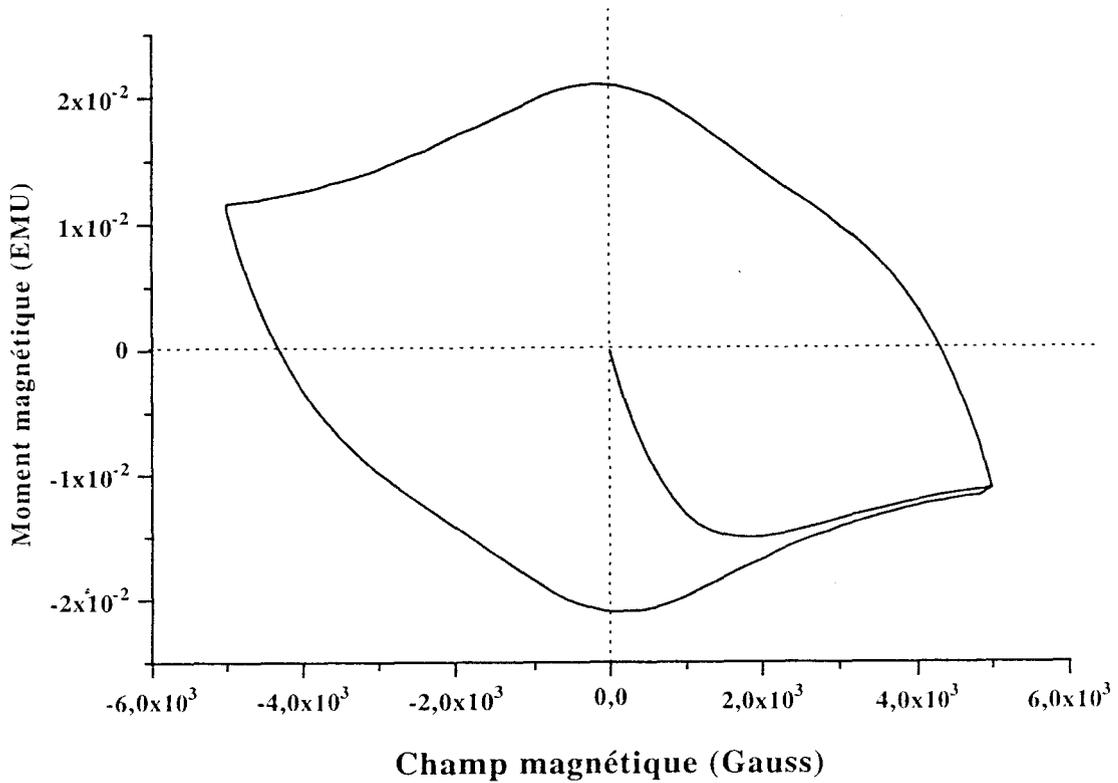


Fig.7.2-b. Cycle d'hystérésis obtenu à 10 K sur l'échantillon avec plomb en champ perpendiculaire.

une bosse* en $B=0$ Tesla. La bosse a une largeur de un tesla. Au delà de cette valeur du champ, l'aimantation est approximativement constante. On estime $B_{c1}(10\text{ K})$ à 300 Gauss et $B^*(10\text{ K})$ à 4500 Gauss. Il faut toutefois noter que pour l'orientation du champ perpendiculaire aux plans, les effets de champs démagnétisants sont importants du fait de la forme en "plaquette" des échantillons. Les estimations que nous donnons ici ne sont donc que des valeurs effectives et non intrinsèques.

Les figures 7.3 présentent des cycles mesurés entre 25 et 90 K. Au dessus de 15 K on observe des queues réversibles à des champs inférieurs à 5 Teslas. A 25 et 35 K les champs d'irréversibilité n'excèdent pas 2000 Gauss. A 70 et 75 K le champ d'irréversibilité est inférieur à quelques dizaines de Gauss. Quelle que soit la température, on constate la persistance aux faibles champs d'une partie irréversible du cycle. Dans tous les cas la forme du cycle est très différente de celles obtenues à basse température et prend l'aspect d'un S renversé caractéristique d'une faible irréversibilité. Au-delà du champ d'irréversibilité la décroissance de l'aimantation est très lente ou inexistante.

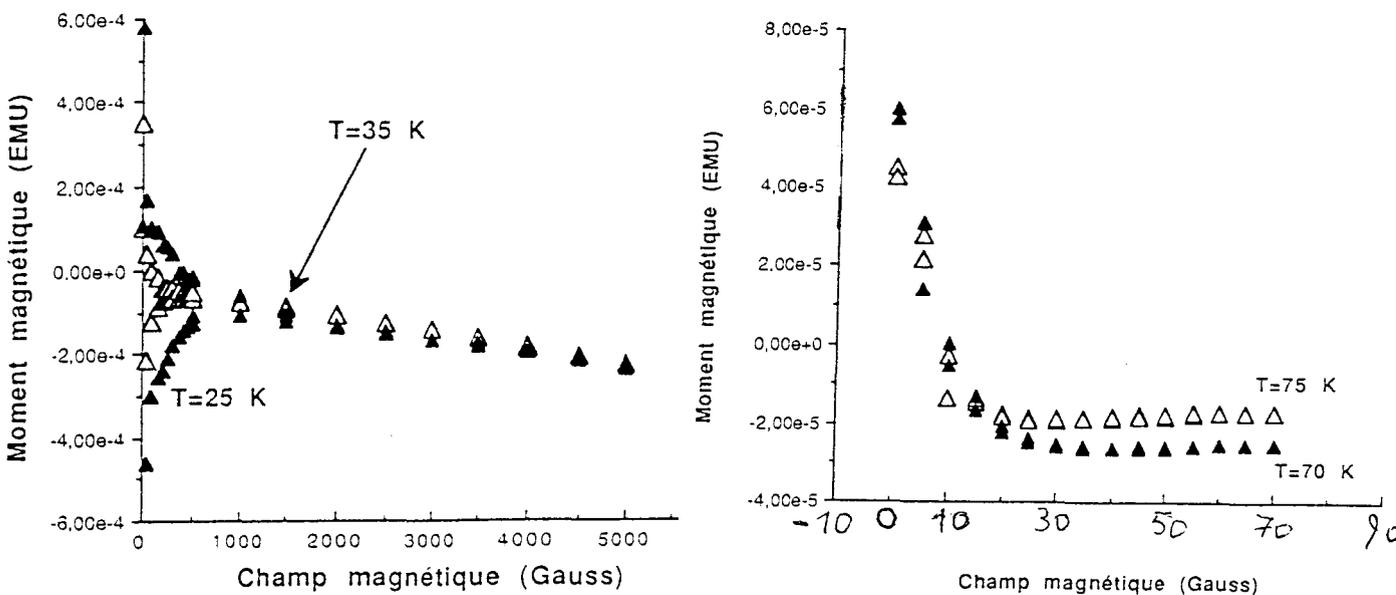


Fig. 7.3. Cycles d'hystérésis hautes températures de l'échantillon à 20% Plomb en champ perpendiculaire.

-Champ parallèle aux plans:

En champ parallèle aux plans, les cycles d'hystérésis sont quelque peu différents de ceux qui précèdent. Un cycle relevé à $T=10\text{ K}$ pour un champ maximum de 5 Teslas est présenté sur la figure 7.4-a. La bosse en $B=0$ est moins marquée que dans l'orientation perpendiculaire

* La position de la bosse est très sensible aux effets de champ démagnétisants.

aux plans. La courbe de première aimantation décroît quasi-linéairement aux faibles champs puis sature à une valeur de -2.10^{-3} EMU. Elle rejoint le cycle enveloppe en $B^* = 4$ Teslas. La différence avec le cas du champ perpendiculaire s'accroît lorsque la température augmente.

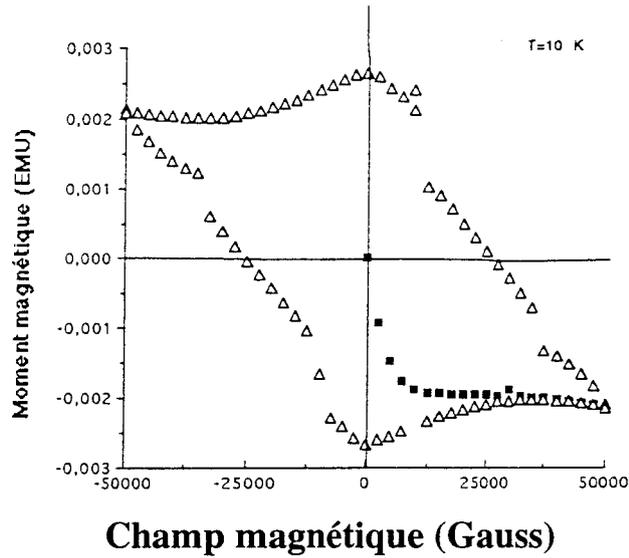


Fig. 7.4-a. Cycle d'hystérésis pour S1 en champ parallèle à $T=10$ K.

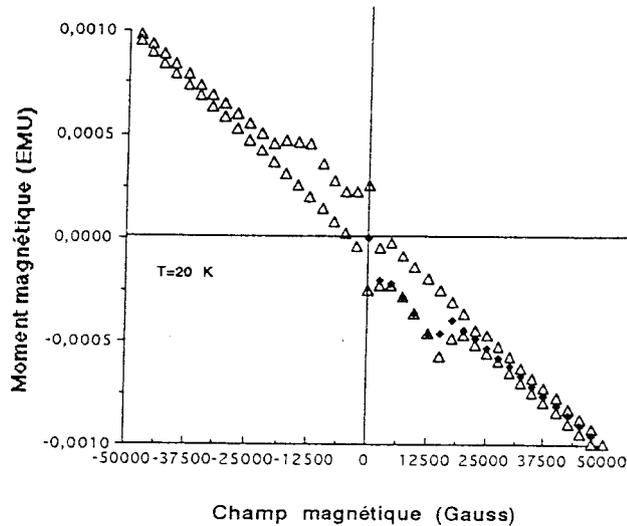


Fig. 7.4-b. Cycle d'hystérésis pour S1 en champ parallèle à $T=20$ K. La partie linéaire à fort champ provient d'un parasite diamagnétique avec une susceptibilité χ_{dia} observée au-dessus de T_c et variant peu avec T .

