



Faculté des Sciences
Département de Physique

Visualisation magnétique de vortex dans les films minces supraconducteurs

Jérémy BRISBOIS

Promoteur : Alejandro SILHANEK
Co-promoteur : Joris VAN DE VONDEL

Travail de fin d'études présenté
en vue de l'obtention du grade de
master en sciences physiques

Année académique 2012–2013

Remerciements

En préambule de ce mémoire, je souhaite exprimer ma gratitude envers les personnes qui m'ont apporté leur aide au cours de l'année écoulée.

Tout d'abord, je remercie mon promoteur Alejandro Silhanek pour son encadrement et sa disponibilité tout au long de l'année écoulée. Ses idées, ses conseils et les nombreuses discussions que nous avons eues m'ont aidé à améliorer ma compréhension de la physique et du monde de la recherche. Merci également pour sa relecture approfondie du présent texte.

Ik zou graag mijn copromotor Joris Van de Vondel willen danken voor de ontvangst op de Katholieke Universiteit van Leuven en het gebruik van de apparatuur om de experimenten uit te voeren. Eveneens wil ik hem bedanken voor zijn suggesties en zijn opmerkingen gedurende het afgelopen jaar en bij het herlezen van deze tekst.

My thanks go to Mariela Menghini for introducing me to the Bitter decoration. Her explanations and the technical support she provided were necessary in order to master this sensitive technique.

Ik bedank Bart Raes voor de hulp die hij mij geboden heeft bij het aanleren van de scanning Hall probe microscopy, zijn uitleg en zijn assistentie bij het analyseren van de gegevens.

I would also like to thank all the other people that provided me with their fitful help at some time.

Finalement, je remercie mes amis, mes parents et Élodie pour leur soutien et leurs encouragements.

Table des matières

Introduction	1
1 Bases théoriques de la supraconductivité	3
1.1 Définition et propriétés de la supraconductivité	3
1.1.1 Conductivité parfaite	3
1.1.2 Diamagnétisme parfait	3
1.2 Théorie de London	5
1.2.1 Équations de London	5
1.2.2 Longueur de pénétration	6
1.3 Théorie de Ginzburg-Landau	7
1.3.1 Équations de Ginzburg-Landau	7
1.3.2 Longueur de cohérence	8
1.3.3 Paramètre de Ginzburg-Landau	9
1.4 Théorie BCS	11
1.5 Vortex dans les supraconducteurs de type II	12
1.5.1 Vortex isolé	12
1.5.2 Réseaux de vortex	13
1.5.3 Dynamique des vortex	14
1.5.4 Mécanismes d’ancrage	15
1.6 Films supraconducteurs minces	15
1.7 Classification des matériaux supraconducteurs	16
2 Techniques expérimentales	19
2.1 Dépôt physique en phase vapeur par faisceau d’électrons	19
2.2 Pulvérisation cathodique	20
2.3 Microscopie électronique à balayage	22
2.4 Microscopie à force atomique	23
3 Décoration de Bitter	25
3.1 Introduction	25
3.1.1 Aperçu des techniques de visualisation magnétique des vortex	25
3.1.2 Décoration de Bitter	26
3.1.3 Objectifs	27
3.2 Dispositif expérimental et procédure	27
3.2.1 Installation de l’échantillon	27
3.2.2 Fabrication et installation du filament	28

3.2.3	Application du champ magnétique	29
3.2.4	Pressurisation de l'enceinte	30
3.2.5	Refroidissement de l'enceinte	31
3.2.6	Décoration de l'échantillon	31
3.3	Principes physiques de la décoration magnétique	32
3.3.1	Évaporation du fer	32
3.3.2	Libre parcours moyen des atomes de fer	32
3.3.3	Taille des particules	33
3.3.4	Interactions entre les particules et le champ magnétique	33
3.3.5	Transport des particules	34
3.3.6	Interaction de van der Waals	35
3.4	Images de la surface et analyse des résultats	36
3.4.1	Diséléniure de niobium	36
3.4.2	Plomb	44
3.5	Conclusion et perspectives	46
4	Microscopie à sonde Hall en régime stationnaire	49
4.1	Introduction	49
4.1.1	Microscopie à sonde Hall à balayage	49
4.1.2	Objectifs	50
4.2	Principes physiques	50
4.2.1	Effet Hall	50
4.2.2	Gaz bidimensionnel d'électrons dans l'hétérostructure GaAs / AlGaAs	53
4.2.3	Sonde Hall	54
4.3	Dispositif expérimental et procédure	55
4.3.1	Microscope à sonde Hall à basse température	55
4.3.2	Cryostat	57
4.3.3	Électronique de contrôle	58
4.4	Échantillon	59
4.4.1	Description de l'échantillon	59
4.4.2	Caractérisation de l'échantillon	61
4.5	Champ magnétique au bord d'un ruban supraconducteur	62
4.5.1	Effets de désaimantation	63
4.5.2	Expression théorique du champ magnétique	63
4.5.3	Utilisation du modèle	65
4.6	Effets de commensurabilité	67
4.7	Conclusion	72
5	Microscopie à sonde Hall en régime dynamique	73
5.1	Introduction	73
5.1.1	Microscopie de susceptibilité AC à balayage	73
5.1.2	Objectifs	74
5.2	Dispositif expérimental	74
5.2.1	De la SHPM vers la $S\mu M$	74
5.2.2	Amplificateur lock-in	75

5.3	Mesures macroscopiques	78
5.3.1	Susceptibilité magnétique macroscopique	78
5.3.2	Détermination de la température critique de l'échantillon	79
5.4	Mesures microscopiques	81
5.4.1	Dynamique des vortex	81
5.4.2	Champ magnétique oscillant	82
5.4.3	Courant oscillant	86
5.5	Conclusion	86
	Conclusion et perspectives	89
	Bibliographie	91
	A Détermination du courant optimal dans la sonde Hall	95
	B Compléments sur le champ magnétique au bord du ruban	97

Introduction

Au début du XX^e siècle, la course aux basses températures, couronnée par la première liquéfaction de l'hélium à 4.2 K, a mené à la mise en évidence de nouveaux états de la matière. Parmi ceux-ci, l'état supraconducteur constitue assurément l'une des découvertes les plus retentissantes de la physique moderne : l'absence de résistance électrique de certains matériaux refroidis à des températures cryogéniques. Cependant, le nom de « supraconductivité » donné à ce phénomène d'origine quantique est trompeur, car il n'attire l'attention que sur la conductivité infinie du matériau. En réalité, il existe une seconde propriété de la supraconductivité plus fondamentale : le diamagnétisme parfait.

De nos jours, les supraconducteurs sont présents dans de nombreuses applications telles que les trains à lévitation magnétique et les puissants aimants utilisés en imagerie médicale, pour le confinement des particules dans les accélérateurs et lors de la fusion nucléaire. À l'avenir et en fonction des futurs développements du domaine, les matériaux supraconducteurs seront amenés à jouer un rôle prépondérant dans la résolution de la problématique du transport et du stockage de l'électricité, à l'heure où la chasse aux pertes d'énergie est devenue une préoccupation majeure.

Cependant, la supraconductivité est menacée par le mouvement d'entités porteuses d'un quantum de flux magnétique, présentes dans tous les supraconducteurs d'intérêt technologique : les vortex. Lorsqu'ils sont soumis à un courant intense, ils se déplacent et leur mouvement conduit à la perte de la conductivité parfaite du matériau et donc à de la dissipation d'énergie. Ces dernières décennies, l'apparition de ce phénomène dissipatif a pu être retardée grâce aux progrès réalisés dans le piégeage des vortex, empêchant leur déplacement. Les avancées dans le domaine de la lithographie électronique ont grandement contribué à l'amélioration de la compréhension des mécanismes de piégeage, en offrant la possibilité de contrôler le profil du potentiel par nanostructuration des matériaux. Ainsi, l'introduction de centres d'ancrage artificiels, tels que des trous ou des inhomogénéités de composition, permet non seulement de choisir les endroits du supraconducteur où les vortex sont préférentiellement situés, mais aussi de les maintenir en place.

Jusqu'à récemment, les expériences concernant la problématique de la dissipation d'énergie se sont principalement intéressées à la réponse globale du matériau, mesurant les propriétés découlant du déplacement de millions de vortex. Par ailleurs, des modèles prédisant le comportement statique et dynamique des vortex ont été développés, mais l'impossibilité de visualiser directement leur déplacement à l'échelle microscopique a empêché de combler le fossé séparant la théorie de l'expérience.

Parmi les techniques de visualisation magnétique, la microscopie à sonde Hall à balayage permet d'atteindre une bonne résolution spatiale et possède une haute sensibilité. Elle est de surcroît

non invasive et constitue de par sa souplesse le choix idéal pour l'observation des réseaux de vortex. En 2010, une amélioration de cette technique, baptisée microscopie de susceptibilité AC à balayage, a été développée pour mettre en évidence le mouvement des vortex plongés dans un champ magnétique alternatif. Ainsi, la portée de la microscopie à sonde Hall a été augmentée en passant de l'imagerie statique à la cartographie dynamique de la surface d'un matériau. La dissipation d'énergie a ainsi été mise en évidence pour la première fois à l'échelle d'un vortex individuel. Jusqu'ici, cette technique a été utilisée avec des champs magnétiques oscillants, dont l'influence est limitée spatialement au bord du matériau.

L'objectif principal de ce mémoire est d'étendre la récente technique de la microscopie de susceptibilité AC à balayage à la visualisation des déplacements des vortex induits par un courant oscillant. Ce nouveau moyen de perturber l'équilibre des vortex est complémentaire à l'utilisation d'un champ magnétique variable, car l'homogénéité et la longueur de pénétration de la perturbation au sein du matériau sont tout à fait différentes dans ces deux cas. L'influence de l'excitation sur les vortex présente par conséquent des caractéristiques inédites. De plus, l'usage du courant a l'avantage de permettre le choix de la direction d'excitation, contrairement au champ magnétique qui agit quant à lui toujours dans la direction perpendiculaire au bord du matériau. L'action de ces perturbations est comparable à celle d'une contrainte de compression (champ magnétique) ou de cisaillement (courant).

Ce mémoire est structuré de la façon suivante. Tout d'abord, les fondements théoriques de la supraconductivité et les bases essentielles à la compréhension du texte sont présentés. Une attention particulière est apportée au cas des films minces supraconducteurs qui nous intéresse ici. Ensuite, le fonctionnement des instruments utilisés de façon récurrente pour la fabrication et la caractérisation des échantillons est détaillé. Par la suite, l'ancrage est caractérisé dans un film mince de plomb à l'aide de la décoration de Bitter. Cette technique invasive permet d'étudier l'ensemble de la surface en une seule expérience et offre une haute résolution spatiale. Cependant, la décoration de Bitter est intrinsèquement limitée à la visualisation statique du réseau de vortex et une autre approche est par conséquent introduite : la microscopie à sonde Hall à balayage. Cette technique non invasive, bien que délicate à utiliser et limitée à l'exploration de surfaces réduites, permet des observations *in situ* et est hautement reproductible. Le profil du potentiel d'ancrage dans un film nanostructuré de plomb est étudié sur base de l'observation d'un réseau statique de vortex. Une fois l'échantillon caractérisé, le régime dynamique est exploré à l'aide de la microscopie de susceptibilité AC à balayage. La mise en œuvre de l'excitation des vortex avec un courant alternatif est ainsi réalisée pour la première fois.

Chapitre 1

Bases théoriques de la supraconductivité

1.1 Définition et propriétés de la supraconductivité

La supraconductivité est un phénomène d'origine quantique apparaissant à basse température dans certains matériaux. Elle se manifeste par une modification radicale des propriétés électriques et magnétiques. Ainsi, un supraconducteur parfait est un matériau qui présente le comportement d'un conducteur parfait (résistance électrique nulle) et d'un diamagnétique parfait (expulsion totale du champ magnétique externe) en-dessous d'une température critique¹ T_c . Étonnamment, les supraconducteurs métalliques sont souvent des métaux faiblement diamagnétiques ou paramagnétiques à température ambiante et généralement considérés comme de mauvais conducteurs. Le plomb, le tantale et l'étain sont par exemple supraconducteurs, au contraire du cuivre, de l'argent ou de l'or.

1.1.1 Conductivité parfaite

La supraconductivité fut découverte en 1911 à Leiden par Onnes. Dans le cadre de ses recherches sur l'évolution de la résistance électrique des métaux à basse température, il constate que la résistance du mercure chute abruptement aux alentours de 4.2 K et s'annule pour des températures inférieures [1]. Sous cette température, qui correspond à la température de liquéfaction de l'hélium, le matériau est un conducteur parfait et ne dissipe donc pas d'énergie par effet Joule. Par conséquent, si un courant électrique est induit dans un anneau supraconducteur, il peut y circuler indéfiniment.

1.1.2 Diamagnétisme parfait

L'induction magnétique \vec{B} régnant à l'intérieur d'un matériau est régie par la relation

$$\vec{B} = \mu_0(\vec{H} + \vec{M}), \quad (1.1)$$

où \vec{H} est le champ magnétique extérieur et \vec{M} est l'aimantation du matériau. Par abus de langage, \vec{B} est fréquemment appelé champ magnétique au même titre que \vec{H} , ce qui sera également le cas

1. Elle dépend de la composition du matériau.

dans la suite de ce texte. Lorsque $|\vec{H}|$ n'est pas trop intense, \vec{M} est proportionnelle à \vec{H} et s'écrit

$$\vec{M} = \chi \vec{H}, \quad (1.2)$$

où χ est la susceptibilité magnétique du matériau. Dès lors, \vec{B} s'exprime également sous la forme

$$\vec{B} = \mu_0(1 + \chi)\vec{H} = \mu_0\mu_r\vec{H} = \mu\vec{H}, \quad (1.3)$$

où μ est la perméabilité magnétique du matériau et μ_r est la perméabilité relative. Dans un matériau paramagnétique, χ est positif et le champ magnétique est renforcé : $|\vec{B}| > \mu_0|\vec{H}|$. En revanche, χ est négatif dans le cas du diamagnétisme, présent dans toute la matière, et le champ magnétique est partiellement expulsé : $|\vec{B}| < \mu_0|\vec{H}|$. Cet effet est cependant faible et est masqué par la présence du paramagnétisme. Les valeurs de χ sont typiquement de l'ordre de -10^{-5} dans les matériaux purement diamagnétiques, les plus élevées étant relevées dans le carbone pyrolytique (jusqu'à -40.6×10^{-5} dans la direction perpendiculaire au clivage, à température ambiante [2]) et le bismuth (-16.6×10^{-5} à température ambiante [3]).

Dans un diamagnétique parfait, χ vaut -1 et \vec{B} s'annule dès lors à l'intérieur du matériau. \vec{H} est complètement expulsé et \vec{M} est de même intensité que \vec{H} mais lui est opposée. Ce comportement, remarquable vu les faibles valeurs de χ généralement constatées dans les matériaux diamagnétiques classiques, apparaît dans les supraconducteurs et est à la base de la lévitation magnétique.

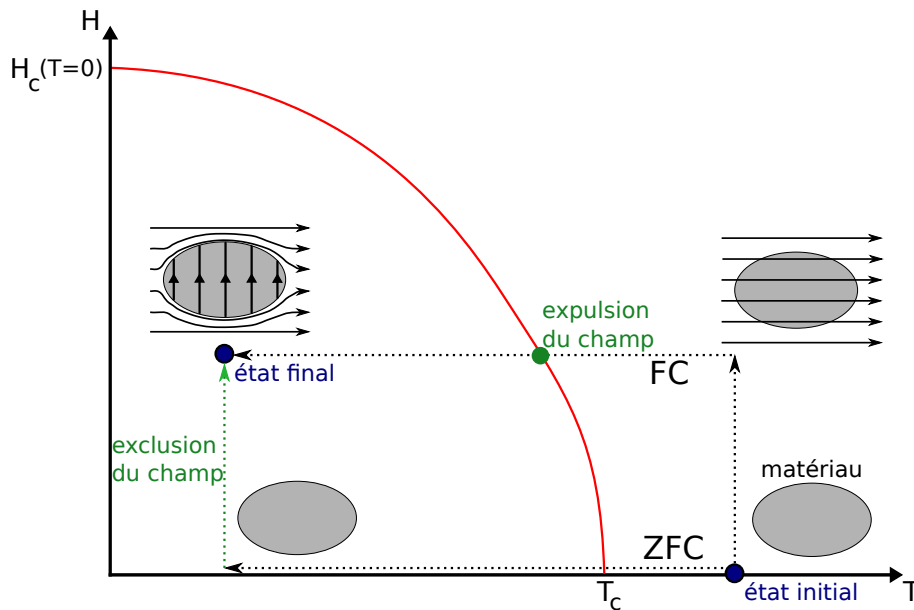


FIGURE 1.1 – Refroidissement d'un matériau en l'absence (ZFC) et en présence (FC) d'un champ magnétique extérieur \vec{H} . En-dessous de T_c , le matériau devient supraconducteur et le champ magnétique est exclu (ZFC) ou expulsé (FC) grâce à l'apparition de courants d'écran en surface. Dès lors, \vec{B} est nul à l'intérieur du supraconducteur.

Deux processus de refroidissement, représentés à la figure 1.1, existent pour atteindre l'état supraconducteur. Ils se distinguent par le moment où le champ magnétique extérieur est appliqué :

- Refroidissement sans champ appliqué (« zero field cooling » ou **ZFC**) :

La température est abaissée et la transition de l'état normal à l'état supraconducteur se passe

en l'absence de champ magnétique extérieur. Lorsque \vec{H} est ensuite appliqué, le matériau supraconducteur réagit instantanément et présente une aimantation qui maintient un champ magnétique nul à l'intérieur. Ce phénomène est appelé **l'exclusion du champ magnétique**. Il s'agit d'une conséquence de l'absence de résistance R du supraconducteur. En effet, le champ électrique \vec{E} est lié au potentiel V par la relation $\vec{E} = -\nabla V$. Il est nul ici, puisque $R = 0$ dans la loi d'Ohm $V = RI$. La loi d'induction électromagnétique de Faraday s'écrit alors

$$\frac{\partial \vec{B}}{\partial t} = -\nabla \times \vec{E} = 0. \quad (1.4)$$

Le matériau s'oppose à toute variation de \vec{B} (nul au départ) à l'intérieur, grâce à l'apparition d'une distribution de courants électriques de surface qui génère un champ magnétique opposé à tout instant à \vec{H} . Au sein du matériau, \vec{B} reste nul en tout point sauf sur une couche de surface d'épaisseur λ (voir section 1.2.2), où les courants d'écrantage circulent.

- Refroidissement dans un champ appliqué (« field cooling » ou **FC**) :

Un champ magnétique est appliqué et pénètre au sein du matériau². Lorsque la température est abaissée sous T_c , le matériau devient supraconducteur et expulse tout le flux magnétique le traversant : il s'agit de **l'expulsion du champ magnétique**, appelée **effet Meissner**³ [4]. Cette propriété caractéristique des supraconducteurs ne peut s'expliquer uniquement par la conductivité parfaite, puisque celle-ci maintient constant le champ magnétique à l'intérieur du matériau au moment de la transition de phase, mais ne décrit pas son expulsion. L'apparition des courants d'écrantage (aussi appelés courants de Meissner) ne s'explique que dans le cadre d'une théorie plus élaborée : la théorie de London. Il est à noter que le diamagnétisme parfait est une propriété de la supraconductivité distincte de la conductivité parfaite et n'en est pas une conséquence directe.

1.2 Théorie de London

La première théorie rendant compte des effets observés dans les matériaux supraconducteurs est celle des frères London, développée en 1935 [5]. Elle est applicable dans le cas d'un supraconducteur homogène, c'est-à-dire lorsque la densité volumique d'électrons supraconducteurs n_s ne varie pas dans l'espace. Il s'agit d'un cas limite de la théorie de Ginzburg-Landau pour une longueur de cohérence ξ tendant vers 0 (voir section 1.3.2)⁴.

1.2.1 Équations de London

D'après le modèle classique de Drude décrivant la conduction électrique dans un métal, le mouvement de dérive à vitesse \vec{v} des électrons dépend de deux forces. D'une part, les électrons sont plongés dans un champ électrique \vec{E} et sont dès lors soumis à une force $-e\vec{E}$. D'autre part, les collisions entre les électrons et les noyaux atomiques⁵ freinent leur mouvement et donnent naissance à une force de frottement visqueux $-\eta\vec{v}$. Le coefficient η s'écrit explicitement m_e/τ , où τ est appelé le temps de relaxation et est lié à l'inverse de la fréquence des collisions. La seconde

2. Le cas d'un matériau avec $\mu \simeq \mu_0$ est considéré ici.

3. ou effet Meissner-Ochsenfeld, du nom des personnes à l'origine de sa découverte en 1933.

4. c'est-à-dire pour un paramètre de Ginzburg-Landau $\kappa \gg 1$.

5. les phonons en réalité

loi de Newton s'écrit

$$m_e \frac{d\vec{v}}{dt} = -e\vec{E} - m_e \frac{\vec{v}}{\tau}. \quad (1.5)$$

Dans un conducteur parfait, τ est infini et l'équation précédente se réduit à l'égalité suivante :

$$\frac{d\vec{v}}{dt} = -\frac{e\vec{E}}{m_e}. \quad (1.6)$$

Finalement, de la substitution de \vec{v} à l'aide de l'expression de la densité de courant supraconducteur $\vec{j}_s = -n_s e \vec{v}$, il résulte la **première équation de London** :

$$\frac{d\vec{j}_s}{dt} = \frac{n_s e^2}{m_e} \vec{E}. \quad (1.7)$$

Cette équation rend compte de l'absence de résistance pour un courant supraconducteur stationnaire. En effet, la dérivée temporelle du premier membre s'annule dans ce cas et l'équation se réduit à $\vec{E} = 0$. Dès lors, la variation de V est nulle et R également.

Afin de dériver la seconde équation de London, l'opérateur rotationnel est appliqué à l'équation (1.7) :

$$\nabla \times \frac{d\vec{j}_s}{dt} = \frac{n_s e^2}{m_e} \nabla \times \vec{E}. \quad (1.8)$$

Par substitution dans le second membre à l'aide de l'équation de Faraday $\nabla \times \vec{E} = -\frac{d\vec{B}}{dt}$, la relation précédente devient :

$$\frac{d}{dt} \left(\nabla \times \vec{j}_s + \frac{n_s e^2}{m_e} \vec{B} \right) = 0. \quad (1.9)$$

À ce stade, cette équation admet à la fois des solutions constantes et exponentielles décroissantes pour \vec{B} . Cependant, les frères London éliminèrent les solutions constantes, car sur base de l'effet Meissner, celles-ci ne sont pas physiques. Ils postulèrent donc qu'en plus d'avoir une dérivée temporelle nulle, l'expression entre parenthèses doit elle-même être identiquement nulle. Cette hypothèse supplémentaire mène à la **seconde équation de London** :

$$\nabla \times \vec{j}_s = -\frac{n_s e^2}{m_e} \vec{B}. \quad (1.10)$$

Dans la suite, le lien entre cette équation et l'expulsion du champ magnétique sera établi.

1.2.2 Longueur de pénétration

Le remplacement de \vec{j}_s au moyen de la loi d'Ampère $\nabla \times \vec{B} = \mu_0 \vec{j}_s$ dans le premier membre de l'équation (1.10) fournit l'équation différentielle

$$\nabla^2 \vec{B} = \frac{1}{\lambda_L^2} \vec{B}, \quad (1.11)$$

où λ_L est la **longueur de pénétration de London** :

$$\lambda_L \equiv \sqrt{\frac{m_e}{\mu_0 n_s e^2}}. \quad (1.12)$$

Il s'agit de la distance caractéristique sur laquelle le champ magnétique extérieur est supprimé. λ_L donne également l'épaisseur typique sur laquelle les courants d'écrantage de surface circulent. La

solution de l'équation (1.11) est une exponentielle décroissante. Dans le cas d'un champ magnétique $\vec{B}(0)$ parallèle à la surface du supraconducteur, le champ $\vec{B}(x)$ à l'intérieur du matériau s'écrit

$$\vec{B}(x) = \vec{B}(0) e^{-x/\lambda_L}, \quad (1.13)$$

où x est la distance mesurée par rapport à la surface.

La longueur de pénétration de London est fonction de la température et diverge à l'approche de T_c , car n_s tend vers 0 dans ce cas. Lorsque T est proche du zéro absolu, n_s tend vers la densité totale d'électrons de conduction et tous contribuent au courant supraconducteur. Par conséquent, le champ magnétique extérieur pénètre dans le matériau d'autant plus que T augmente et l'effet Meissner disparaît pour $T \geq T_c$.

1.3 Théorie de Ginzburg-Landau

En 1950, Ginzburg et Landau présentent une théorie phénoménologique qui généralise celle des frères London et permet notamment de rendre compte des situations où n_s varie dans l'espace [6]. Elle ne s'intéresse pas à l'origine microscopique de la supraconductivité et elle décrit les propriétés thermodynamiques qui en découlent. La théorie de Ginzburg-Landau est un cas limite de la théorie BCS (entièrement microscopique, voir section 1.4) [7], mais elle présente l'avantage d'être plus simple à utiliser dans de nombreuses situations.