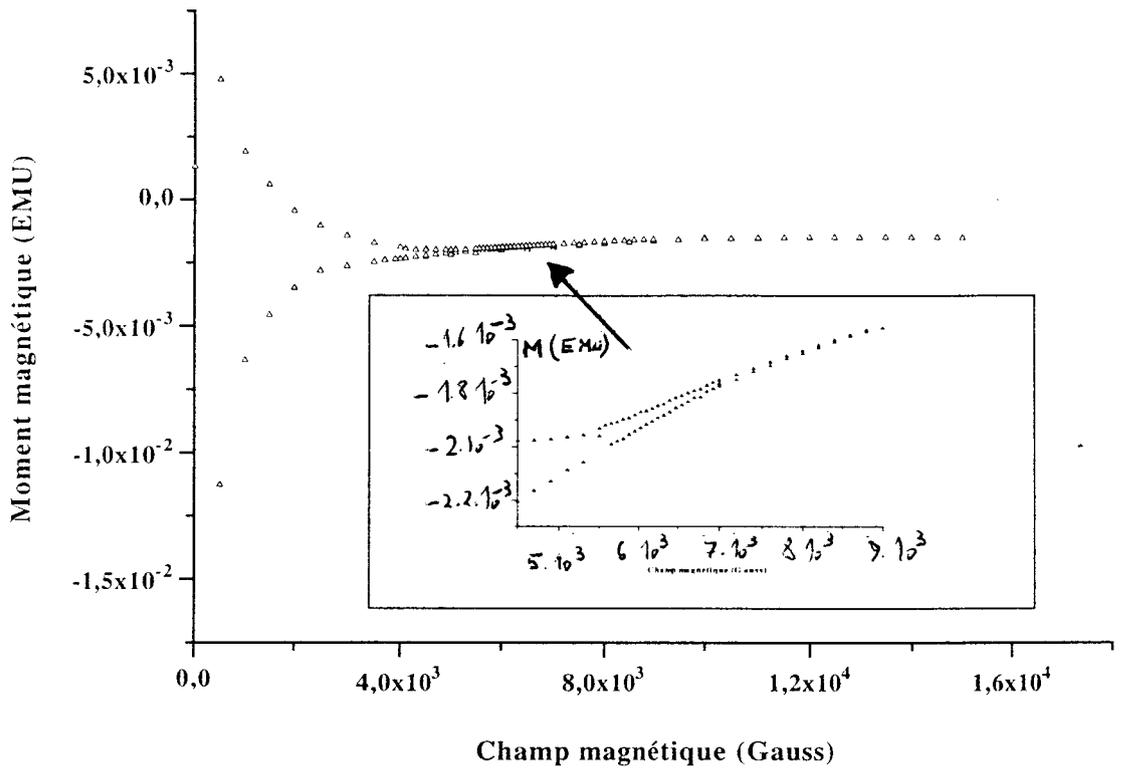


Fig. 7.5-a: Cycles d'hystérésis pour S2.

En champ perpendiculaire à T=22 K

En insert, grossissement du cycle à 22 K autour de 5 kG.

Moment magnétique (EMU)

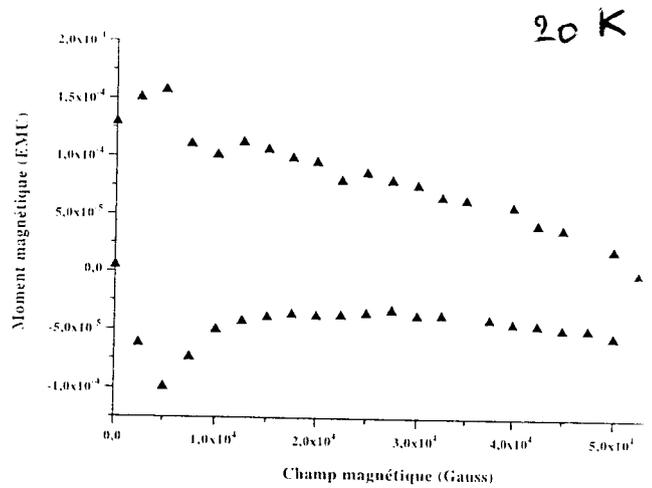
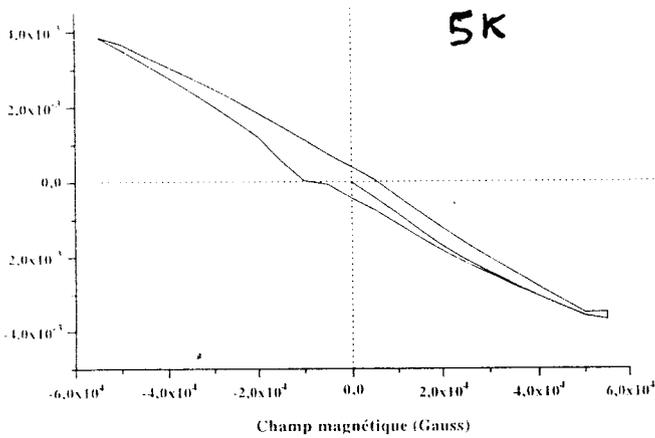


Fig. 7.5-b: Cycles d'hystérésis pour S2 en champ parallèle aux plans à T=5 K et 20 K.

Le cycle de la figure 7.4-b a été mesuré à 20 Kelvins pour un champ maximum de 5 Teslas. L'hystérésis est beaucoup plus faible qu'en géométrie perpendiculaire.

7.1.3) Cycles d'hysteresis : Composé 2212 sans plomb (S2).

Le demi-cycle de la figure 7.5-a a été mesuré à 22 K en champ perpendiculaire. L'hystérésis est peu marquée. A 22 K, Le cycle est semblable à ceux du composé avec plomb mesuré à la même température. La figure indique un champ d'irréversibilité voisin de 5000 Gauss. On peut cependant observer sur l'insert qu'en fait une composante irréversible résiduelle se prolonge à plus haut champ. En champ parallèle deux exemples à 5K et 20 K sont donnés sur la figure 7.5-b.

7.1.4) Densités de courants critiques.

On estime les densités de courant critique à basse températures en utilisant le modèle de Bean. Considérons les géométries présentées sur les figures 7.6. Lorsque le champ est appliqué perpendiculairement aux plans (Fig.7.6-b), la densité de courants critique mesurée est celle parallèle aux plans, $J_{\text{perp}}^{\text{par}}$, où l'indice indique l'orientation du champ par rapport aux plans supraconducteurs et l'exposant indique que les courants circulent parallèlement aux plans. Lorsque le champ est appliqué parallèlement aux plans (Fig.7.6-c), deux densités de courants critiques interviennent:

- $J_{\text{par}}^{\text{perp}}$, c'est-à-dire la densité de courants critique dans la direction perpendiculaire aux plans.

- $J_{\text{par}}^{\text{par}}$, c'est-à-dire la densité de courants critique dans la direction parallèle aux plans.

Les valeurs relatives habituellement observées dans les SHTC² de ces trois densités de courants sont telles que $J_{\text{par}}^{\text{par}} > J_{\text{perp}}^{\text{par}} \gg J_{\text{par}}^{\text{perp}}$.

L'adaptation du modèle de Bean à la situation anisotrope permet de déterminer le courant critique une fois connu le champ B^* . Pour l'échantillon S1 avec plomb en champ perpendiculaire, ceci conduit à une densité de courants critique $J_{\text{perp}}^{\text{par}} = 8 \cdot 10^5 \text{ A.cm}^{-2}$ à 10 K. En champ parallèle ($B^* = 4$ Teslas), on trouve une densité de courants critiques $J_{\text{par}}^{\text{par}} = 3.2 \cdot 10^8 \text{ A.cm}^{-2}$ à 10 K. Les densités de courants critiques en champ parallèle et perpendiculaire varient donc dans un rapport 300.

7.2) Lignes d'irréversibilité magnétique.

7.2.1) Composé 2212 avec plomb.

La figure 7.7-a présente les lignes d'irréversibilité magnétiques dans le plan (B,T) pour des champs parallèle et perpendiculaire aux plans. Dans les deux cas, les champs d'irréversibilité varient de façon très abrupte aux basses températures. La ligne d'irréversibilité en champ parallèle est située au-dessus de la ligne mesurée en champ perpendiculaire.

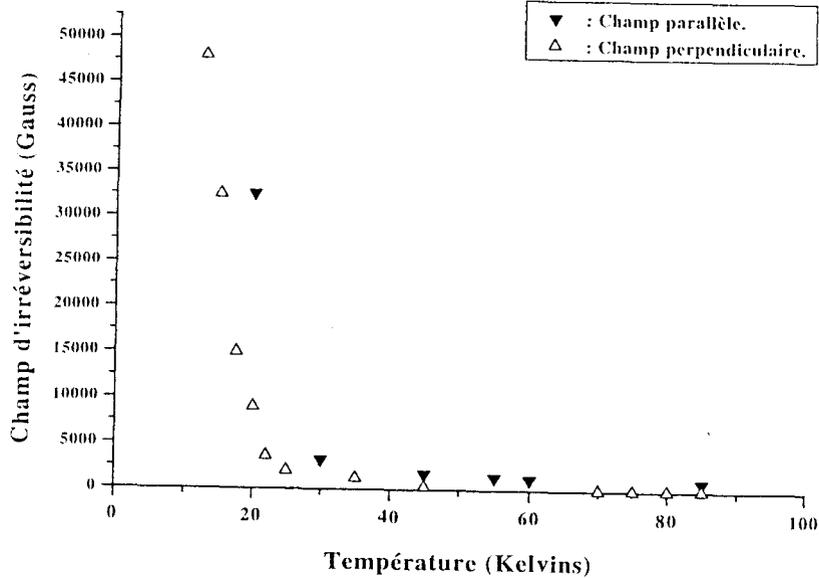


Fig. 7.7-a: Lignes d'irréversibilité pour S1 en champs parallèles et perpendiculaires.

- La ligne associée au champ perpendiculaire est assez bien représentée, loin de T_{c0} , par une loi du type $B_{irr}(T)=a/T^4$ dans laquelle $a=10^5 \text{ T.K}^4$. Ce comportement est mis en évidence sur la figure 7.7-b, les points au dessus de $0.7T_{c0}$ s'écartant de l'ajustement.

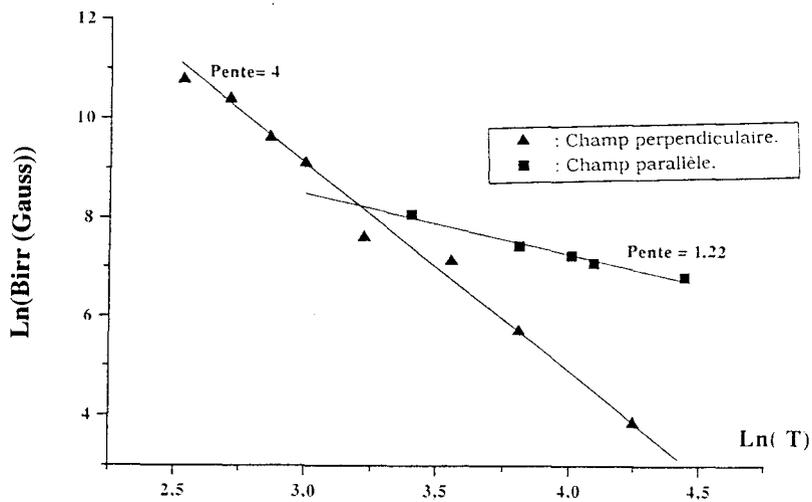


Fig. 7.7-b: Ajustements des parties basses températures des lignes par des lois de puissance de la température.

En fait, nos données ne permettent pas de dire si à basse température la courbe ne diverge pas à une température supérieure à zéro Kelvin.