1.3.1 Équations de Ginzburg-Landau

Le postulat de base de la théorie de Ginzburg-Landau affirme qu'il est possible d'exprimer la densité volumique d'énergie libre F d'un supraconducteur en fonction d'un paramètre d'ordre complexe et continu ψ , non nul sous T_c . En présence d'une transition de phase du second ordre et d'un champ magnétique extérieur \vec{H} , F s'écrit

$$F = F_n + \alpha|\psi|^2 + \frac{\beta}{2}|\psi|^4 + \frac{1}{2m^*} \left((-i\hbar\nabla - e^*\vec{A})\psi \right)^2 + \frac{\mu_0|\vec{H}|^2}{2}. \quad (1.14)$$

F_n est la densité volumique d'énergie libre de la phase normale du matériau, \vec{A} est le potentiel vecteur et α , β sont des paramètres phénoménologiques⁶. Le développement (1.14) est valable à proximité de T_c , c'est-à-dire lorsque la condition $|\psi|/|\psi_{\max}| \ll 1$ est satisfaite⁷. La masse effective m^* des porteurs de charge est approximativement égale à $2m_e$ et corrobore la théorie BCS, qui attribue l'existence du courant supraconducteur aux électrons appariés (appelés paires de Cooper). Par conséquent, la charge effective e^* des porteurs est égale à $2e$. L'interprétation de $\psi(r)$ lie $|\psi(r)|^2$ à la densité de porteurs de charge $n_s^*(r)$ participant à la supraconductivité, via l'égalité

$$|\psi(r)|^2 = n_s^*(r). \quad (1.15)$$

Les termes $\alpha|\psi|^2 + \beta|\psi|^4/2$ sont les deux premiers termes du développement de F en série de puissances⁸ de $|\psi|^2$. La valeur minimale de cette somme est réalisée pour $|\psi|^2 = 0$ lorsque $\alpha > 0$

6. La détermination théorique de α et β est possible via la théorie BCS.

7. $|\psi_{\max}|$ est la valeur maximale prise par le module du paramètre d'ordre lorsque $T = 0$

8. Afin que F soit réelle et analytique en $\psi = 0$, il est nécessaire de travailler avec des puissances paires de $|\psi|$ (et non de ψ).

et pour $|\psi|^2 = -\alpha/\beta$ si $\alpha < 0$. Dès lors, il est légitime de développer α en série de puissances de T . Au premier ordre, α s'écrit

$$\alpha(T) = \alpha'(T - T_c), \quad (1.16)$$

où α' est une autre constante phénoménologique.

Le terme $\mu_0 |\vec{H}|^2/2$ contient l'énergie du champ magnétique. En remplaçant le nombre complexe ψ par son expression en fonction de la phase ϕ , $\psi = |\psi| e^{i\phi}$, le terme restant de (1.14) devient

$$\frac{1}{2m^*} \left(\hbar^2 (\nabla|\psi|)^2 + \left(\hbar\nabla\phi - e^*\vec{A} \right)^2 |\psi|^2 \right). \quad (1.17)$$

Le premier terme de (1.17) traduit l'augmentation d'énergie due à l'inhomogénéité de l'amplitude du paramètre d'ordre. En effet, la formation de parois de domaines coûte de l'énergie au système et est liée aux variations de $|\psi(r)|$. Le second terme représente l'énergie cinétique des courants supraconducteurs, sous une forme indépendante du choix de la jauge de \vec{A} .

La minimisation de F par rapport à ψ et \vec{A} fournit les **équations de Ginzburg-Landau** :

$$\alpha\psi + \beta|\psi|^2\psi + \frac{1}{2m^*} \left(-i\hbar\nabla - e^*\vec{A} \right)^2 \psi = 0 \quad (1.18)$$

$$\vec{j}_s = \frac{e^*}{m^*} |\psi|^2 \left(\hbar\nabla\phi - e^*\vec{A} \right) = e^* |\psi|^2 \vec{v}_s. \quad (1.19)$$

L'équation (1.18) est équivalente à l'équation de Schrödinger pour une particule (une paire de Cooper) de masse $m^* = 2m_e$, de charge $e^* = 2e$ et d'énergie $-\alpha$ dans un potentiel $\beta|\psi|^2$. De plus, n_s^* est égale à $n_s/2$ puisque les porteurs de charges sont formés de deux électrons de conduction. La prise en compte de l'appariement des électrons ne change rien à l'expression (1.12) de la longueur de pénétration, car

$$\frac{m^*}{n_s^* e^{*2}} = \frac{m_e}{n_s e^2}. \quad (1.20)$$

1.3.2 Longueur de cohérence

Dans le cas simplifié où T est proche de T_c et lorsqu'aucun champ extérieur n'est appliqué, \vec{A} est nul et l'équation 1.18 se réduit à l'équation différentielle aux coefficients réels

$$\psi + \frac{\hbar^2}{2m^*\alpha} \nabla^2 \psi = 0, \quad (1.21)$$

où ψ est réel. Puisque α est négatif sous T_c , l'équation précédente devient

$$\nabla^2 \psi - \frac{1}{\xi^2} \psi = 0, \quad (1.22)$$

où ξ est la **longueur de cohérence** :

$$\xi \equiv \sqrt{-\frac{\hbar^2}{2m^*\alpha}}. \quad (1.23)$$

Il s'agit de la distance caractéristique sur laquelle ψ varie. La solution de l'équation (1.22) indique que ψ décroît exponentiellement dans l'espace. ξ augmente lorsque T s'approche de T_c , car α est proportionnel à $(T - T_c)$.

De façon générale, la dépendance en température des longueurs de pénétration λ et de cohérence

ξ définies respectivement en (1.12) et (1.23) s'écrit

$$\xi(T) = \frac{\xi(0)}{\sqrt{1 - \frac{T}{T_c}}} \quad (1.24)$$

$$\lambda(T) = \frac{\lambda(0)}{\sqrt{1 - \frac{T}{T_c}}}. \quad (1.25)$$

$\lambda(T)$ et $\xi(T)$ divergent à l'approche de T_c et tendent vers les constantes $\lambda(0)$ et $\xi(0)$ respectivement à proximité du zéro absolu. Ces deux constantes dépendent du libre parcours moyen l des électrons dans le matériau et de la longueur de cohérence ξ_0 définie dans le cadre de la théorie BCS (voir section 1.4). Les expressions (1.24) et (1.25) sont évaluables explicitement dans deux cas extrêmes. D'une part, dans les métaux purs où $l \gg \xi_0$, ces relations s'écrivent [8]

$$\xi(T) = 0.74 \frac{\xi_0}{\sqrt{1 - \frac{T}{T_c}}} \quad (1.26)$$

$$\lambda(T) = 0.71 \frac{\lambda_L}{\sqrt{1 - \frac{T}{T_c}}}. \quad (1.27)$$

Cette situation est appelée la **limite « propre »** (« clean limit »). D'autre part, l est réduit lorsque le matériau contient des impuretés. Dans le cas où $l \ll \xi_0$, appelé **limite « sale »** (« dirty limit »), la distance sur laquelle ψ et \vec{A} varient est limitée par l et les expressions (1.24) et (1.25) deviennent :

$$\xi(T) = 0.855 \frac{\sqrt{\xi_0 l}}{\sqrt{1 - \frac{T}{T_c}}} \quad (1.28)$$

$$\lambda(T) = 0.615 \frac{\lambda_L \sqrt{\frac{\xi_0}{l}}}{\sqrt{1 - \frac{T}{T_c}}}. \quad (1.29)$$

1.3.3 Paramètre de Ginzburg-Landau

Le paramètre κ est défini à partir des longueurs caractéristiques introduites précédemment :

$$\kappa \equiv \frac{\lambda(T)}{\xi(T)}. \quad (1.30)$$

Il est appelé **paramètre de Ginzburg-Landau** et est indépendant de la température en première approximation. La valeur de κ est utile pour distinguer deux types de supraconducteurs au comportement différent en présence d'un champ magnétique. Ainsi, certains matériaux présentent des parois de domaines les divisant en régions supraconductrices et en régions métalliques normales, selon l'énergie associée aux surfaces séparant les domaines. Lorsque $\kappa < 1/\sqrt{2}$, on peut montrer que l'énergie de surface est positive [9] ; le matériau est qualifié de supraconducteur de **type I**. Lorsque $\kappa > 1/\sqrt{2}$, l'énergie de surface est négative et le supraconducteur est de **type II**. Une comparaison des valeurs relatives de ξ et λ dans les deux types de supraconducteurs est représentée à la figure 1.2.

Dans un supraconducteur de type I, la formation d'interfaces entre matériau supraconducteur et normal est défavorable. Le supraconducteur exclut tout champ magnétique extérieur inférieur

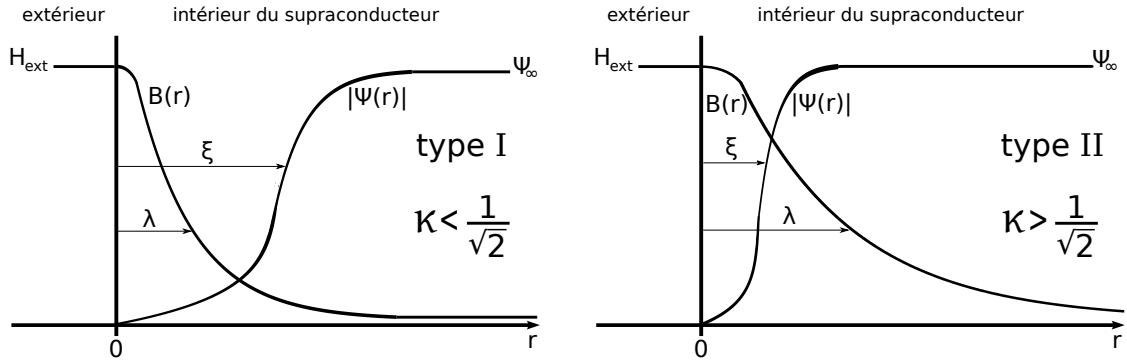


FIGURE 1.2 – Comparaison du champ magnétique $B(r)$ et du module du paramètre d'ordre $|\psi(r)|$ dans des supraconducteurs de type I et de type II plongés dans un champ magnétique extérieur H_{ext} . Le paramètre de Ginzburg-Landau κ , calculé à partir de la longueur de pénétration λ et de la longueur de cohérence ξ détermine le type de supraconducteur et le comportement vis-à-vis de H_{ext} . Dans un supraconducteur de type I, le flux magnétique est totalement expulsé, tandis que dans un type II, il peut pénétrer sous la forme de vortex.

au **champ critique** $H_c(T)$, donné par [9]

$$H_c(T) = \frac{\phi_0}{2\sqrt{2}\pi\mu_0\lambda(T)\xi(T)}, \quad (1.31)$$

où ϕ_0 est une constante dont la valeur et la signification sont précisées plus loin. La supraconductivité est détruite pour des valeurs de H supérieures à H_c .

Un supraconducteur de type II présente le même comportement qu'un supraconducteur de type I lorsque $H \leq H_{c1}(T)$. Le champ $H_{c1}(T)$ s'appelle le **premier champ critique** et est donné par

$$H_{c1}(T) = \frac{\phi_0}{4\pi\mu_0\lambda^2(T)}. \quad (1.32)$$

Pour un matériau donné, il est toujours inférieur à $H_c(T)$. En revanche, lorsque $H > H_{c1}(T)$ et puisque la création d'interfaces supraconducteur-matériau normal est favorable d'un point de vue énergétique, le flux magnétique pénètre au sein du supraconducteur sous la forme de minces tubes de flux. Ces entités permettant au champ magnétique de le traverser sont appelées **vortex**. La valeur du flux ϕ porté par les vortex est quantifiée et est un multiple du **quantum fondamental de flux**

$$\phi_0 = \frac{h}{2e} = 2.07 \times 10^{-15} \text{ Tm}^2. \quad (1.33)$$

Au cœur des vortex, la supraconductivité est détruite sur un rayon de l'ordre de ξ . Lorsque H est compris entre $H_{c1}(T)$ et $H_{c2}(T)$, le matériau se trouve dans l'**état mixte** car des zones supraconductrices et normales coexistent. Lorsque $H \geq H_{c2}(T)$, les cœurs des vortex se chevauchent et la supraconductivité est détruite. $H_{c2}(T)$ est appelé le **second champ critique** et est donné par

$$H_{c2}(T) = \frac{\phi_0}{2\pi\mu_0\xi^2(T)}. \quad (1.34)$$

L'évolution de l'aimantation est représentée à la figure 1.3 pour les deux types de supraconducteurs, dans l'hypothèse où ils possèdent le même H_c . L'aire sous les deux courbes est alors identique et elle correspond à l'énergie de condensation $\mu_0 H_c^2/2$ associée à la transition de l'état normal à l'état supraconducteur.

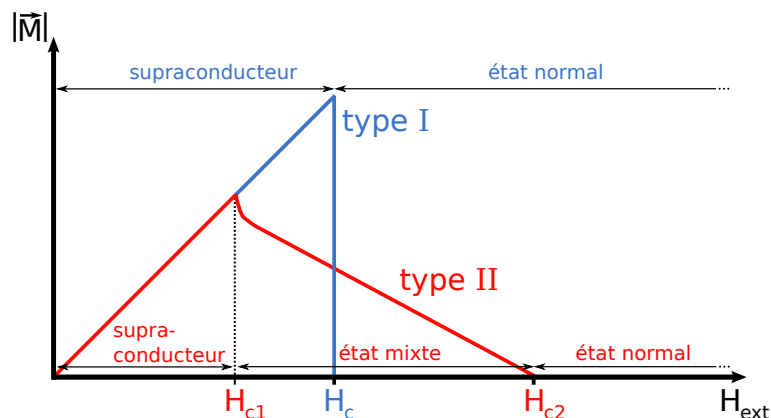


FIGURE 1.3 – Comparaison du module de l'aimantation $|\vec{M}|$ de supraconducteurs de type I et de type II en fonction du champ magnétique extérieur H_{ext} . Dans un supraconducteur de type I, $|\vec{M}| = H_{\text{ext}}$ sous H_c et la supraconductivité est détruite au-delà. Dans un type II en revanche, le champ magnétique pénètre dans le supraconducteur sous la forme de vortex entre H_{c1} et H_{c2} et l'état supraconducteur persiste pour des champs H_{ext} plus intenses. L'aire sous la courbe est la même dans les deux types et correspond à l'énergie de condensation.

1.4 Théorie BCS

La théorie BCS, nommée d'après Bardeen, Cooper et Schrieffer, est la première théorie expliquant le mécanisme à l'origine de la supraconductivité [10]. Elle a permis la prédiction de nombreuses propriétés (température critique, chaleur spécifique, longueur de cohérence...) de matériaux supraconducteurs à basse température critique.

Cooper a montré que dans un gaz d'électrons libres, au moins une paire d'électrons liés est formée à condition que leur interaction soit attractive, aussi faible soit-elle [11]. Les couples d'électrons liés sont appelés **paires de Cooper**. Le phénomène provoquant l'appariement est appelé mécanisme de Cooper et est à l'origine de la supraconductivité. L'existence du potentiel attractif se conçoit de façon simple [12] : lorsqu'un électron se déplace dans le matériau, il déforme le réseau cristallin en attirant les ions positifs. Il crée ainsi localement une densité de charge positive qui attire à son tour un second électron : il en résulte une interaction effective attractive entre les deux électrons. Le rôle capital joué par le réseau ionique est mis en évidence par l'effet isotopique, qui révèle une augmentation de la température critique d'un même élément lorsque la masse de ses isotopes diminue [13]. Le mécanisme d'interaction impliquant le réseau explique pourquoi les meilleurs conducteurs à température ambiante ne sont pas supraconducteurs. En effet, les vibrations du réseau cristallin sont les plus faibles dans ces matériaux et le passage des électrons affecte par conséquent peu les ions avoisinants.

Les électrons étant des particules de spin $1/2$, les paires de Cooper sont des bosons et ne sont dès lors pas soumis au principe d'exclusion de Pauli. La condensation de toutes ces paires d'électrons dans le même état quantique fondamental est par conséquent permise et est responsable des propriétés remarquables de la supraconductivité. Il s'agit donc d'une manifestation spectaculaire de la physique quantique à l'échelle macroscopique : les nombreux électrons du matériau forment des paires de Cooper et s'assemblent dans une même onde quantique qui s'étend sur de grandes distances. Les paires d'électrons ne peuvent pas être considérées séparément car elles font partie d'une fonction d'onde à plusieurs corps regroupant un nombre variable d'électrons du matériau. Cette configuration est la plus favorable du point de vue énergétique et elle est stable vis-à-vis des

perturbations d'énergie inférieure à l'**énergie minimale d'excitation** $\Delta(T = 0)$ donnée par [14]

$$\Delta(0) = 1.764 k_B T_c. \quad (1.35)$$

L'existence de cette bande d'énergies interdites permet à la supraconductivité d'exister, car il faut fournir une énergie $E \geq \Delta(0)$ pour briser les paires de Cooper. Ainsi, même la présence d'impuretés ou de défauts n'a pas d'effet sur les électrons appariés. En effet, au cours des processus de diffusion, seule la quantité de mouvement individuelle des électrons d'une même paire varie, mais leur somme reste inchangée. L'énergie de liaison $\Delta(0)$ des électrons d'une paire est de l'ordre de 10^{-3} eV. Cette valeur relativement faible justifie la nécessité de refroidir les matériaux à des températures cryogéniques pour observer un nombre appréciable de paires de Cooper, sans quoi elles sont détruites par l'agitation thermique. La dépendance en température de la bande interdite est en première approximation donnée par [14]

$$\Delta(T) \simeq 1.74 \Delta(0) \left(1 - \frac{T}{T_c}\right)^{1/2}. \quad (1.36)$$

L'énergie minimale d'excitation tend vers 0 à l'approche de T_c et la supraconductivité est alors plus facilement détruite.

On peut montrer que la distance moyenne ξ_0 entre les électrons d'une paire de Cooper, aussi appelée **longueur de cohérence BCS** s'écrit [14]

$$\xi_0 = \frac{\hbar v_F}{\pi \Delta(0)}, \quad (1.37)$$

où v_F est la vitesse de Fermi⁹. Dans certains matériaux, ξ_0 atteint des valeurs de plusieurs centaines de nanomètres. D'après l'expression (1.37), la longueur de cohérence ξ de l'équation (1.24) est inversement proportionnelle à T_c .

1.5 Vortex dans les supraconducteurs de type II

1.5.1 Vortex isolé

Lorsque la distance séparant les vortex est grande comparée à λ , leur interaction mutuelle est négligeable et chacun d'entre eux est traité comme étant isolé. Dans le cas fréquemment rencontré en pratique où $\kappa \gg 1$, les équations de Ginzburg-Landau sont résolubles analytiquement pour un volume supraconducteur étendu. Le champ magnétique local $B(r)$ à une distance radiale r du cœur d'un vortex s'écrit alors [15]

$$B(r) = \frac{\phi_0}{2\pi\lambda^2} K_0\left(\frac{r}{\lambda}\right) = \frac{2H_{c1}}{\mu_0} K_0\left(\frac{r}{\lambda}\right), \quad (1.38)$$

où K_0 est une fonction de Bessel de deuxième espèce. Cette relation est simplifiable pour différentes situations en fonction de la valeur de r . À grande distance du vortex ($r \gg \lambda$), $B(r)$ décroît exponentiellement selon la relation

$$B(r) \simeq \frac{\phi_0}{2\pi\lambda^2} \sqrt{\frac{\pi\lambda}{2r}} e^{-\frac{r}{\lambda}}. \quad (1.39)$$

9. Il s'agit de la vitesse des électrons qui se déplacent avec une énergie égale à l'énergie de Fermi.

Lorsque $\xi < r < \lambda$, l'expression (1.38) prend la forme simplifiée

$$B(r) \simeq \frac{\phi_0}{2\pi\lambda^2} \ln\left(\frac{\lambda}{r}\right). \quad (1.40)$$

Cette solution diverge à proximité du cœur du vortex et une distance de coupure $r = \xi$ est introduite. En-dessous de celle-ci, $B(r)$ est approximativement constant¹⁰ et s'écrit

$$B(r) \simeq \frac{\phi_0}{2\pi\lambda^2} \ln \kappa. \quad (1.41)$$

Le profil du champ magnétique est représenté conjointement avec le paramètre d'ordre à la figure 1.4 pour un vortex isolé.

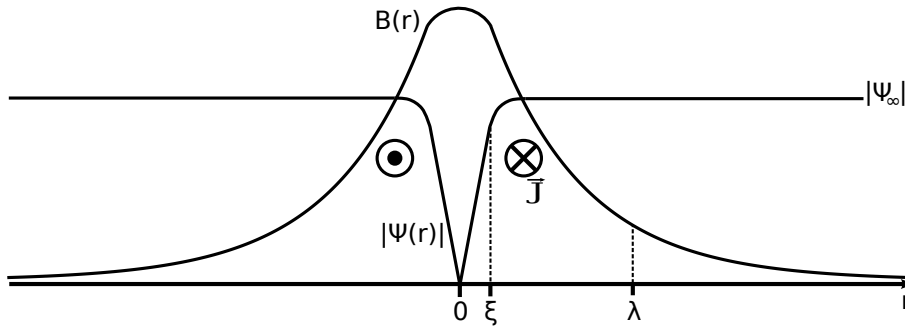


FIGURE 1.4 – Évolution du champ magnétique local $B(r)$ et du module $|\psi(r)|$ du paramètre d'ordre d'un vortex isolé en fonction de la distance r mesurée par rapport au centre. Le sens des courants d'écrantage \vec{J} est également indiqué. La supraconductivité est détruite sur une distance ξ correspondant au cœur normal du vortex. Le champ magnétique est écranté sur une distance λ . ψ_∞ représente la valeur de ψ en $r = +\infty$.

L'énergie libre par unité de longueur ϵ_1 le long d'une ligne de flux d'un vortex se calcule en tenant compte de la contribution du champ magnétique, de l'énergie cinétique des courants supraconducteurs et du cœur normal. Elle prend la forme

$$\epsilon_1 = \left(\frac{\phi_n}{4\pi\lambda}\right)^2 \left(\ln\left(\frac{\lambda}{\xi}\right) + \epsilon\right), \quad (1.42)$$

où $\phi_n = n\phi_0$ est le nombre de quanta de flux portés par le vortex et ϵ est la contribution du cœur. Dans un supraconducteur homogène, la formation de vortex porteurs de multiples quanta de flux est dès lors défavorable d'un point de vue énergétique. En effet, l'énergie de deux vortex ϕ_0 isolés est inférieure à celle d'un vortex $2\phi_0$: $2\epsilon_1(\phi_0) < \epsilon_1(2\phi_0) = 4\epsilon_1$.

1.5.2 Réseaux de vortex

Lorsque deux vortex sont séparés d'une distance de l'ordre de λ , un terme supplémentaire est ajouté dans l'expression (1.42) afin de tenir compte de leur interaction mutuelle, résultant de la superposition de leur champ magnétique. On peut montrer que l'interaction entre vortex est répulsive lorsque leurs lignes de flux sont dirigées dans le même sens¹¹. Par conséquent, les vortex ont tendance à se répartir dans le matériau afin de maximiser la distance les séparant et il se forme

¹⁰. Ce type de comportement est observé expérimentalement.

¹¹. Lors de l'interaction entre un vortex et un anti-vortex, les lignes de flux sont antiparallèles et leur interaction est attractive.

un arrangement périodique de vortex, appelé **réseau d'Abrikosov** [16]. La configuration la plus favorable énergétiquement est le réseau triangulaire représenté à la figure 1.5, de pas a_Δ donné par ¹²

$$a_\Delta = \sqrt{\frac{2\Phi_0}{\sqrt{3}\mu_0 H}}. \quad (1.43)$$

Cependant, la symétrie du cristal ou les défauts mènent souvent à des configurations d'équilibre différentes de celle présentée ci-dessus.

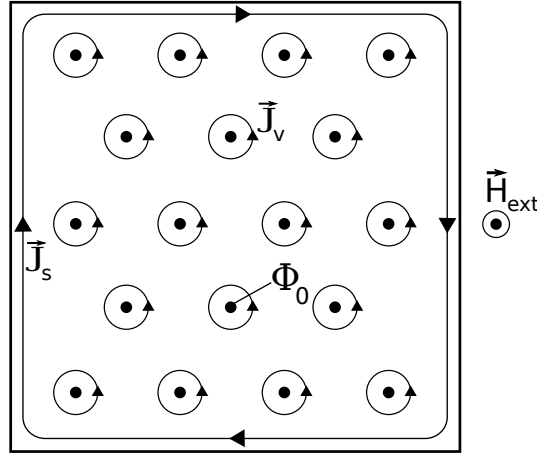


FIGURE 1.5 – Réseau triangulaire de vortex dans un supraconducteur de type II plongé dans un champ magnétique H_{ext} . Les courants d'écrantage de surface \vec{J}_s repoussent une partie du champ magnétique extérieur, tandis que l'autre partie pénètre sous la forme de vortex générés par des boucles de courant \vec{J}_c . Chaque vortex est porteur d'un quantum de flux ϕ_0 .

1.5.3 Dynamique des vortex

Lorsqu'un supraconducteur dans l'état mixte est parcouru par une densité moyenne de courant \vec{J} , les vortex sont soumis à une force perpendiculaire au courant. Celle-ci est communément appelée la **force de Lorentz** et elle s'exprime, par unité de longueur :

$$\vec{F}_L = \vec{J} \times \vec{\phi}_n. \quad (1.44)$$

Malheureusement, l'appellation de cette force peut prêter à confusion car elle n'a aucun lien avec la force de Lorentz $\vec{F}_l = q\vec{v} \times \vec{B}$ subie par une charge q en mouvement à vitesse \vec{v} dans un champ magnétique \vec{B} . En effet, malgré la similitude entre les deux équations, \vec{F}_L est exercée par le courant sur le vortex, tandis que \vec{F}_l est due au champ magnétique et s'exerce sur le courant [17].