- Les portions haute et basse température ont des comportements différents mis en évidence sur la figure 7.7-c. La portion hautes températures de la ligne ($T > 70$ K) est bien représentée par une loi du type $B_{irr} = b(T_c - T)^\beta$ où $\beta = 0.37$. Cette loi est observée dans la gamme de températures située entre $T/T_c = 0.5$ et $T/T_c = 0.99$.

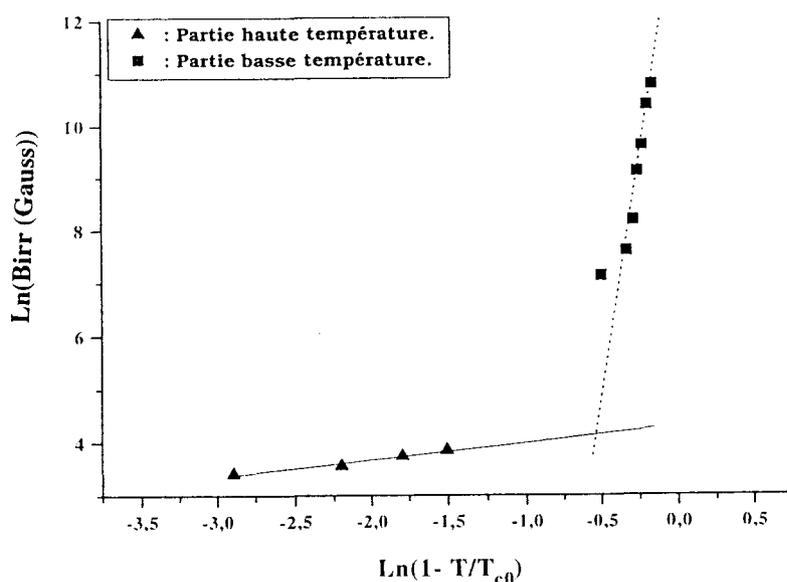


Fig. 7.7-c: Ajustement de la ligne de la figure -a en loi de puissance de $(T-T_c)$.

La forme de la ligne d'irréversibilité en champ parallèle est similaire à celle de la ligne obtenue en géométrie perpendiculaire. Pas trop près de T_{c0} , le champ irréversible varie avec la température selon une loi $B_{irr}(T) = c/T^\gamma$, avec un exposant $\gamma = 1.2$ (Fig. 7.7-b).

7.2.2) Composé 2212 sans plomb (S2).

La ligne d'irréversibilité de ce composé a été mesurée en champ perpendiculaire aux plans. La variation du champ d'irréversibilité avec la température est représentée sur la figure 7.8-a, où elle est comparée à celle obtenue pour le monocristal avec plomb dans la même géométrie.

- Les deux lignes sont quantitativement voisines mais ont des formes différentes (décrites par des lois de puissance avec des exposants 4 et 6), comme l'atteste la figure 7.8-b sur laquelle est reporté $\ln(B_{irr})$ en fonction de $\ln(T)$. La portion basse température ($T < 30$ K) de la ligne de S2 est bien représentée par une loi de puissance $B_{irr}(T) = d/T^6$ (Fig. 7.8-b).

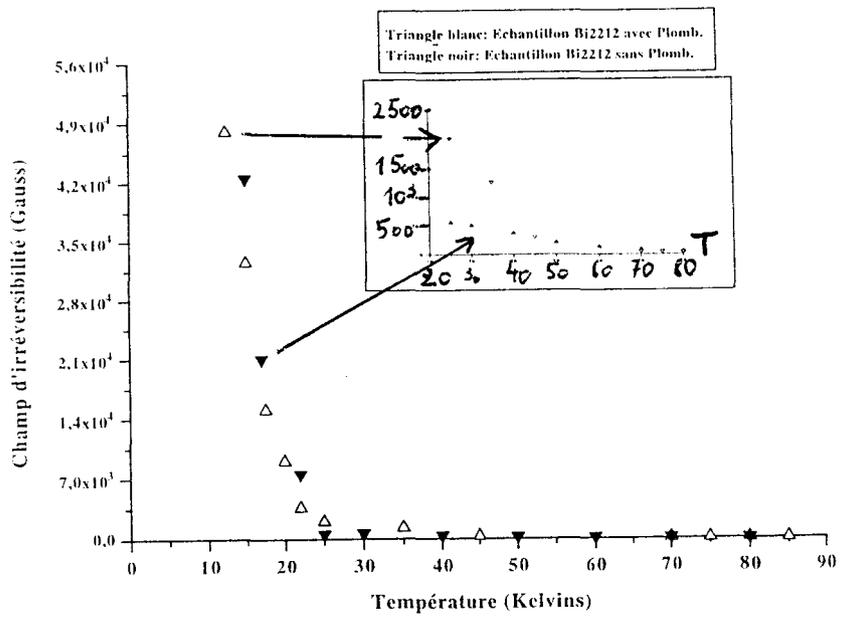


Fig. 7.8-a: Comparaison des lignes en champ perpendiculaires des deux échantillons.

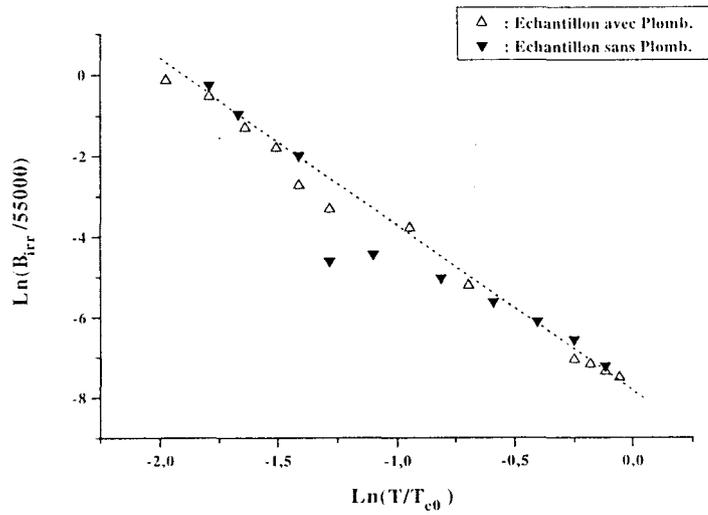


Fig. 7.8-b: Lignes en champ perpendiculaires en coordonnées logarithmiques.

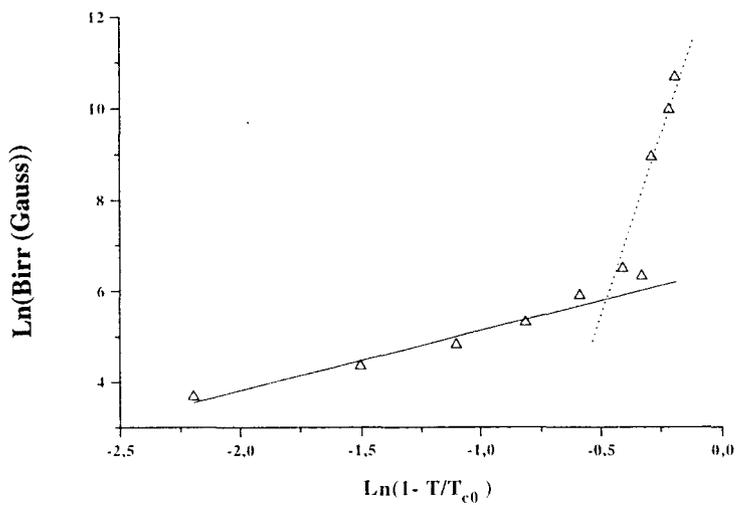


Fig.7.8-c: Ajustement de la ligne d'irréversibilité de S2 en champ perpendiculaires en loi de puissance de T-Tc.

- Autour de $T_3=30$ K, la ligne de S2 est située en dessous de celle de S1 (Fig.7.8-a). A cette même température, la ligne amorce un changement de comportement, correspondant à un changement de pente sur le diagramme $\text{Ln}(B_{\text{irr}})-\text{Ln}(1-T/T_{c_0})$, reporté sur la figure 7.8-c. Au dessus de T_3 , le champ irréversible s'annule linéairement avec la température. Nous n'avons pas vérifié si cette loi se prolongeait au-delà de $T/T_{c_0}=0.9$ en raison des difficultés à mesurer B_{irr} près de T_{c_0} .

7.2.3) Remarques sur les changements de comportement.

Les lignes d'irréversibilité magnétiques des monocristaux 2212 avec et sans plomb sont séparées en deux parties et ce, quelle que soit l'orientation du champ extérieur par rapport aux plans supraconducteurs. En champ perpendiculaire, la portion basses températures de la ligne est **très abrupte** et semble **identique** pour les deux composés. Les portions haute température des lignes se raccordent à la portion basse température respectivement en $T=23$ K pour le composé avec plomb et $T=30$ K pour l'échantillon sans plomb.

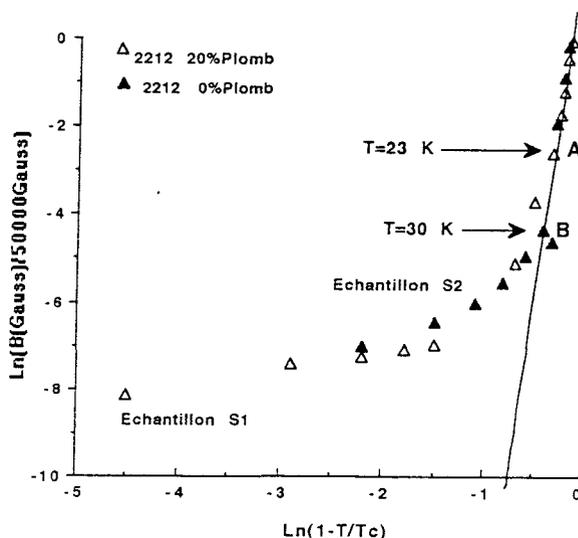


Fig. 7.9: Comparaison des lignes en champ perpendiculaire des deux échantillons en coordonnées Log-Log.

La température marquant le changement de comportement est mieux définie sur le composé S2 que sur S1. Pour s'en convaincre, on peut examiner la figure 7.9 sur laquelle nous avons superposé les lignes des deux composés étudiés dans un diagramme $\text{Ln}(B)-\text{Ln}(1-T/T_{c_0})$ (la figure confirme l'identité quantitative des courbes pour $T < 20$ K). Les comportements haute et basse températures de la ligne d'irréversibilité se raccordent aux points indiqués sur le

diagramme. Pour le composé sans plomb (S2), il s'agit du point B à $T=30$ K et pour le composé avec plomb (S1) du point A à $T=23$ K. En ces points se produisent des écarts à la portion basse température des lignes. Ces températures sont très voisines des valeurs obtenues en extrapolant linéairement les portions basse température des lignes d'irréversibilité de la figure 7.8-a sur l'axe des températures.

7.3) Relaxation de l'aimantation dans le composé S1 avec plomb.