Le déplacement des vortex à vitesse \vec{v} entraîne l'apparition d'un champ électrique parallèle à \vec{J} et donné par

$$\vec{E} = \vec{B} \times \vec{v}. \quad (1.45)$$

La différence de potentiel engendrée est responsable des pertes par effet résistif. Afin que le supraconducteur puisse supporter des courants élevés sans dissipation, il est intéressant d'introduire une force d'ancrage \vec{F}_a empêchant le mouvement des vortex. Lorsque J est peu intense, \vec{F}_a compense

¹². L'expression donnée ici est valable dans le cas du FC, lorsque le champ magnétique se répartit de façon homogène dans le matériau.

\vec{F}_L et le vortex ne se déplace pas. Par définition, la densité de courant de désancrage J_c est la densité maximale de courant que le supraconducteur est capable de supporter sans dissiper de l'énergie. Au-delà de J_c , la force d'ancrage ne suffit plus à maintenir les vortex en place et leur mouvement introduit des pertes résistives. Lorsque J atteint le courant de désappariement J_d , les paires de Cooper sont détruites et l'état supraconducteur est perdu. Un modèle plus complet de la dynamique des vortex est présenté à la section 5.4.1.

1.5.4 Mécanismes d'ancrage

Lorsque le supraconducteur présente des inhomogénéités menant à des variations spatiales de ϵ_1 , les vortex sont préférentiellement localisés aux endroits où l'énergie est minimale. La forme du potentiel résultant est responsable de l'apparition de \vec{F}_a , qui s'exerce sur le vortex ancré par l'inhomogénéité. Les variations du potentiel sont d'origines diverses : défauts, dopage, modification locale du matériau par irradiation ou implantation ionique... Tous les mécanismes d'ancrage modifient un ou plusieurs des paramètres intervenant dans l'équation (1.42), tels que λ ou ξ .

Une solution pour augmenter J_c est d'introduire des centres d'ancrage artificiels en structurant le matériau à l'aide notamment de la lithographie électronique. Cette technique permet de choisir le type, la taille, la forme et l'arrangement spatial des centres d'ancrage et offre ainsi un moyen de contrôler le potentiel et \vec{F}_a .

1.6 Films supraconducteurs minces

Jusqu'à présent, des matériaux infinis dans les trois dimensions de l'espace ont été considérés. Cependant, la taille et la forme du supraconducteur influent considérablement sur les propriétés du système et en particulier sur la structure des vortex. Les échantillons étudiés dans le cadre de ce mémoire se présentent sous la forme de films minces, c'est-à-dire qu'ils possèdent une dimension de taille inférieure ou comparable à $\lambda(T)$. Dans ce cas, les courants d'écrantage sont limités par l'épaisseur du film et perdent donc de leur efficacité pour repousser le champ magnétique extérieur. Cet effet dû à la taille finie de l'échantillon est pris en compte dans la définition d'une nouvelle distance caractéristique $\Lambda(T)$ appelée **longueur de pénétration effective**. Pour un film supraconducteur d'épaisseur $t \ll \lambda(T)$, elle s'écrit

$$\Lambda(T) = \frac{\lambda(T)^2}{t}. \quad (1.46)$$

Ainsi, la pénétration du champ magnétique est plus marquée dans les films minces. Grâce à cela, les supraconducteurs de type I se comportent comme des supraconducteurs de type II sous certaines conditions. En effet, le paramètre de Ginzburg-Landau effectif κ_{eff} s'écrit

$$\kappa_{\text{eff}} = \frac{\Lambda}{\xi}. \quad (1.47)$$

Puisque Λ est supérieur à λ dans les films minces, κ_{eff} est plus grand que κ et il est possible de satisfaire la condition $\kappa_{\text{eff}} > 1/\sqrt{2}$ même si $\kappa < 1/\sqrt{2}$.

La longueur de pénétration effective est également modifiée par la présence de trous dans le supraconducteur, comme dans les matériaux nanostructurés notamment. En effet, la perforation facilite le passage du flux magnétique qui traverse plus facilement que dans un matériau plein.

Dans ce cas, $\Lambda(T = 0)$ s'écrit

$$\Lambda_a(0) = \frac{\lambda(0)}{\sqrt{1 - 2 \frac{S_a}{S_t}}}, \quad (1.48)$$

où S_a est l'aire des trous et S_t est l'aire totale du film. En combinant ces deux effets, considérés indépendamment jusqu'à présent, la longueur de pénétration effective pour un film supraconducteur mince nanostructuré par un réseau de trous s'exprime

$$\Lambda_a(T) = \frac{\Lambda(T)}{\sqrt{1 - 2 \frac{S_a}{S_t}}}. \quad (1.49)$$

Le confinement des courants d'écrantage modifie également le profil du champ magnétique généré par les vortex, puisque la pénétration magnétique est accrue [18]. Ainsi, à une distance $r \gg \Lambda(T)$ du cœur d'un vortex, l'expression (1.38) du champ magnétique local devient

$$B(r) \simeq \frac{2\phi_0\Lambda(T)}{\pi r^3}. \quad (1.50)$$

Le champ décroît plus lentement à grande distance que dans un supraconducteur en volume et la portée de l'interaction entre vortex est par conséquent augmentée. Lorsque $\xi(T) < r < \Lambda(T)$, l'expression du champ magnétique s'écrit

$$B(r) \simeq \frac{\phi_0}{4\pi\Lambda(T)r}. \quad (1.51)$$

1.7 Classification des matériaux supraconducteurs

Les matériaux supraconducteurs sont classés en différentes catégories selon les critères suivants :

- type I ou II : Les supraconducteurs de type I expulsent totalement le champ magnétique extérieur jusqu'à H_c . Au-delà, la supraconductivité est détruite. En revanche, le champ magnétique pénètre dans les supraconducteurs de type II pour des amplitudes comprises entre H_{c1} et H_{c2} sans détruire la supraconductivité. L'expulsion du champ y est seulement partielle.
- « faible » (« weak ») ou « dur » (« hard ») : Les supraconducteurs de type I sont parfois qualifiés de « faibles », car la supraconductivité y est détruite pour des champs relativement faibles et ils sont caractérisés par des températures critiques généralement plus basses que leurs homologues de type II. Ces derniers sont par opposition appelés supraconducteurs « durs », car ils soutiennent des températures et des champs magnétiques beaucoup plus élevés.
- basse ou haute température critique : Les supraconducteurs à haute température critique sont ceux pour lesquels T_c est supérieure à la température de liquéfaction de l'azote (77 K). Cette limite *a priori* arbitraire est fixée sur base de contraintes expérimentales. L'azote est plus facile à liquéfier et nettement moins onéreux que des substances telles que l'hélium liquide, utilisées pour atteindre des températures de quelques kelvins.
- conventionnel ou non conventionnel : Les supraconducteurs conventionnels sont décrits dans le cadre de la théorie BCS. En revanche, cette théorie ne rend notamment pas compte des observations pour les supraconducteurs à haute température critique. Ces matériaux sont appelés supraconducteurs non conventionnels.
- « propre » (« clean ») ou « sale » (« dirty ») : Selon la taille du libre parcours moyen des élec-

trons par rapport à la dimension des paires de Cooper, le supraconducteur est dit « propre » ($l \gg \xi_0$) ou « sale » ($l \ll \xi_0$). Les impuretés jouent un rôle prépondérant dans les supraconducteurs « sales » en limitant l . Elles augmentent dès lors le confinement des paires d'électrons.

- type de matériau (composition chimique) : Historiquement, les premiers supraconducteurs découverts furent les matériaux composés d'éléments chimiques purs, tels que le mercure, le plomb ou le niobium. Par la suite, d'autres matériaux supraconducteurs furent découverts et synthétisés : des alliages, des céramiques, des matériaux à base de molécules organiques...

Chapitre 2

Techniques expérimentales

Dans ce chapitre, le fonctionnement des instruments utilisés tout au long du projet pour la fabrication et la caractérisation des échantillons est décrit. Tout d'abord, deux techniques de dépôt de couches minces sont présentées : le dépôt physique en phase vapeur à faisceau d'électrons et la pulvérisation cathodique. La première intervient dans la fabrication des films de plomb, tandis que la seconde sert à recouvrir d'or les échantillons afin de rendre la surface conductrice. Ensuite, deux techniques d'observation sont exposées : la microscopie électronique à balayage et la microscopie à force atomique. Elles fournissent des images des échantillons étudiés et aident à caractériser leur surface.

2.1 Dépôt physique en phase vapeur par faisceau d'électrons

La fabrication des films minces de plomb est réalisée grâce à la technique de dépôt physique en phase vapeur par faisceau d'électrons (electron beam physical vapor deposition ou EBPVD). La croissance d'une couche de plomb, d'une épaisseur de 50 nm dans le cadre de ce travail, nécessite un substrat de SiO_2 de haute qualité pour minimiser la quantité de défauts cristallins dans l'échantillon final. Afin d'empêcher une oxydation rapide du plomb une fois le dépôt réalisé, une couche protectrice de germanium d'environ 5 nm d'épaisseur est déposée au-dessus de la couche de plomb. Le principe de fonctionnement du dispositif est schématisé à la figure 2.1.

Le substrat est fixé sur un porte-échantillon et est inséré via un sas dans une enceinte sous vide permanent. La pression est de l'ordre de 10^{-7} mbar et est maintenue grâce à l'utilisation d'une pompe primaire et d'une pompe turbo. Après l'insertion de l'échantillon, la pression est abaissée jusqu'à environ 10^{-8} mbar à l'aide d'un circuit de refroidissement d'azote liquide, qui diminue la température du gaz résiduel à l'intérieur de l'enceinte.

Le rôle des différents éléments de l'enceinte est détaillé ici pour le dépôt d'une couche de plomb¹. Un canon à électrons produit des électrons grâce à l'émission thermoionique d'un filament de tungstène traversé par un courant. Les électrons extraits sont ensuite accélérés par un champ électrique de l'ordre de 20 kV qui augmente leur énergie cinétique. Un champ magnétique dévie les électrons afin qu'ils frappent la surface d'un lingot de plomb inséré dans un creuset de cuivre. Au cours de la collision, la majeure partie de leur énergie cinétique est convertie en énergie thermique et la température de la surface du plomb augmente. Une fraction du lingot devient alors liquide, s'évapore dans l'enceinte et se dépose sur toutes les surfaces, y compris sur le substrat de silicium.

1. La couche de germanium est déposée selon la même procédure.

Afin d'éviter un échauffement global intense du lingot et du creuset et ainsi maintenir un taux d'évaporation stable, ceux-ci sont bordés par un circuit de refroidissement où circule de l'eau. Le substrat sur lequel la couche de plomb est déposée est refroidi à l'aide d'azote liquide, pour empêcher la formation d'agrégats d'atomes de plomb et obtenir une couche mince homogène.

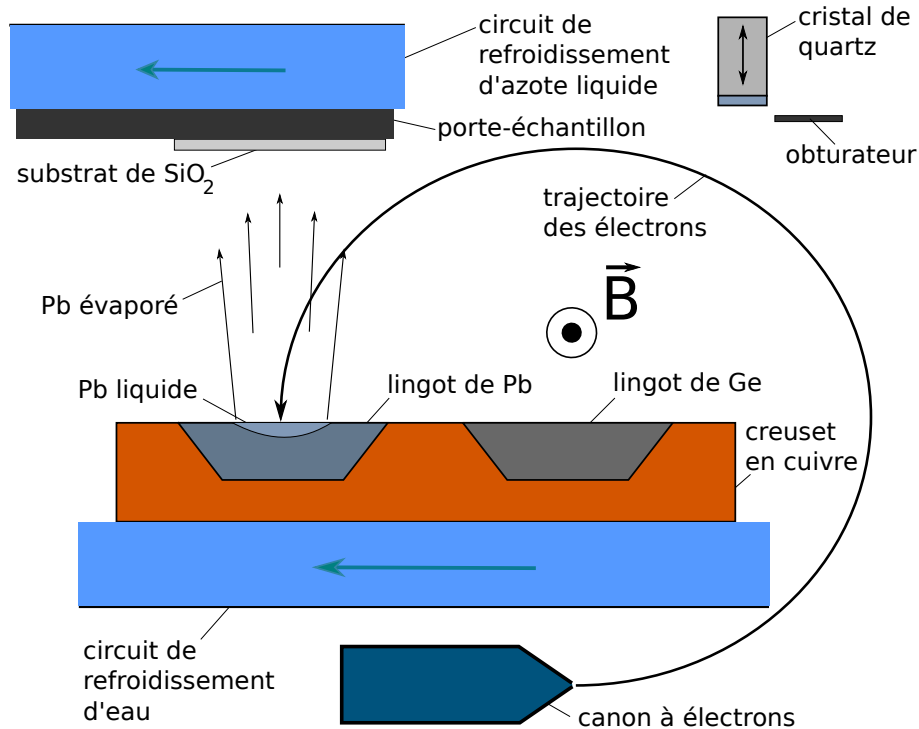


FIGURE 2.1 – Principe de fonctionnement de l'EBPVD. Un faisceau d'électrons est dévié par un champ magnétique \vec{B} et frappe un lingot de plomb. Celui-ci devient liquide en surface, s'évapore et se dépose sur toutes les surfaces, en particulier sur le substrat de SiO_2 destiné à accueillir le film de plomb. Le même procédé est employé pour recouvrir le plomb d'une couche de germanium. Le cristal de quartz fournit une mesure en temps réel de l'épaisseur de la couche déposée.