La méthode suivie pour ces expériences consiste à porter l'échantillon dans l'état normal puis à le refroidir en champ nul (ZFC) jusqu'à la température de travail. Lorsque celle-ci est atteinte et stabilisée, on applique le champ magnétique et l'on mesure les variations du moment magnétique au cours du temps. La durée des expériences va de quelques minutes à trois jours.

7.3.1) Composé S1 en champ perpendiculaire.

- Comportement à basse température:

Le comportement en relaxation dépend de la température et du champ appliqué. Quelques exemples à 10 K sont donnés sur la figure 7.10-a pour des champs, maintenus pendant la durée de l'expérience, allant de 1000 Gauss à 4 Teslas. Toutes ces courbes ont la même allure. Elles croissent rapidement aux temps courts, puis le taux de croissance décroît continuellement avec le temps, mais aucune saturation n'est observée à temps long.

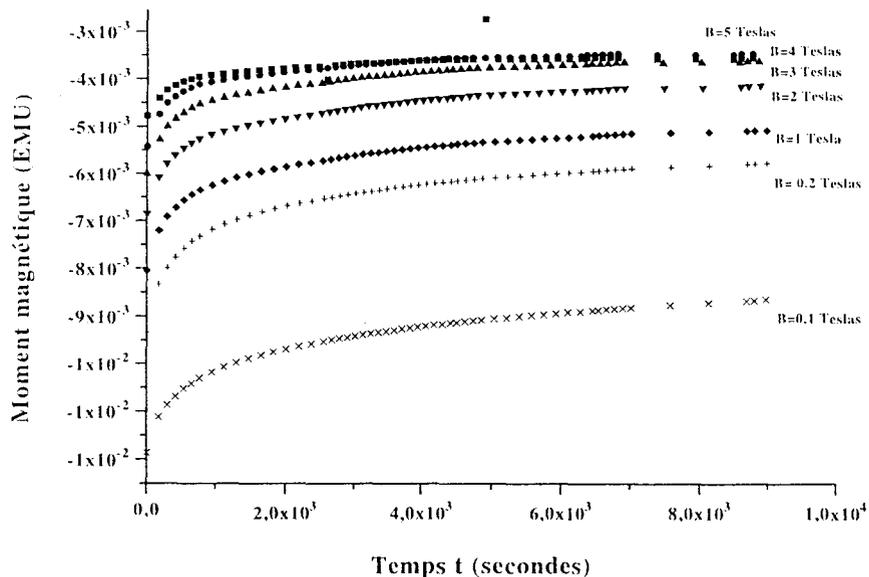


Fig.7.10-a: Courbes de relaxation $M(t)$ de S1 en champ perpendiculaire à 10 K.

Les comportements observés peuvent être ajustés par la loi (voir § 6.1.2) :

$$M(t) = M_{\text{rev}} + M_0 \left(1 + S(T, B) \cdot \text{Ln} \left(1 + \frac{t}{t_0} \right) \right) \quad (1)$$

L'ajustement des courbes expérimentales avec la première loi est indiquée sur la figure 7.10-b. Pour déterminer les paramètres M_0 , t_0 et S la méthode est un peu plus complexe que celle présentée au chapitre 6 du fait qu'ici le champ est maintenu. L'ajustement linéaire de $M(t)$ avec $\text{Log}(t)$ pour $t \gg t_0$ permet de mesurer $M_{\text{rev}} + M_0(1 - S \text{Ln}(t_0)) = M(t=0) - M_0 \text{Ln}(t_0)$ et $M_0 S$. Si $B > B^*$, M_0 est égal à $M_{\text{irr}}(B)$ et peut être tiré directement des cycles d'hystérésis, $M(t=0)$ est mesuré sur les courbes $M(t)$.

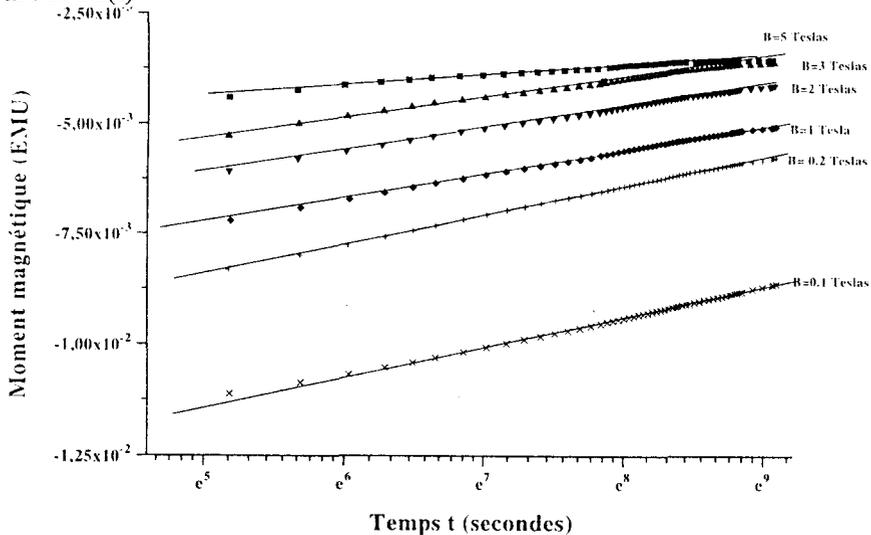


Fig.7.10-b: Ajustement des courbes de relaxation avec l'équation $M(t) = M_0(1 + S \cdot \text{Ln}(1 + t/\tau))$

Les valeurs expérimentales, trouvées par cette méthode, du taux S et de M_0 en fonction du champ appliqué à $T = 10 \text{ K}$, sont présentées dans le tableau 7.1-a :

B	$M_0 (10^{-3} \text{ emu})$	S	$\tau_R (\text{sec})$	p (%)
1000	15.5	0.044	$5.7 \cdot 10^{11}$	16.6
2000	12.5	0.076	$3.4 \cdot 10^7$	32
4000	9	0.068	$4.5 \cdot 10^8$	25
5000	9	0.074	$2.8 \cdot 10^7$	34
6000	8	0.076	$1.6 \cdot 10^7$	36.3
8000	7.5	0.076	$1.7 \cdot 10^7$	34.7
10000	7.2	0.078	$1.33 \cdot 10^7$	35.5
20000	5.15	0.096	$1.1 \cdot 10^6$	45.6
30000	3.45	0.12	10^5	61.2
40000	2.2	0.146	$1.4 \cdot 10^4$	81.1

Tableau 7.1-a : Variation des paramètres S et M_0 , τ_R et p avec le champ magnétique à $T = 10 \text{ K}$.

B=8000 Gauss: S1 Champ perp.

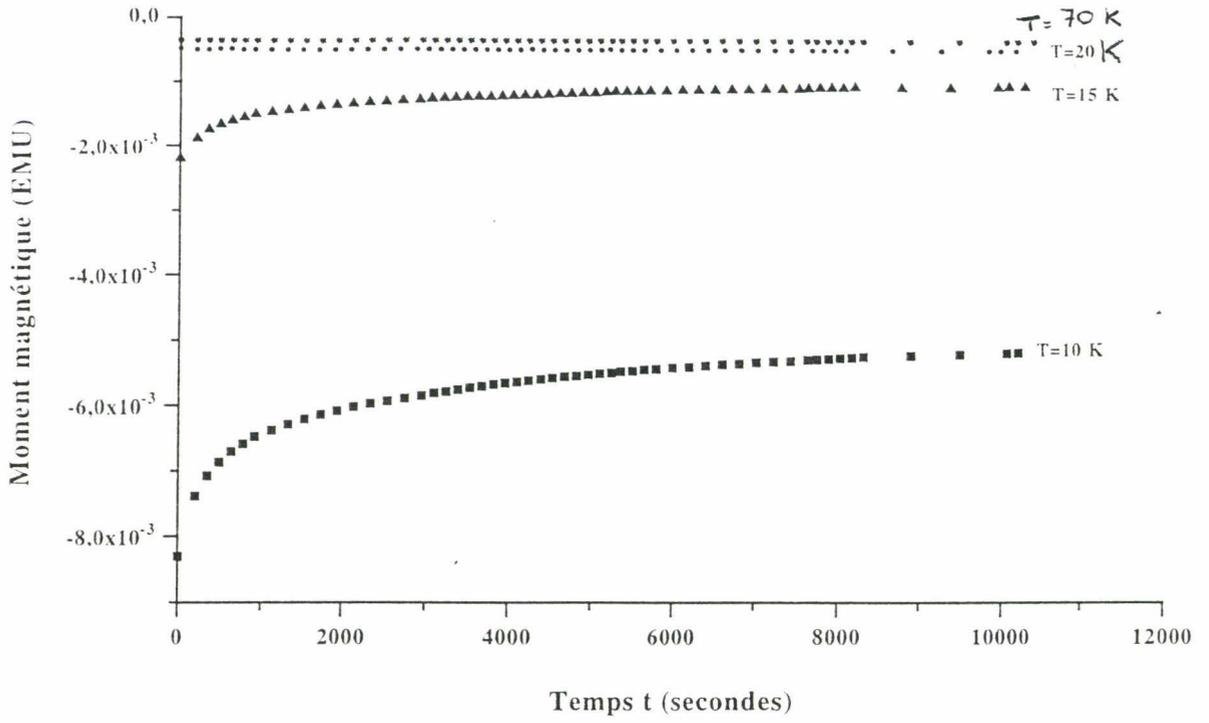


Fig.7.11. Relaxation de l'aimantation pour S1 en champ perpendiculaire à B=8000 G entre 10 et 70 K.

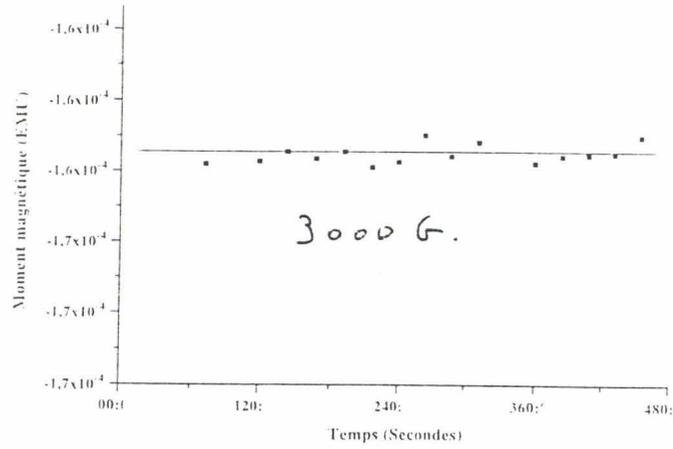
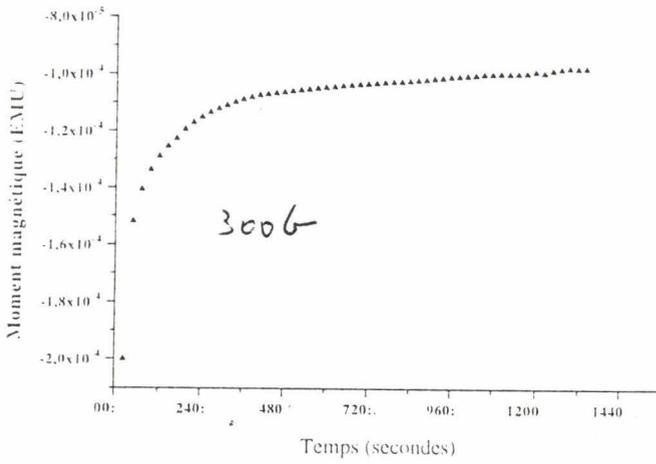


Fig.7.12. Changement de régime de relaxation de l'aimantation de S1 à la traversée de la ligne d'irréversibilité. Ici T=25 K et B=300 et 3000 G.