Le taux d'évaporation de plomb est quantifié au moyen d'un cristal de quartz placé à l'intérieur de l'enceinte. Sa fréquence propre d'oscillation dépend de ses dimensions et la variation de l'épaisseur de la couche de plomb déposée sur sa surface est ainsi mesurée. De cette façon, l'épaisseur de la couche de plomb déposée sur le substrat de SiO_2 est connue. L'utilisateur contrôle le taux d'évaporation en ajustant le taux d'électrons produits par le canon. Avant que le taux d'évaporation ne soit stabilisé, l'échantillon est protégé par un obturateur qui empêche le plomb de se déposer sur la surface. Ensuite, il suffit de retirer l'obturateur pour dégager la surface et commencer le dépôt du plomb tout en contrôlant l'épaisseur de la couche.

2.2 Pulvérisation cathodique

Lorsque l'échantillon est isolant, comme c'est le cas pour un film de plomb déposé sur un substrat de SiO_2 , il est préférable de le couvrir d'une mince couche d'or. D'une part, l'or améliore la qualité des images obtenues avec le microscope électronique à balayage, car il établit un contact avec le porte-échantillon métallique. Les électrons primaires du faisceau sont ainsi évacués au lieu de s'accumuler au sein du matériau et de le charger. D'autre part, une surface conductrice facilite l'utilisation de la sonde STM lors de l'approche de la sonde Hall (voir section 4.3.1). La couche d'or

est déposée au moyen de la technique de pulvérisation cathodique. Le principe de fonctionnement du dispositif² est représenté à la figure 2.2.

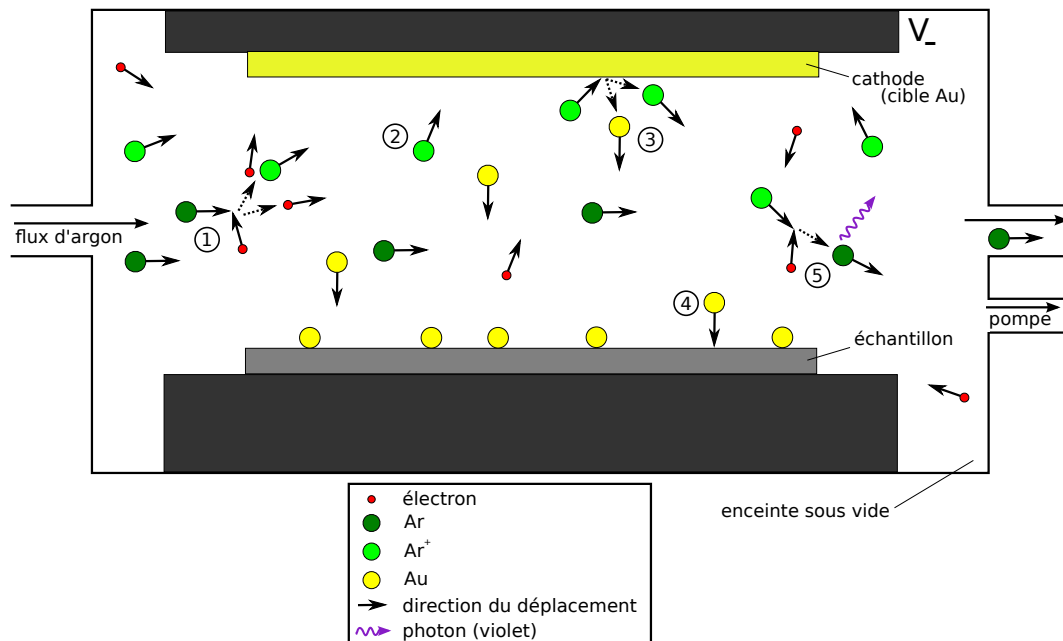


FIGURE 2.2 – Principe de fonctionnement de la pulvérisation cathodique : (1) ionisation d'un atome d'Ar par un électron libre ; (2) attraction de Ar^+ vers la cathode ; (3) extraction d'un atome de Au par collision avec Ar^+ ; (4) dépôt de l'or sur la surface de l'échantillon ; (5) émission d'un photon par recombinaison d'un atome d' Ar^+ avec un électron.

L'échantillon à recouvrir d'or est placé dans une enceinte sous pompage continu et à une pression d'environ 4×10^{-2} mbar. Ensuite, un flux d'argon³ est injecté dans la chambre tout en continuant à pomper, jusqu'à stabiliser la pression autour de 3×10^{-1} mbar. Outre l'échantillon, l'enceinte contient une cathode en or polarisée négativement avec une tension continue. Elle accélère les électrons libres, présents dans toute atmosphère. Certains d'entre eux entrent en collision avec des atomes d'argon neutres et arrachent un des électrons de leur couche externe (1) : ces atomes sont alors chargés positivement et sont attirés par la cathode (2). Les atomes d'argon frappent la surface de la cathode et arrachent les atomes d'or en leur cédant leur énergie cinétique (3). Souvent, les atomes d'or ou les amas qu'ils forment sont neutres et ne sont pas influencés par la tension de polarisation. Ils suivent une trajectoire rectiligne et se déposent sur l'échantillon situé en vis-à-vis (4). Ce mécanisme de dépôt est auto-entretenu, car de nouveaux électrons libres sont créés en permanence lors de l'ionisation des atomes d'argon. Le processus inverse apparaît également et il arrive qu'un électron soit capturé par un atome d'argon ionisé (5). L'énergie excédentaire est libérée par l'émission d'un photon et une lueur violette est visible.

L'épaisseur de la couche d'or est proportionnelle à la durée d'application de la tension continue. Pour le dispositif utilisé, le taux de dépôt est d'environ 15 nm par minute et est déterminé par un étalonnage réalisé préalablement.

2. Un pulvérisateur cathodique de type Edwards S150B est utilisé.

3. L'argon est parfois remplacé par d'autres gaz, lourds de préférence.

2.3 Microscopie électronique à balayage

Le microscope électronique à balayage (scanning electron microscope ou SEM) est un instrument produisant des images de haute résolution de la surface d'un échantillon. Celle-ci est balayée par un faisceau d'électrons et elle est cartographiée à partir de l'analyse des rayonnements émis. Dans le cadre de ce projet, le SEM⁴ sert à visualiser les particules de fer déposées par décoration de Bitter sur le matériau supraconducteur étudié. L'échantillon est monté sur une platine dans le microscope et le dispositif est placé sous vide. Un schéma du fonctionnement du SEM se trouve à la figure 2.3.

Le faisceau d'électrons primaires est fourni par un canon à électrons. Il est ensuite focalisé, le plus souvent à l'aide de lentilles magnétiques produisant un champ magnétique symétrique par rotation. Celles-ci jouent le même rôle que les lentilles en verre dans un microscope optique traditionnel. Des bobines de balayage, parcourues par des courants synchronisés, sont disposées selon les deux directions perpendiculaires à l'axe du faisceau et lui imposent des changements de direction. Le point d'impact du faisceau est déplacé périodiquement sur une portion de la surface de l'échantillon : de ce mouvement résulte le balayage. L'ensemble formé par les lentilles magnétiques et les bobines de balayage est appelé la colonne électronique.

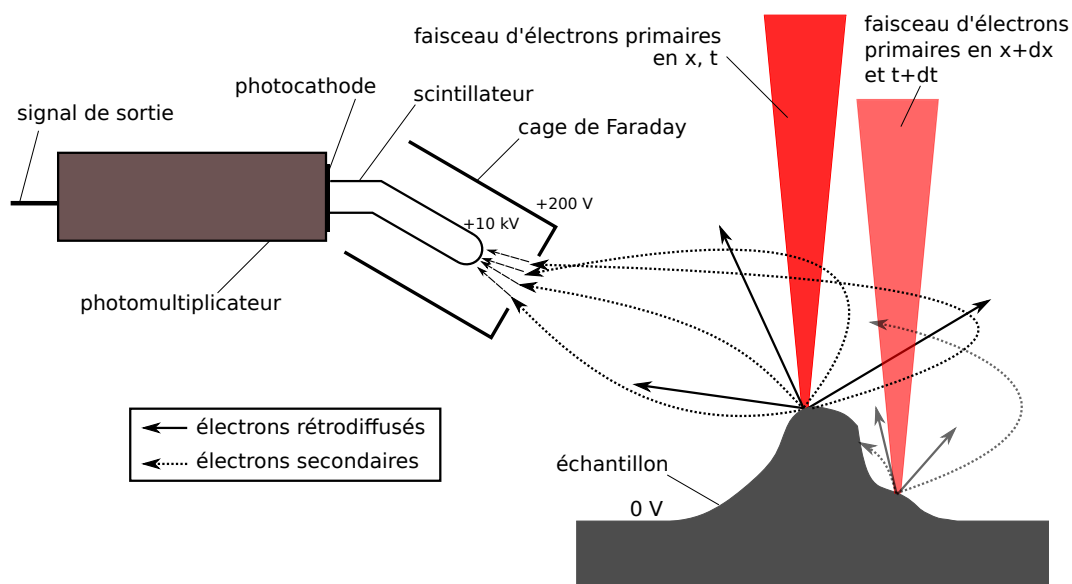


FIGURE 2.3 – Principe de fonctionnement du SEM. Les électrons secondaires émis par la surface de l'échantillon suite à l'interaction avec le faisceau primaire sont recueillis par une cage de Faraday polarisée par rapport à l'échantillon. Vu leur grande énergie par rapport aux électrons secondaires, les électrons rétrodiffusés ne sont pas détectés et suivent des trajectoires rectilignes. La variation du nombre d'électrons détectés donne des informations sur le topographie de la surface.

Lorsque les électrons primaires frappent la surface, différentes particules sont émises : des rayons X et des électrons secondaires, rétrodiffusés et d'Auger. Il arrive qu'une partie de l'énergie de l'électron incident soit transmise à un des électrons faiblement liés des couches électroniques externes de l'atome. L'électron excité, appelé électron secondaire, est dès lors éjecté. En général, il possède une énergie relativement faible comprise entre 10 et 50 eV et n'est par conséquent détectable que s'il est émis près de la surface de l'échantillon. Le SEM utilisé ici détecte principalement ce

4. Le modèle utilisé est le JSM-5600 fabriqué par JEOL.

type d'électrons⁵ Lorsque l'électron primaire interagit avec le noyau atomique, il est rétrodiffusé dans une direction proche de la direction incidente avec une faible perte d'énergie. Les électrons issus de ce processus possèdent une grande énergie d'une dizaine de keV et ne sont pas récoltés par le détecteur.

Le SEM utilisé dans le cadre de ce projet est équipé d'un détecteur à électrons secondaires et convient parfaitement pour la mise en évidence de petites particules à la surface de l'échantillon. Les électrons secondaires sont recueillis à l'aide d'un détecteur Everhart-Thornley. Celui-ci attire les électrons émis grâce à une cage de Faraday portée à un potentiel positif de +300 V. Les électrons d'énergie élevée ne sont pas détectés, car le potentiel est trop faible pour les dévier suffisamment de leur trajectoire. Ainsi, le faisceau primaire n'est pas perturbé. Les électrons capturés sont ensuite accélérés vers un scintillateur qui les convertit en photons. Un guide de lumière conduit alors les photons vers un photomultiplicateur, qui les transforme en électrons, les multiplie et transmet le signal à un amplificateur électronique. En fonction de la quantité d'électrons détectée en chaque point de la surface, le logiciel affiche une teinte de gris différente et une image monochrome est produite. Le taux d'émission d'électrons secondaires dépend de la nature de la surface et des matériaux différents sont dès lors distinguables. La topographie de la surface est également mise en évidence. En effet, les aspérités forment des obstacles qui écrantent le potentiel du détecteur et empêchent la détection d'une partie des électrons. La partie correspondante de l'image apparaît plus sombre du côté de l'aspérité situé dos au détecteur et ajoute un effet de relief.

Il est nécessaire de placer l'ensemble du système dans un vide poussé afin de minimiser la diffusion des électrons dans le gaz résiduel (air)⁶. D'importantes pertes d'électrons primaires sont ainsi évitées et le bruit de fond est réduit. De plus, le détecteur d'électrons secondaires ne fonctionne que sous un vide suffisamment poussé, sous peine d'ioniser l'atmosphère de la cavité. L'énergie des électrons primaires est choisie en ajustant la différence de potentiel qui les accélère dans le canon à électrons. Une énergie plus élevée est utile pour sonder plus profondément l'échantillon. Ici, un potentiel compris entre 10 et 20 kV suffit, car les particules observées sont situées en surface et sont de petite taille (de l'ordre de 50 nm).

2.4 Microscopie à force atomique

La microscopie à force atomique (AFM) est une technique de mesure de la topographie d'un matériau. Elle exploite les variations de la force d'interaction de van der Waals s'exerçant entre une sonde effilée et la surface de l'échantillon qu'elle balaie. Un schéma du fonctionnement de l'AFM est représenté à la figure 2.4. L'ensemble du dispositif est placé dans une enceinte isolée des vibrations extérieures.