S croît régulièrement avec le champ et t_0 décroît. On déduit de ces valeurs le temps de relaxation du système $\tau_r = t_0 e^{1/S}$. Les valeurs obtenues sont plus réalistes que celles que nous avons déduites par la même méthode dans le composé 2223. A 4 Teslas le temps de relaxation est de trois heures et sa décroissance très rapide avec B indique qu'à des champs pas beaucoup plus élevés il deviendra plus petit que le temps entre deux mesures dans une mesure d'hystérésis. Ce fait est confirmé par l'évolution du taux $p (=100\{M_{t=1h} - M_{t=0}\}/M_0)$ mesurant le pourcentage de M_{irr} relaxé au bout d'une heure, présenté dans la dernière colonne du tableau. Ces faits sont à mettre en parallèle avec la forme du cycle à 10 K qui montre que à 5 T il s'approche du champ d'irréversibilité. Pour confirmer ces résultats nous allons reprendre cette analyse à des températures permettant de traverser cette ligne.

- Comportement à la traversée de la ligne d'irréversibilité:

Pour une valeur de champ donnée, on observe un changement de régime dans la relaxation de l'aimantation au-delà de T_{irr} (Fig.7.11, B=8000 G entre 10 et 70 K). Le point d'irréversibilité à 8000 G est situé aux alentours de 22 K. A 15 K, le système se trouve en un point situé en dessous de la ligne d'irréversibilité et la relaxation est lente. En particulier on ne voit pas de saturation de l'aimantation aux temps longs. Au-delà de 20 K, l'aimantation atteint sa valeur d'équilibre très rapidement. Les valeurs correspondantes des paramètres M_0 , S sont indiquées dans le tableau 7.1-b.

On peut explorer ce changement de régime en fixant la température et en faisant varier le champ (Fig 7.12, 25 K B=300-3000 Gauss). A cette température, le champ d'irréversibilité vaut 2000 G. Les trois premières courbes présentées ont la même allure et mettent toutes en évidence une variation lente de l'aimantation au cours du temps. A $B=2500G > B_{irr}$, l'aimantation atteint sa valeur d'équilibre instantanément. On observe donc un changement de régime de relaxation à la traversée de la ligne d'irréversibilité. Les valeurs correspondantes des paramètres M_0 , et S sont indiquées dans le tableau 7.1-b. Au passage de la ligne S se comporte régulièrement (les valeurs pour $B < 500G$ ne peuvent être retenues du fait que $B < B_{c1}$)

B (G)	T (K)	$M_0 (10^{-3} \text{ emu})$	S	τ_r	p (%)
8000	10	15	0.076	$1.7 \cdot 10^7$	34.7
8000	15	16.7	0.012	$5 \cdot 10^{37}$	5.7
8000	20	0.02	0.071	$2 \cdot 10^8$	88
8000	25	0.0025	0	-	-
300	25	0.2	0.053	$6.2 \cdot 10^7$	47
400	25	0.14	0.033	$1.6 \cdot 10^{12}$	34.5
500	25	0.07	0.05	$6.3 \cdot 10^6$	72
800	25	0.05	0.066	$5 \cdot 10^8$	20

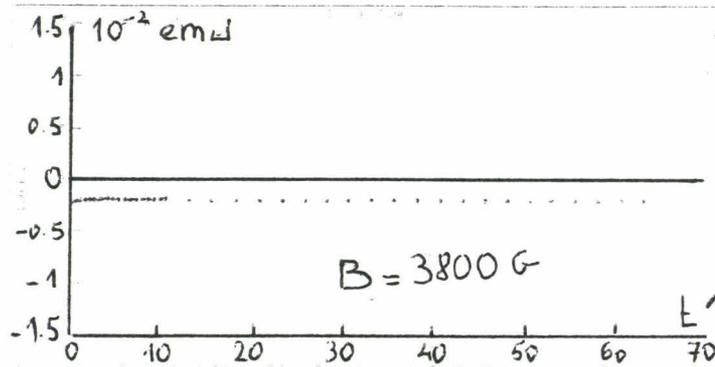
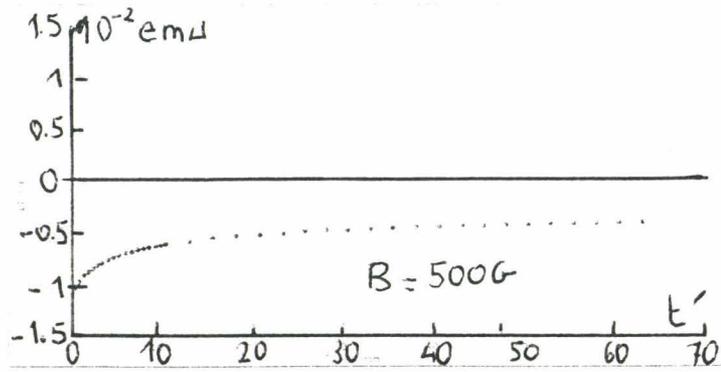


Fig.7.13. Relaxation du composé S2 en champ perpendiculaire à $T=22\text{ K}$ et $B=500$ et 3800 G .

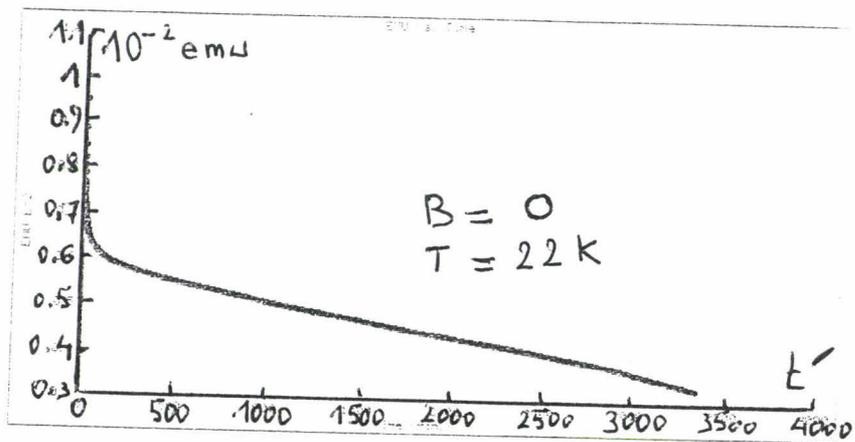


Fig.7.14. Relaxation longue de S2 en champ perpendiculaire non maintenu. Période d'observation: 3 jours.

1000	25	0.03	0.081	$2.6 \cdot 10^7$	24.4
1500	25	0.017	0.05	$4.8 \cdot 10^7$	51
1700	25	0.014	0.05	$1.3 \cdot 10^9$	44.2
2000	25	0.012	0.019	-	-

Tableau 7.1-b : Variation des paramètres S , M_0 , du temps de relaxation τ_R et du pourcentage p du moment irréversible relaxé après une heure avec B et T .

Contrairement à ce qui avait été observé sur la poudre du composé 2223 (Ch.6), le passage de la ligne se traduit par une relaxation instantanée. Une irréversibilité résiduelle est pourtant observée sur les cycles au delà de B_{ir} . Le passage de la ligne est cependant nettement plus marqué (changement de pente) que dans la poudre 2223. Le temps de et le pourcentage relaxé sont indiqués dans les deux dernières colonnes. A 25 K et en dessous de 500 G les valeurs indiquées ne doivent pas être retenue du fait que, B étant plus petit que B_{c1} , l'aimantaion à relaxer est minime. Ces chiffres sont plus aléatoires que leurs équivalents présentés dans le tableau 7.1-a mais confirment globalement le fait que la ligne d'irréversibilité est, contrairement à ce qui a été observé dans le composé 2223, induite par une accélération des processus de relaxation. Les mesures de J_c faites à partir de la formule de Bean (utilisant $M_{ir}(0)$) indiquent, par conséquent, des valeurs plus faibles que les valeurs réelles, du fait que $M_{ir}(0)$ est considérablement amoindri par la relaxation, même loin de la ligne.

7.3.2) Composé S2 en champ perpendiculaire.

Les régimes de relaxation de l'aimantation en géométrie perpendiculaire dans le composé sans plomb sont analogues à ceux qui ont été observés dans le composé S1. Je ne donnerai donc ici que quelques exemples des courbes obtenues à $T=22$ K pour différentes valeurs de champs. Ces courbes sont représentées sur la figure 7.13 correspondant à des valeurs de champ allant de 500 à 3800 Gauss ($B_{ir}=8000$ Gauss). La relaxation est lente pour les champs faibles et est rapide au-delà de 3500 Gauss puisque l'aimantation semble constante à la durée des expériences près (1 heure). Une expérience de relaxation longue à un champ de 250 G non maintenu, d'une durée de 3 jours a été réalisée sur ce composé à la même température (Fig 7.14). Aux temps courts, la relaxation est rapide. Ensuite elle devient extrêmement lente. Pendant la durée de l'expérience, aucune saturation de l'aimantation ne se fait jour.

Conclusion

Nous avons sondé le comportement dynamique des vortex de part et d'autre de la ligne par des mesures de relaxation d'aimantation qui indiquent un net changement de régime dynamique à la traversée de celle-ci.

2^{ème} Partie

DISCUSSION

Dans ce chapitre nous discutons la nature physique de la ligne d'irréversibilité. Dans un premier temps, nous examinons la question du changement de comportement du système de vortex observé sur les monocristaux de composé au bismuth avec et sans plomb. Nous montrons en particulier comment l'analyse des lignes d'irréversibilité magnétique en termes de *cross-over dimensionnel* permet de mettre en évidence l'influence du plomb sur l'anisotropie de nos composés. En second lieu, l'analyse des mesures de relaxation de l'aimantation dans les mêmes composés semble privilégier l'idée d'une *dynamique collective vitreuse* du système de vortex, permettant ainsi de préciser la nature des phases de vortex de part et d'autre de la ligne d'irréversibilité.

7.4) Dimensionnalité du système de vortex et effet du Plomb dans les BISCO.

7.4.1) La transition de Glazman et Koshelev (rappel théorique).

Le comportement des lignes de flux dans les systèmes lamellaires est complexe. Ces lignes intersectent les plans supraconducteurs par des « galettes » (*vortex 2-D*) et leurs interactions sont de deux types :

Type I- Les interactions entre les galettes appartenant à un même plan, représentées par un potentiel d'interaction V_{par} .

Type II- Les interactions dipolaires magnétiques entre des galettes situées dans des plans différents associées au potentiel V_{perp} .

Ces interactions sont influencées par la présence de défauts ainsi que par le couplage Josephson interplanaire. Le comportement du système de vortex dépend de l'intensité relative de ces interactions. Les interactions du type I contrôlent les propriétés élastiques des réseaux planaires de galettes et plus particulièrement leur comportement en cisaillement (module C_{66}) alors que le deuxième type d'interaction contrôle le module de tilt C_{44} . De la sorte, le rapport $V_{\text{perp}}/V_{\text{par}}$ peut être estimée par le rapport des modules élastiques C_{44}/C_{66} . Ce rapport détermine le régime de fluctuations thermiques de positions des galettes^{3,12}. Lorsque (pour $d(\text{distance interplan})=15 \text{ \AA}$, $C_{44} \gg C_{66}/a_0^2$ cad $V_{\text{perp}} > V_{\text{par}}$)

$$B < B_{\text{cr}} = \frac{\Phi_0}{\Gamma^2 d^2} \text{Ln}\left(\frac{\Gamma d}{\xi_{//}}\right) \quad (2)$$

la contribution dominante aux fluctuations de positions des galettes provient des déformations de tilt. Dans ce régime des faibles champs, le système de vortex adopte un comportement tridimensionnel. En effet, l'importance des corrélations de tilt entre plans adjacents limite les excursions latérales des galettes de part et d'autre des lignes de flux auxquelles elles sont rattachées, les lignes de flux elles-mêmes ne se recouvrant pas. De ce fait, les processus d'échanges de galettes entre lignes de flux sont marginaux, conférant une identité bien définie à ces lignes de flux.

Au contraire en champ magnétique fort lorsque $B > B_{cr}$, i.e. lorsque les corrélations induites par le tilt sont faibles, les plans de galettes sont découplés et le système adopte un comportement quasi-bidimensionnel. Dans ce régime, les fluctuations sont beaucoup plus fortes que celles obtenues en champ faible. En effet, la valeur du paramètre Γ étant typiquement⁴ de l'ordre de 150, la longueur Josephson Γd est de l'ordre de $0.2 \mu\text{m}$, c'est-à-dire de l'ordre de la taille des monocristaux. Les lignes de flux très enchevêtrées conduisent à un échange incessant de galettes entre celles-ci. Ce processus interdit l'attribution d'une ligne de flux précise à l'une quelconque des galettes. La notion de vortex 3D associé à une ligne de flux s'évanouit alors.

Le changement de régime se produit à une valeur de champ appliqué (Eq.1) d'autant plus faible que l'anisotropie est plus forte puisque, $(\Gamma d/\xi_{//})^2$ étant beaucoup plus grand que 1 dans Bi:2223 (les températures mises en jeu sont beaucoup plus petites que T_{c0} et donc $\xi_{//}$ reste faible), B_{cr} est une fonction strictement croissante de Γ .

7.4.2) Confrontation avec les résultats expérimentaux.

On peut interpréter, dans l'approche de Glazman et Koshelev (G-K), le coude visible sur les lignes d'irréversibilité des cristaux Bi:2212, reproduites sur les figures 7.7-c, 7.8-c et 7.9), comme une manifestation du cross-over dimensionnel du système de vortex se produisant à un champ magnétique donné par l'expression (1). Le champ de crossover varie peu avec la température (au moins loin de T_{c0}) alors que la ligne d'irréversibilité décroît rapidement. Il existe donc un champ de croisement entre la ligne d'irréversibilité et la ligne $B_{cr}(T)$. De part et d'autre de ce champ, la dimensionalité effective du système de vortex change ce qui induit automatiquement une modification de la ligne d'irréversibilité, quelle que soit l'interprétation qui en est faite (transition de phase ou désancrage thermique). C'est d'après nous l'origine du coude observé sur les lignes d'irréversibilité des composés avec et sans plomb en champ perpendiculaire.

La substitution du plomb au bismuth dans nos composés réduit l'anisotropie⁵ des propriétés physiques en accroissant le couplage électronique entre les plans CuO_2 . Des mesures de résistance dans l'état normal⁶ montrent en effet une réduction notable de

l'anisotropie de résistivité induite par l'ajout de plomb dans la structure. Dans l'état supraconducteur, les mêmes auteurs mettent en évidence les couplages Josephson intrinsèques dans les 2212, et ont montré qu'il augmente avec le taux de substitution en plomb. Autrement dit le système avec plomb est plus 3D, et nous nous attendons donc à un déplacement du champ de crossover vers le haut lorsque du plomb est inséré dans la structure.

Nous allons maintenant montrer que nos résultats sont conformes à cette prédiction. Dans les composés étudiés la présence de plomb ne joue que très peu sur les valeurs de $\xi_{//}$ et d (10\AA et 15\AA respectivement). En effet, $\xi_{//}$ est contrôlée par les processus électroniques se déroulant dans les plans (quasi-indépendants du fait de la très forte anisotropie de ces composés), alors que le plomb n'agit que sur les propriétés physiques dans la direction perpendiculaire. Le paramètre d est pratiquement insensible à l'effet du plomb, comme l'ont montré les études structurales⁶ pour lesquelles le paramètre de maille c varie seulement de 0.5 % lorsque du plomb est ajouté. Ainsi, seul Γ varie dans l'équation (1) lorsque la quantité de plomb est modifiée. Le tableau 7.2 indique les valeurs mesurées pour les champs de crossover des composés 2212 et les valeurs des coefficients d'anisotropie déduites de l'équation (1). Le champ de crossover est la valeur du champ d'irréversibilité à la température où est observé le changement de comportement des lignes d'irréversibilité (Fig.7.9).

Composés	Temp. de chang. de comportement	Champ de G-K B_{cr} (gauss)	Long. Josephson $\lambda_J = \Gamma \cdot d$	Paramètre Γ
Bi2212 avec plomb	23 Kelvins	4500	0.15 μm	100
Bi2212 sans plomb	30 Kelvins	550 Gauss	0.48 μm	320

Tableau 7.2. Température de changement de comportement des lignes d'irréversibilité, champ de crossover et coefficient d'anisotropie Γ des composés avec et sans plomb.

7.4.3) Réduction de l'anisotropie par le plomb.

L'anisotropie est plus forte d'un facteur au moins égal à trois dans le composé sans plomb. Ainsi, à travers ce déplacement des points de changement de comportement des lignes d'irréversibilité, nous observons *une réduction de l'anisotropie par le Plomb*. Ce résultat est en accord avec les conclusions d'autres groupes⁶ sur les mêmes composés. De plus, la présence de plomb influence bien le comportement du système de vortex en déplaçant la portion haute température de la ligne d'irréversibilité vers les forts champs et fortes températures. La portion basse température de la ligne (Fig.7.9) est quant à elle *insensible* à la présence de plomb. Ce fait remarquable suggère que le comportement à basse température est strictement bidimensionnel dans les deux composés. Par contre le régime tridimensionnel

s'établit partiellement à basse température et de façon d'autant plus marquée que le coefficient $1/\Gamma$, et donc le contenu en plomb, est grand.

Cette interprétation a été faite en supposant que le changement de comportement observé sur les lignes d'irréversibilité est une conséquence d'un crossover dimensionnel. Aucune preuve directe (si ce n'est la consistance de l'interprétation) n'est donnée à cette hypothèse. Notons en particulier qu'aucun changement dans le régime de relaxation n'est observé à la traversé de B_{cr} (§7.3). Quel autre processus pourrait expliquer le coude ?

- La divergence des longueurs caractéristiques près de T_{c0} ne peut être invoquée ici du fait de la faiblesse des températures mises en jeu (voir Tab.7.2).

- Nous avons vu que de nombreuses approches théoriques sont en compétition pour expliquer la ligne d'irréversibilité. Il n'est donc pas impossible que les portions basse et haute températures relèvent de processus physiques (et donc de théories) différents, désancrage thermique du réseau de vortex, du verre de vortex, du liquide de vortex, fusion du réseau, ... Nous allons maintenant comparer les lignes, dans leur ensemble ou par parties, à ces différents modèles.

7.5) La ligne d'irréversibilité.

Le «coude» en température, dont nous venons de montrer qu'il peut refléter un changement de dimensionnalité du système de vortex, sépare la ligne en deux parties. Il peut s'expliquer par le changement de dimensionnalité sur un seul processus (par exemple fusion 2D-fusion 3D), par un changement de processus induit par le changement de dimensionnalité ou par un changement de processus seul (fusion-TAFF par exemple). Nous allons examiner cette question en confrontant nos résultats expérimentaux en champ perpendiculaire aux prédictions des modèles de fusion du réseau de vortex. Les modèles de réseau de vortex traitent la ligne d'irréversibilité comme une ligne de transition du système de vortex d'une phase solide ordonnée vers une phase liquide. La fusion est, selon les modèles et la dimensionnalité effective du système, soit décrite par un mécanisme propre aux systèmes 2-D⁷ (Mécanisme de Kosterlitz-Thouless, discuté au §7.5.1), soit le fruit d'une instabilité élastique pilotée par les fluctuations thermiques de position des vortex⁸ (Mécanisme de Lindemann discuté en §7.5.2). Dans ces deux cas, l'ancrage joue seulement un rôle indirect. Lorsque les défauts sont actifs, le modèle de fusion du cristal doit être remplacé par le modèles du verre, que nous ne discuterons pas ici.

7.5.1) Portion basse température de la ligne d'irréversibilité.