L'échantillon est installé sur un porte-échantillon monté sur deux piézoélectriques : le premier sert à balayer la surface dans les directions x et y, tandis que le second ajuste la distance entre la sonde et la surface. La position de l'échantillon est tout d'abord réglée grossièrement à l'aide des vis de positionnement, puis l'approche automatique de la sonde est réalisée à l'aide du logiciel qui pilote l'instrument. La sonde a la forme d'une pointe dont l'extrémité (l'apex) est sphérique et d'un rayon de courbure typique d'une dizaine de nanomètres. La résolution spatiale est approximativement déterminée par la taille de l'apex. La pointe est fixée à un levier, lui-même attaché à un support.

5. Parfois, un électron primaire éjecte un électron d'une couche électronique interne. L'atome se désexcite alors soit par l'émission de rayons X, soit par l'émission d'un électron Auger. Ce processus est négligeable ici, car les électrons Auger ont une énergie trop faible et n'atteignent pas le détecteur.

6. Certains types de microscopes électroniques fonctionnent sous atmosphère contrôlée.

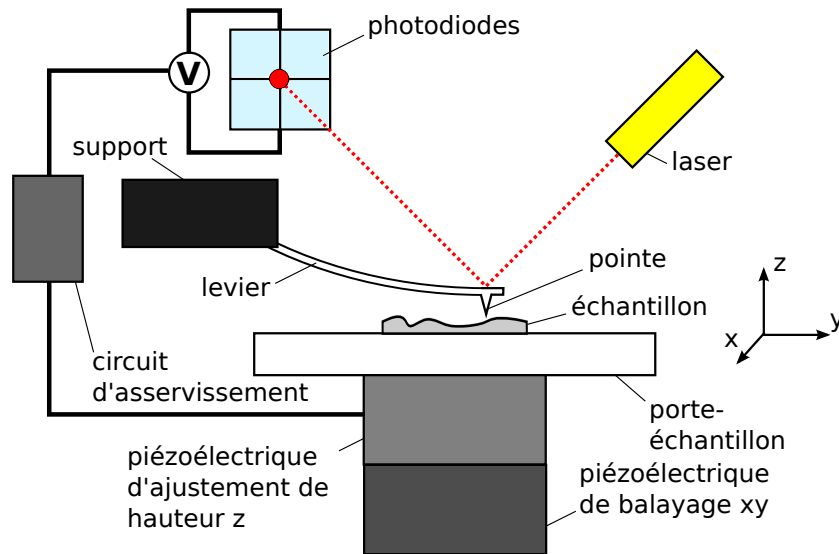


FIGURE 2.4 – Principe de fonctionnement du microscope à force atomique. Dans le mode contact, la force exercée sur la pointe est maintenue constante grâce au circuit d’asservissement de position agissant sur le piézoélectrique z . Lorsque la force varie, le levier s’infléchit et le faisceau laser qui s’y réfléchit ne frappe plus le centre du quadrant de photodiodes. La tension V qui apparaît est introduite dans le circuit d’asservissement et la hauteur de l’échantillon est ajustée pour compenser la variation de la force.

Elle interagit attractivement ou répulsivement avec la surface de l’échantillon selon la distance les séparant. Il existe ainsi trois modes principaux de fonctionnement : contact, intermittent et non contact. En mode contact, la pointe s’appuie sur la surface lors du balayage et est repoussée à cause du principe de Pauli empêchant l’interpénétration des nuages électroniques des atomes de la pointe et de la surface. En mode non contact, la sonde est soumise à une force attractive de l’ordre de 10^{-12} N, mais elle ne touche jamais la surface de l’échantillon [19]. Ce régime est dynamique et plus délicat à mettre en œuvre, car il nécessite de faire vibrer le levier à sa fréquence propre de résonance et à une amplitude prédéfinie. Lorsque la pointe interagit davantage avec la surface, l’amplitude d’oscillation décroît à cause du changement de fréquence de vibration. En mode intermittent, le principe est similaire mais cette fois la pointe est en contact avec la surface durant une fraction de sa période d’oscillation. L’interaction est alternativement répulsive et attractive.

Dans le mode contact utilisé ici, la force exercée sur la pointe est maintenue constante et est de l’ordre de 10^{-9} N [19]. Le faisceau laser est réfléchi sur le levier et frappe exactement le centre d’une cellule composée de quatre photodiodes⁷. Chacune d’entre elles reçoit donc le même flux de rayonnement. Lorsque la force ressentie par la pointe varie au cours du balayage, le levier s’infléchit et le faisceau réfléchi ne frappe plus le centre du quadrant : il est dévié vers le haut ou vers le bas selon la force ressentie par la pointe. Une différence de potentiel apparaît alors entre les photodiodes supérieures et inférieures. Elle est introduite dans un circuit d’asservissement. Celui-ci maintient une force constante sur la pointe à l’aide du piézoélectrique z ajustant la distance entre la sonde et la surface. Les variations de cette distance sont enregistrées et fournissent une image du relief de la surface.

7. D’autres méthodes existent pour détecter la déflexion du levier : interférométrie, sonde STM, levier piézoélectrique...

Chapitre 3

Décoration de Bitter

3.1 Introduction

L'étude des vortex et de leur ancrage présente un intérêt majeur car leur déplacement engendre de la dissipation d'énergie. Le mouvement des quanta de flux entraîne l'apparition d'une résistivité non nulle et peut aller jusqu'à la destruction complète de la supraconductivité. La caractérisation des mécanismes d'ancrage et leur amélioration est directement liée à la densité maximale de courant J_c qu'un vortex est capable de supporter sans introduire de pertes résistives. Des informations sur la dissipation sont tirées de mesures macroscopiques de transport ou d'aimantation notamment, mais elles sont impossibles à interpréter correctement sans connaissance de la dynamique et de la structure microscopique des vortex. Tout d'abord, différentes techniques fournissant des renseignements sur les propriétés microscopiques des vortex sont brièvement présentées. Dans la suite du texte, il sera exclusivement question de deux d'entre elles : la décoration de Bitter et la microscopie à sonde Hall à balayage (chapitres 4 et 5).

3.1.1 Aperçu des techniques de visualisation magnétique des vortex

Il existe une multitude de techniques permettant de caractériser le comportement statique et la dynamique des vortex [20]. Cependant, certaines d'entre elles sont non locales et ne donnent pas accès à la visualisation de vortex individuels. Il s'agit notamment de la résonance magnétique nucléaire (RMN), la diffraction de neutrons et la rotation spin muonique (μ SR). Elles donnent néanmoins accès à certaines propriétés du réseau de vortex, telles que le paramètre de maille ou la taille des vortex. D'autres ne sont pas sensibles directement au champ magnétique. Ainsi, la microscopie à effet tunnel (scanning tunneling microscopy ou STM) est locale et sensible à la densité électronique. Par contre, plusieurs techniques sensibles au champ magnétique sont capables de fournir des images avec une résolution comparable à la taille des vortex : il s'agit notamment de la microscopie électronique (EM), la microscopie à force magnétique (MFM), la microscopie à SQUID, l'imagerie magnéto-optique (MO), la décoration de Bitter et la microscopie à sonde Hall à balayage (scanning Hall probe microscopy ou SHPM).

La figure 3.1 classe ces techniques¹ en fonction de leur résolution spatiale l_{\min} et de leur sensibilité au champ magnétique² B_{\min} . La plupart d'entre elles sont capables d'une résolution en

1. Une variante de la microscopie à SQUID, appelée « SQUID on a tip », offre une résolution spatiale supérieure au détriment de la sensibilité au champ [21].

2. La sensibilité (en T) est liée au bruit équivalent en champ magnétique (en $T/\sqrt{\text{Hz}}$). Celui-ci correspond au

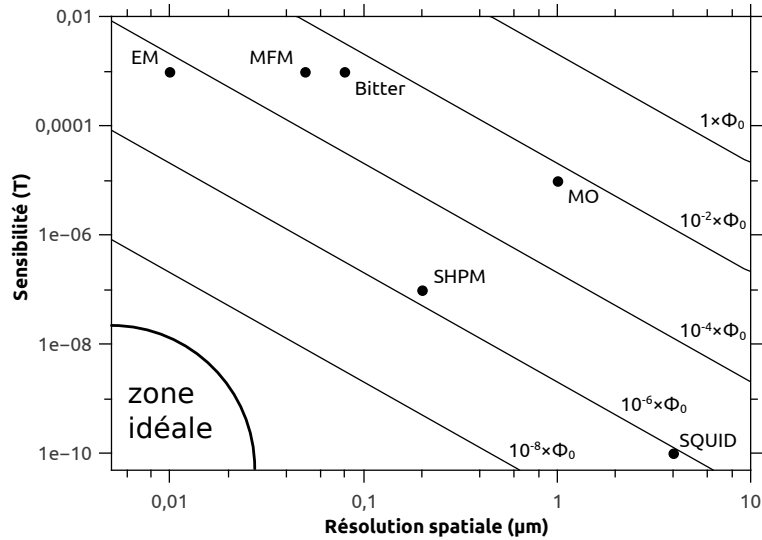


FIGURE 3.1 – Comparaison des techniques locales de visualisation magnétique, pour une bande passante de 1 Hz (sauf pour la décoration de Bitter qui est une technique statique). Les deux techniques utilisées dans ce mémoire, la décoration de Bitter et la SHPM, présentent une résolution spatiale de quelques centaines de nanomètres. De par sa position intermédiaire, la SHPM présente un compromis entre la microscopie à SQUID (haute sensibilité) et la microscopie électronique (haute résolution spatiale). Bien qu'elle se situe légèrement en retrait des autres techniques, l'imagerie magnéto-optique est très utile car elle donne accès à une résolution temporelle élevée.

terme de flux équivalent $\Phi_{\text{eq}} = B_{\text{min}} \times l_{\text{min}}^2$ comprise dans une gamme s'étendant d'environ $10^{-2}\Phi_0$ à $10^{-6}\Phi_0$. Il existe une forme de compromis entre la sensibilité et la résolution spatiale, entre les extrêmes où se trouvent la microscopie électronique (haute résolution spatiale) et la microscopie à SQUID (haute sensibilité). La seule exception à cette règle est l'imagerie magnéto-optique, mais elle est néanmoins d'un grand intérêt grâce à sa résolution temporelle élevée (de l'ordre de 10^{-8} s).

3.1.2 Décoration de Bitter

Dans ce chapitre, la décoration de Bitter est utilisée pour repérer la position des vortex à la surface des supraconducteurs étudiés. Cette technique, nommée d'après son inventeur, apparaît en 1931 pour mettre en évidence les parois des domaines magnétiques dans les matériaux ferromagnétiques [22]. Bitter obtient des images qui révèlent les inhomogénéités du champ magnétique local en plongeant la surface de l'échantillon dans une solution contenant des particules magnétiques en suspension. La décoration de Bitter est ensuite adaptée à l'observation du réseau de vortex dans les supraconducteurs avec une solution d'hélium liquide [23]. La procédure la plus répandue actuellement fut développée pour l'étude des ferromagnétiques [24] et adaptée aux supraconducteurs par Trauble et Essmann en 1967 [25]. Elle est utilisée dans le cadre de ce mémoire. Les particules magnétiques sont produites en vaporisant d'un métal sous une atmosphère contrôlée de gaz inerte. Elles se fixent sur la surface du supraconducteur aux endroits où le champ magnétique est le plus élevé, c'est-à-dire au cœur des vortex. Les interactions de van der Waals assurent l'adhérence des particules et l'observation de la surface fournit des images du réseau de vortex dès que l'échantillon est retiré de l'enceinte pressurisée.

La position des vortex est déterminée avec une résolution spatiale relativement élevée d'environ 100 nm pour un champ magnétique qui donne un rapport signal sur bruit de 1 pour une bande passante de 1 Hz. Une bande passante de 1 Hz correspond à un temps d'intégration (durée de la mesure) de 0.5 s.

80 nm mais la sensibilité au champ magnétique est faible [20]. La décoration est une technique intrinsèquement limitée en terme d'exploration quantitative de la structure des vortex et elle n'autorise pas l'étude du régime dynamique. Elle n'en constitue pas moins un outil de choix pour la caractérisation d'échantillons variés (films minces, volumes supraconducteurs) et soumis à une large gamme de champs magnétiques³ (jusqu'à 2000 G [26]). De plus, la décoration de Bitter est capable de mettre en évidence des dizaines de milliers de vortex sur des surfaces allant jusqu'à 1 cm². Elle offre également la possibilité d'étudier plusieurs échantillons au cours d'une seule expérience. Enfin, le faible coût de l'équipement par rapport aux autres techniques de visualisation rend cette méthode facilement accessible.