À basse température la ligne d'irréversibilité présente les caractères suivants :

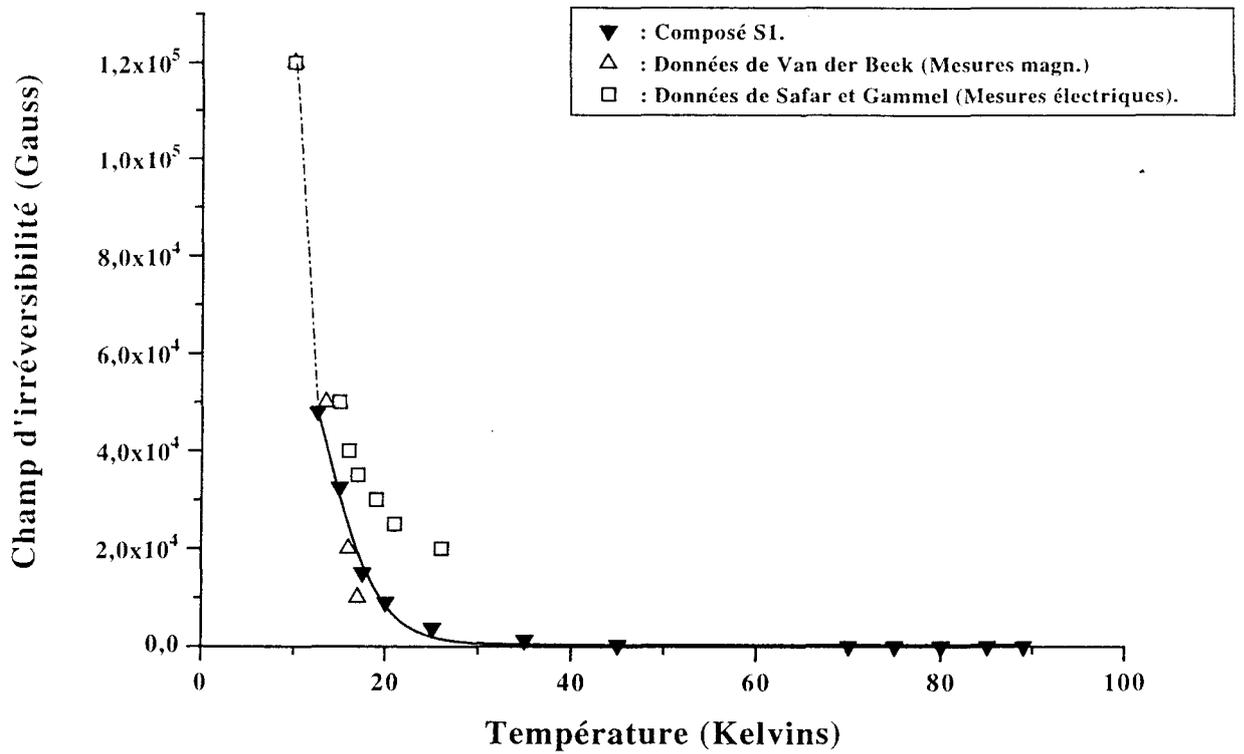


Fig.7.15. Comparaison de la ligne d'irréversibilité de S1 en champ perpendiculaire à celles de Van der Beek et al (Mesures magnétiques) et Safar et al (Mesures électriques par picovoltmétrie à Squid).

a) Elle est très abrupte.

b) Les lignes d'irréversibilité des monocristaux avec et sans plomb se rejoignent. Ce dernier point est confirmé par la comparaison de nos mesures avec celles de Van der Beek et al⁹ sur les mêmes composés (Fig.7.15).

c) La comparaison aux mesures électriques de Safar et al¹⁰ (Fig.7.15) montre que les lignes électriques et magnétiques se confondent également à basses températures.

La portion basse température de la ligne ne semble donc pas sensible au contenu en plomb. Le plomb influençant les couplages interplanaires, la ligne est vraisemblablement contrôlée par des processus se déroulant exclusivement dans les plans. Cette idée est renforcée par le fait que, d'après notre interprétation du §7.4, cette portion de la ligne est située dans la région du découplage des phases de vortex planaires ($B > B_{cr}$). Le caractère abrupte de la ligne à basse température suggère par ailleurs une température de transition de phases presque indépendante du champ. Ces faits sont en faveur d'une interprétation de cette partie de la ligne en terme de fusion de type Kosterlitz-Thouless du solide de vortex. Nous allons maintenant préciser cette idée.

- **Fusion de Kosterlitz-Thouless (théorie) .**

La fusion du réseau 2-D de vortex par le mécanisme de Kosterlitz-Thouless⁷ (§2.3.3.2-b) prévoit une température de transition indépendante du champ magnétique¹¹:

$$T_m^{2D} \approx \frac{d \varepsilon_0}{8\pi\sqrt{3}} \quad (3)$$

où d est la distance entre plans supraconducteurs et ε_0 est une constante caractérisant l'intensité du couplage intervortex. Cette température est liée à la température T_{KT} de Kosterlitz-Thouless⁷ qui désigne le point de transition de dissociation des paires vortex-antivortex des plans en champ nul (voir §5.2 pour le composé 2223) :

$$T_m^{2D} = \frac{T_{KT}}{4\pi\sqrt{3}} \frac{T_{cm} - T_m^{2D}}{T_{cm} - T_{KT}} \quad (4)$$

où $T_{KT} = \Phi_0^2 / (16\pi^2 3^{1/2} \Lambda_{BKT})$ avec la profondeur de pénétration effective $\Lambda_{KT} = 2\lambda_j^2 / d$.

Ces prévisions théoriques sont valables en toute rigueur pour un ensemble de plans isolés. En présence d'un couplage Josephson entre les plans la ligne de fusion dépend (légèrement près de T_m^{2D}) du champ¹² :

$$T_m(B) \approx T_m^{2D} \left(1 + \frac{b}{\left(\ln \left(\frac{B}{B_{cr}} \right) \right)^{1/\nu}} \right) \text{ pour } B > B_{cr} \quad (5)$$

où $B_{cr}(T)$ désigne le champ de découplage¹³ du système de plans (Eq.1). La ligne des plans couplés rejoint asymptotiquement celle des plans isolés.

- Comparaison avec les données expérimentales.

D'après nos résultats expérimentaux en champ perpendiculaire, la température de fusion de Kosterlitz-Thouless est inférieure à 15 K (dernière température pour laquelle B_{irr} était mesurable cad $<5T$). Comme nous l'avons déjà noté, il est difficile de dire si, comme le prévoit l'équation (19), B_{irr} possède une asymptote verticale à température finie. Pour le vérifier et déterminer T_m^{2D} nous avons ajusté linéairement $(\ln B/B_{cr})^{-1/\nu}$ avec T en ajustant ν pour avoir un ajustement optimal. Le résultat n'est qu'indicatif dans la mesure où, cet ajustement ne pouvant être fait que sur la partie basse température de la ligne expérimentale, seuls cinq points étaient accessibles.

Sous cette réserve, on estime T_m^{2D} à 10K. La température de «transition résistive» en champ nul peut alors être déduite de l'équation (18) et vaut : $T_{KT}=66$ K. Nous trouvons donc un écart entre la température de transition champ moyen T_{cm} et T_{KT} , $\Delta T=T_{c0}-T_{KT}= 25$ K, valeur supérieure à la valeur typique¹² de l'ordre de 13 K estimée par Blatter dans les composés au bismuth, à la valeur obtenue par mesure résistive sur un monocristal 2212 par Paracchini¹⁴ qui est de 6 K et celle que nous avons mesuré sur la céramique 2223 qui était de 10 K (Ch.6). On peut maintenant déterminer la profondeur de pénétration effective à T_{KT} qui vaut $\Lambda=14$ μm , soit une valeur beaucoup plus grande que le pas du réseau de vortex dans la gamme de champs où nous avons travaillé (basse température et champs de quelques Teslas!): Pour fixer les idées, le pas du réseau de vortex vaut Λ pour un champ de 50 Gauss. Dans ces conditions, le potentiel d'interaction entre vortex est logarithmique, ce qui constitue un ingrédient essentiel pour l'observation d'une transition KT du système de vortex. Cette valeur de Λ correspond à une profondeur de London dans les plans de l'ordre $\lambda_{//}=1000$ Angströms.

7.5.2) Confrontation au mécanisme de Lindemann.

L'approche de Lindemann⁸ stipule que la fusion a lieu lorsque l'amplitude des fluctuations thermiques de position des galettes atteint une certaine fraction de la distance intervortex a_0 . Cette approche prédit une transition brutale et une ligne d'irréversibilité décrite par :

$$B_f(T) \propto \frac{1}{T^2} \text{ à basse température} \quad (6)$$

$$B_f(T) \propto (T_{c0} - T)^2 \text{ au voisinage de } T_{c0}$$

L'approche de Lindemann ne prédit aucun changement des exposants en fonction de l'anisotropie Γ et donc du contenu en plomb.

Nos résultats en champ perpendiculaire, résumés dans le tableau 7.3, sont manifestement incompatibles avec ces prédictions.

Cristaux Bi:2212	Basse Temp.:Loi $1/T^q$	Haute temp.: $(T_{c0}-T)^\beta$	Prédiction Lindemann
20 % plomb	q=4	$\beta=0.37$	q=2 et $\beta=2$
0% plomb	q=6	$\beta=1$	q=2 et $\beta=2$

Tableau 7.3 : Comparaison des exposants décrivant les lignes d'irréversibilité expérimentales sur les composé 2212 avec et sans plomb et des exposants de la théorie de Lindemann.

Cette inadéquation ne permet pas pour autant de rejeter le modèle de Lindemann. Dans les mêmes composés, une ligne de fusion, mesurée électriquement et en accord avec le critère de Lindemann, fut en effet rapportée par Safar et al¹⁰. Ces données sont comparées aux nôtres sur la figure 7.15. La comparaison montre à l'évidence un désaccord, sauf à basse température où les lignes semblent se rejoindre pour des champs $B > 3.5$ Teslas.

Conclusion

Nous nous proposons ici de discuter les conséquences de nos mesures et l'interprétation que nous en avons donnée sur les phases de vortex dans les systèmes étudiés. Ces conséquences sont résumées sur le diagramme B-T de la figure 7.16.

La dimensionalité du système de vortex passe de 2D pour les champs plus élevés que B_{cr} et 3D en dessous. La ligne d'irréversibilité est très abrupte à fort champ et traduit une fusion du cristal 2D décrite par le mécanisme de Kosterlitz-Thouless. A droite de la ligne, dans la zone 2D et à haut champ, les vortex sont en phase solide, certainement cristalline. Ce dernier point est accrédité par le fait que la ligne s'accorde bien à la théorie de la fusion 2D qui prévoit un passage cristal--->liquide, au fait qu'à fort champ, l'augmentation des interactions vortex-vortex favorise le cristal par rapport au verre et aux prévisions théoriques indiquant qu'un verre de vortex n'est jamais stable dans un système strictement 2D. Lorsque le champ diminue à partir de la phase solide 2D, trois scénarios sont possibles :

1- Soit le solide 2D devient simplement un solide 3D au passage du champ de crossover. Dans ce cas, la ligne d'irréversibilité en dessous de B_{cr} peut traduire un désancrage thermique du réseau de vortex. Une ligne de fusion (représentée en pointillé sur le schéma), que nous n'avons pas vu expérimentalement, mais que divers auteurs¹⁰ observent au-delà de la ligne d'irréversibilité, existe peut-être à température plus élevée. Il est cependant plus probable que la ligne d'irréversibilité elle-même coïncide avec cette ligne de fusion. Le caractère assez marqué de la ligne sur les courbes d'hysteresis soutient cette hypothèse.

2- Soit le solide 2D se transforme en verre 3D à basse température. Cette hypothèse est soutenue par la faiblesse des interactions vortex-vortex à bas champ, comparées aux énergies d'ancrage très élevées. Elle pose le problème non résolu des variations de cette énergie à la traversée de B_{cr} . En température croissante à partir de cette phase solide désordonnée, la traversée de la ligne d'irréversibilité correspond à une ligne de désancrage qui a l'effet de faire simultanément fondre le verre.

3- Soit une phase liquide 3D ancrée existe à basse température et bas champ. Dans ce cas, la ligne d'irréversibilité croisée en température croissante est une ligne de désancrage thermique. La différence entre ce scénario et le précédent repose sur la distinction physique qui existe entre un verre et un liquide ancré. Dans le verre les interactions vortex vortex et l'ancrage ont des forces équivalentes alors que les interactions sont négligeables dans le liquide. La dynamique de ces deux systèmes sera donc complètement différente. Le déplacement d'une vortex dans le liquide ancré se fait par saut entre sites d'ancrage, qui sont indépendants du système de vortex. Dans le verre, les positions possibles des vortex sont déterminées à la fois par l'ordre local du système de vortex et par les sites d'ancrage.

Nous avons montré que la ligne d'irréversibilité mesurée en champ perpendiculaire traduit l'accélération des processus de relaxation dans la phase irréversible, qui deviennent plus rapides que le temps de l'expérience dans la phase réversible. Ceci correspond à la définition habituelle de la ligne d'irréversibilité magnétique dans les SHTC mais est contraire à ce que nous avons trouvé dans le composé 2223. Il faut cependant noter que deux méthodes différentes ont été employées pour ces deux systèmes. Dans la poudre 2223 le champ n'était pas maintenu durant l'expérience alors qu'il l'était dans le monocristal 2212. Selon Anderson ces deux méthodes doivent conduire au même résultat, au moins en début de relaxation. Ce point de vue demande à être vérifié.

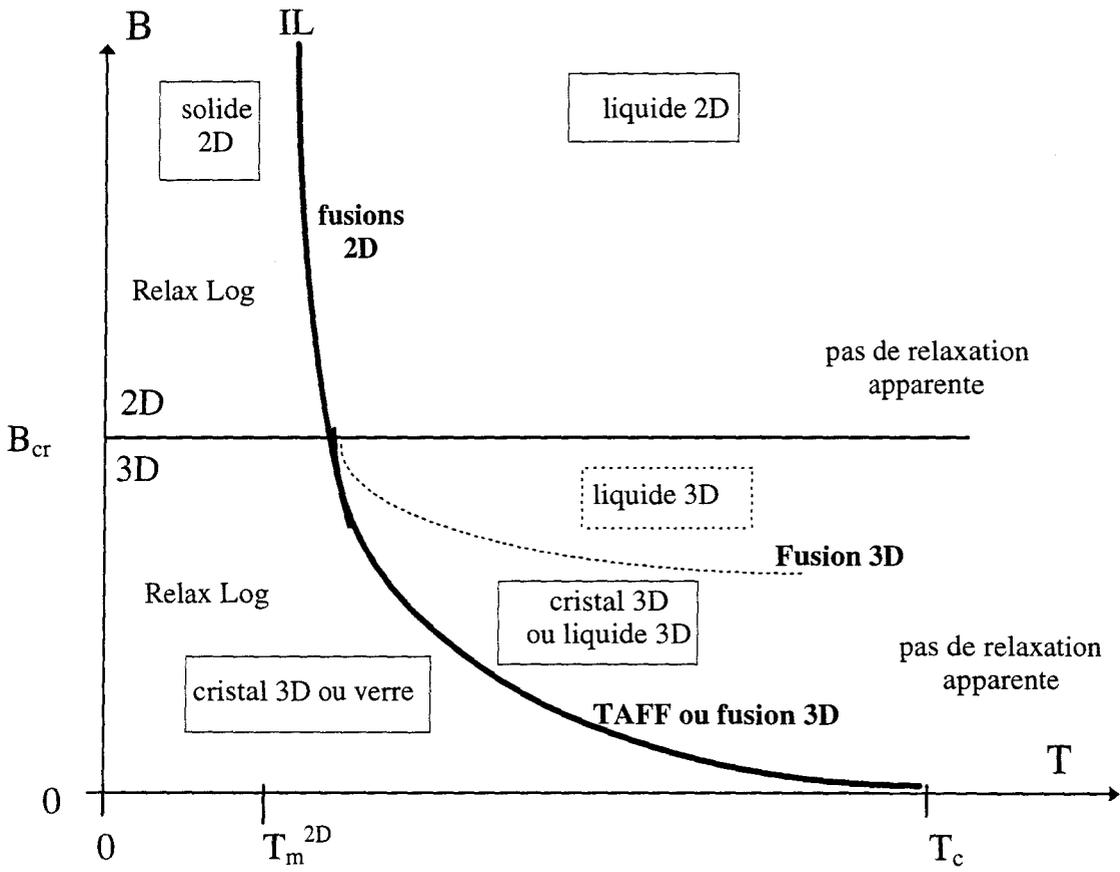


Fig.7.16. Schéma récapitulatif des interprétations de la ligne d'irréversibilité suggérées par nos mesures.

Références bibliographiques du chapitre 7.

- 1: A. Schilling, R. Jin, J.D. Guo, H.R.Ott, Phys. Rev. Letters **71**, 1899 (1993).
- 2: C. Aguillon-Levillain, Thèse Doctorat Paris-Sud Orsay, **1991**.
- 3: A. Houghton, R.A. Pelcovits, A. Südbö, Phys. Rev. **B42**, 906 (1990).
- 4: J.C. Martinez et al, Phys. Rev. Letters **69**, 2276 (1992).
- 5: F.X Regi, J. Schneck et al, IEEE Trans.Appl.Supercond.**3**, 1190 (1993).
- 6: F.X. Regi , Thèse de Doctorat « *Anisotropie de résistivité et couplage Josephson dans les cuprates supraconducteurs $Bi_{2-x}Pb_xSr_2CaCu_2O_{8+y}$* », Paris VI, Octobre **1994**.
- 7: J.M.Kosterlitz, D.J. Thouless, J. Phys.**C:Solid State Phys.C6**, 1181 (1973).
- 8: -F. Lindemann, Phys. Zeitung (Leipzig) **11**, 69 (1910).
-D. Feinberg, J. Physique **III France 4**,169 (1994).
- 9: C.J. Van der Beek et al, Physica **C 195**, 307 (1992).
- 10: H. Safar et al, Phys. Rev. Letters **69**, 824 (1992).
- 11: B.A. Huberman and S. Doniach, Phys. Rev. Letters **43**, 950 (1979).
- 12: G. Blatter et al , Rev. of Modern Physics, Vol. **66**, N°4, 1125 (1994).
- 13: L.I. Glazman et A.E. Koshelev, Phys. Rev **B 43**, 2835 (1991).
- 14: Paracchini et al, Physica **C 191**, 72 (1992).

CONCLUSION GENERALE

CONCLUSION.

L'objet physique sur lequel s'est centrée notre étude est la ligne d'irréversibilité. Nous l'avons étudiée d'une part à travers la dissipation observée dans les mesures de transport électrique et d'autre part à travers l'étude de l'irréversibilité magnétique par des mesures d'hystérésis et de relaxation magnétique. Cette ligne peut à priori être attribuée soit à la dissociation des paires vortex-antivortex, soit à la fusion du solide ordonné (réseau de vortex) ou désordonné (verre de vortex), soit au phénomène de TAFF. Ces trois phénomènes ont été étudiés intensivement depuis quelques années dans les SHTC sans qu'il ait été possible de trancher fermement quant à l'identification de la nature des processus dissipatifs. Cet état de faits tire son origine à la fois d'une mauvaise compréhension de l'ancrage des vortex et de la complexité des phénomènes collectifs affectant le système de vortex. En particulier, la question se pose de savoir dans quelles conditions un vortex, ou, le système de vortex dans son entier, peut se mettre en mouvement sous l'action d'une force de Lorentz induite soit par un courant de transport soit par une inhomogénéité de la répartition spatiale des vortex. Les deux types de mesures que nous avons pratiquées sondaient ces propriétés dynamiques des vortex à des échelles de courant, et donc de force, très différentes. Dans les mesures magnétiques les courants sont proches des courants critiques d'Anderson et la dynamique suit le régime dit de « creep ». Au contraire, les faibles densités de courant injectées dans les mesures électriques correspondent au régime de TAFF, sauf peut être très près de la température critique.

Nous avons caractérisé complètement les caractéristiques courant-tension à travers la définition de deux courants caractéristiques: Courants critiques et de décollement. Nous sommes parvenus à étudier les déformations de la géométrie de la caractéristique en fonction du champ appliqué et de la température. L'étude de la résistance linéaire en fonction de la température et du champ ainsi que la forme des caractéristiques en champ nul nous a permis de montrer que, à bas champ, une transition de dissociation des paires vortex-antivortex prenait place à 100 K dans la céramique du composé Bi:2223. Cette transition a pour effet d'annuler le champ d'irréversibilité électrique au-dessus de cette température. A champ non nul, la température d'irréversibilité est décalée vers les faibles valeurs.

A plus fort champ et à plus basse température, les principaux processus dissipatifs sont imposés par le système de vortex intragranulaire. Les mesures électriques ne nous ont pas permis d'élucider la nature de la ligne à basse température. Elle est cependant en accord qualitatif et quantitatif avec le modèle d'Anderson du désancrage thermique avec une énergie d'ancrage diminuant avec le champ. Les phénomènes liés au réseau de jonctions se superposent aux processus strictement intragranulaires et n'ont pu être formellement identifiés.

La position de la ligne d'irréversibilité magnétique dans le plan B-T varie beaucoup avec le critère de précision expérimental qui la définit. Elle est globalement parallèle à la ligne électrique et à même température (assez basse) les champs d'irréversibilité sont comparables. Par contre, à haute température la ligne magnétique est beaucoup plus haute et ne s'annule que vers 106 K. La forme des lois de relaxation magnétique en dessous de la ligne d'irréversibilité est compatible avec les modèles de TAFF. Nous avons montré que la traversée de la ligne n'était pas dû à une accélération de la relaxation mais à une décroissance rapide avec le champ et la température du courant critique d'Anderson J_c . L'origine de la ligne est sans doute commune pour les mesures électriques et magnétiques, la décroissance rapide de J_c étant accompagnée d'une décroissance simultanée de l'énergie d'ancrage qui explique la réversibilité électrique. Nous n'avons cependant pas distingué les raisons physiques de cette décroissance qui peut être due soit à une transition de phase du système de vortex, soit à une évolution interne radicale d'une seule phase.

L'interprétation des mesures de relaxation magnétique dans les monocristaux du composé Bi:2212 montre que le modèle d'Anderson de désancrage est compatibles avec les faits bruts observés. Le passage au régime réversible s'accompagnant d'un arrêt complet de la relaxation.

L'étude des lignes d'irréversibilité magnétiques dans le composé 2212 avec et sans plomb devait nous permettre de mettre en évidence dans la phase supraconductrice, la variation d'anisotropie induite par le plomb. En effet, on peut prévoir que dans le cadre du modèle de fusion, le champ d'irréversibilité doit être d'autant plus faible que le système est plus proche d'un système bidimensionnel. L'observation d'une quasi-coïncidence quantitative des lignes avec et sans plomb ne permet pas une conclusion directe. Toutefois, le changement de comportement de ces lignes à des températures de 23 K pour le composé avec plomb et 30 K pour le composé sans plomb, que nous avons rattaché à un cross-over dimensionnel du système de vortex, met en évidence le fait que le composé sans plomb se comporte effectivement comme un système plus anisotrope que le composé avec plomb.