3.1.3 Objectifs

Le travail réalisé à l'aide de la décoration de Bitter est décomposé en deux étapes. La première phase consiste en une remise en état de l'équipement, resté inactif pendant quelques années. L'objectif est de rendre le dispositif expérimental, relativement sensible et délicat à manipuler, utilisable à nouveau et d'acquérir une certaine expérience dans son utilisation. La reproduction de quelques résultats élémentaires publiés dans la littérature sera alors envisagée. À cette fin, les échantillons sont refroidis par le processus de FC (voir figure 1.1) pour y observer des réseaux stables de vortex.

La seconde phase vise à caractériser l'ancrage dans les échantillons nanostructurés de plomb étudiés dans la suite du travail. La qualité de l'échantillon est donc un paramètre important. En effet, il est primordial de s'assurer que les centres d'ancrage introduits artificiellement dominent l'ancrage intrinsèque aléatoire des défauts. La décoration de Bitter offre un excellent moyen d'y parvenir, car elle présente l'avantage de couvrir toute la surface du supraconducteur en une seule expérience.

3.2 Dispositif expérimental et procédure

Dans cette section, le fonctionnement du dispositif expérimental est détaillé et les différentes étapes nécessaires à la réalisation de la décoration de Bitter sont exposées. La figure 3.2 schématise l'intérieur de l'enceinte contenant l'échantillon tandis que la figure 3.4 montre une vue d'ensemble du décorateur en cours d'utilisation. La suite du texte réfère à ces deux figures par des numéros pour illustrer les différentes parties du dispositif.

3.2.1 Installation de l'échantillon

L'échantillon (1) est fixé au milieu du porte-échantillon en cuivre (2) au moyen de peinture d'argent⁴ (3). Ensuite, le porte-échantillon est inséré et attaché au fond de l'enceinte cylindrique où la décoration a lieu. Il est nécessaire d'enduire les surfaces métalliques en contact d'une mince couche de graisse pour haut vide et températures cryogéniques (4), afin d'augmenter la surface de contact effective aux interfaces⁵. Toute partie du dispositif en contact avec l'intérieur de l'enceinte est soigneusement nettoyée afin d'éliminer toute trace de la décoration précédente et faciliter l'obtention d'un vide poussé lors de l'étape de pressurisation.

3. 1 G = 10⁻⁴ T

4. La couche d'argent assure partiellement le contact électrique nécessaire pour l'utilisation du SEM (voir section 2.3).

5. Lors de la phase de thermalisation dans l'hélium liquide, le refroidissement des différentes pièces métalliques est ralenti par la présence de poches d'air microscopique.

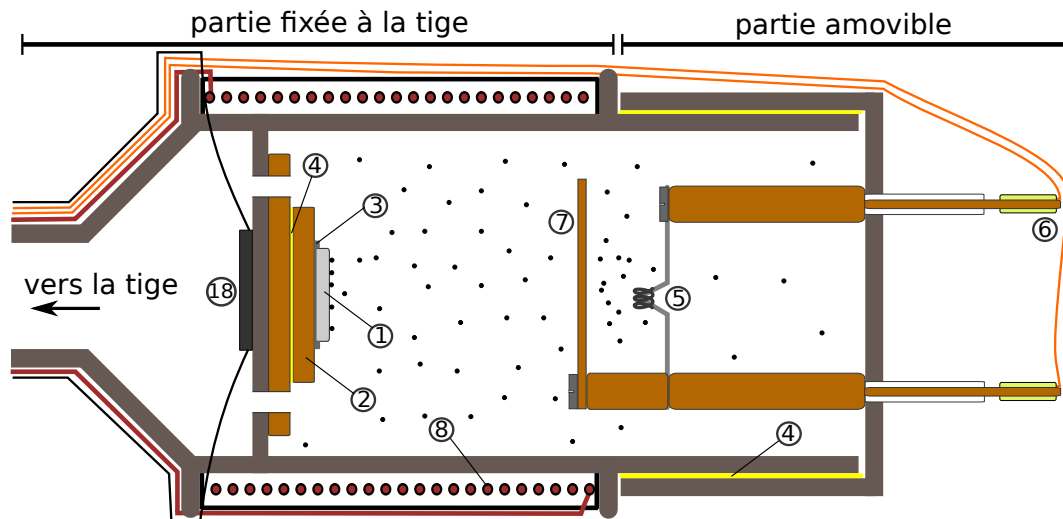


FIGURE 3.2 – Enceinte utilisée pour la décoration de Bitter : (1) échantillon ; (2) porte-échantillon ; (3) peinture d'argent ; (4) graisse ; (5) filament ; (6) connections du filament ; (7) bouclier thermique ; (8) bobine de fil ; (18) sonde thermique.

3.2.2 Fabrication et installation du filament

Les particules magnétiques sont produites par vaporisation d'une faible quantité de fer positionnée au centre d'un filament de tungstène (5) traversé par un courant intense. Les filaments sont fabriqués spécifiquement pour les besoins de l'expérience à partir de fil de tungstène et de fil de fer de diamètre $d = 0.1$ mm, selon le procédé détaillé à la figure 3.3. Le fil de fer est enroulé autour

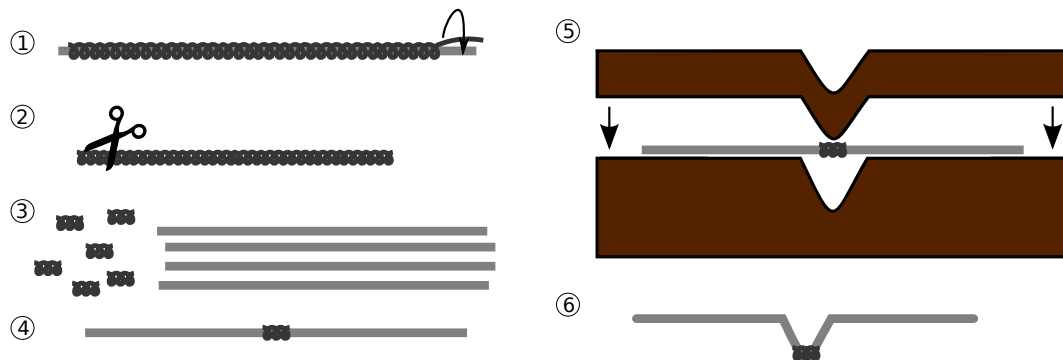


FIGURE 3.3 – Procédé de fabrication des filaments à partir de fils de fer et de tungstène de diamètre $d = 0.1$ mm : (1) Enroulement du fil de fer autour du fil de tungstène ; (2) Découpe de la bobine de fer en segments comportant trois spires ; (3) Découpe du fil de tungstène en portions de la taille du filament final ; (4) Enfilage d'un segment de fer sur une portion de fil de tungstène ; (5) Mise en forme du fil à l'aide d'une presse en forme de V ; (6) Filament prêt à l'utilisation.

du fil de tungstène pour former une bobine. Ensuite, des morceaux composés de trois spires sont découpés. Ils sont enfilés et centrés sur des portions de fil de tungstène d'environ 5 cm de long. Le nombre de spires est déterminé expérimentalement afin d'optimiser le processus de vaporisation du fer et la quantité de particules magnétiques produites. La fabrication du filament est achevée en pressant le fil contre une plaque métallique traversée par une rainure en forme de V. L'encoche obtenue dans le filament joue un rôle important car elle réduit la surface de contact entre le fer et le tungstène et limite donc la formation d'alliage non-magnétique entre les deux métaux.

Le filament est monté à l'intérieur de la partie amovible du dispositif qui ferme l'enceinte. Il est relié à l'extérieur du dispositif afin de pouvoir y connecter une source de courant (6). De plus, un mince morceau de cuivre sert de bouclier (7) et est placé à environ 1 cm du filament. Lors de l'évaporation, il empêche la propagation de la chaleur dissipée par le filament en bloquant la majeure partie des radiations. Il limite donc l'échauffement de l'échantillon supraconducteur situé quelques centimètres plus loin.

3.2.3 Application du champ magnétique

L'échantillon est plongé dans un champ magnétique constant H_{ext} appliqué avant le refroidissement et maintenu tout au long de l'expérience (FC). H_{ext} est produit en injectant un courant I dans une bobine de fil (8) enroulé autour de l'enceinte. Dans ce cas, le champ est approximati-

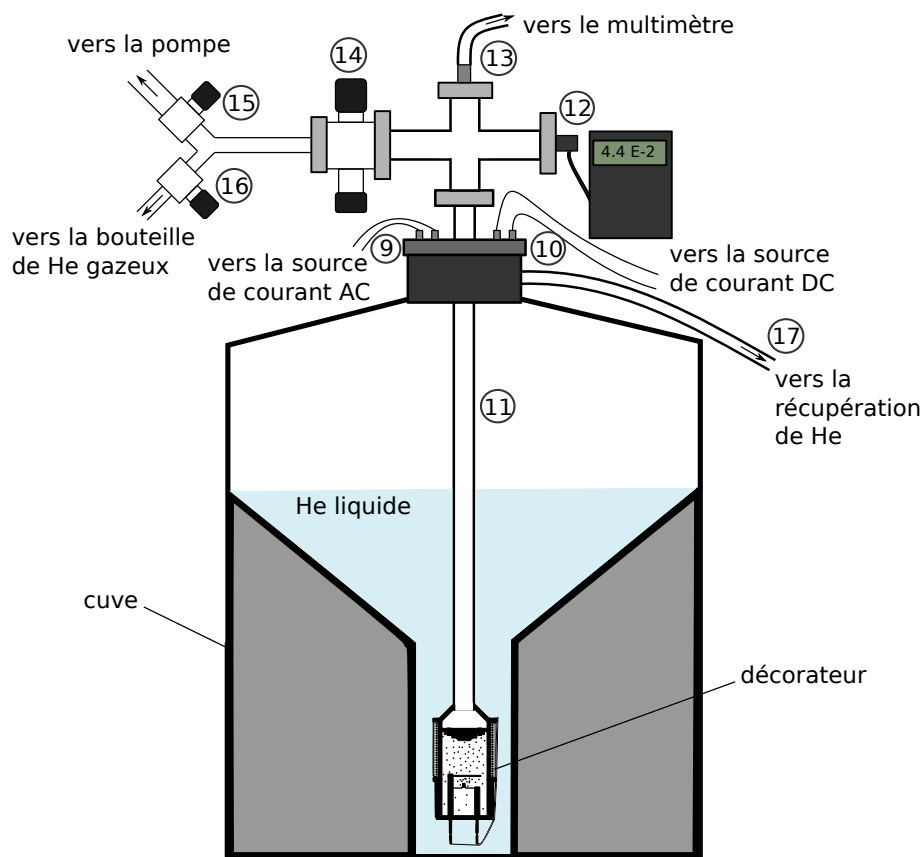


FIGURE 3.4 – Vue d'ensemble du dispositif pour la décoration de Bitter : (9) connecteurs du filament ; (10) connecteurs de la bobine ; (11) tige ; (12) capteur de pression ; (13) connecteur de la sonde thermique ; (14) vannes de pression ; (15) vanne de la pompe ; (16) vanne de la bouteille de He ; (17) tuyau d'évacuation de vapeur de He.

vement homogène à l'emplacement de l'échantillon et est proportionnel à I . Au préalable, il est mesuré à l'aide d'un gaussmètre⁶ en fonction de I . Les résultats sont répertoriés dans une table et permettent de déterminer I en fonction de la valeur désirée de H_{ext} . Au cours des expériences de décoration menées ici, $I \sim 0.5$ A et $H_{\text{ext}} \sim 40$ G.

6. Un gaussmètre est un instrument de mesure au fonctionnement basé sur l'effet Hall. Il permet de vérifier l'orientation d'un champ magnétique et d'en déterminer l'amplitude.

Les connexions de la bobine (9) et du filament (10) sont testées en mesurant la résistance aux bornes de ces éléments. Lorsqu'ils sont en état de marche, elle est respectivement de $10\ \Omega$ et $1\ \Omega$.

3.2.4 Pressurisation de l'enceinte

L'enceinte cylindrique où la décoration a lieu est fixée à une longue tige creuse (11) se terminant par un coude à trois sorties. Celles-ci sont connectées respectivement à un capteur de pression (12), à la sortie de la sonde de température (13) et à une double valve (14). Cette dernière sert à l'ajustement grossier et fin de la pression. Elles est connectées à deux autres valves qui isolent le système de la pompe à vide (15) et de la conduite menant à une bouteille d'hélium gazeux (16). Une fois le système fermé, les valves (15) et (16) sont ouvertes pour connecter l'enceinte à la pompe à vide et la pression diminue.

Pour éviter lors du refroidissement la formation de glace à partir de la vapeur d'eau contenue dans l'air, la décoration a lieu sous une atmosphère d'hélium à pression contrôlée. La pompe est isolée du système le temps d'ouvrir légèrement la valve (18) pour injecter de l'hélium dans l'enceinte et le pompage reprend ensuite. Les molécules d'eau condensées sur les parois passent en phase gazeuse grâce aux collisions avec les atomes d'hélium. Ce cycle est répété quelques fois afin de travailler sous l'atmosphère la plus pure possible et jusqu'à atteindre la pression de base, d'environ 10^{-2} mbar. La figure 3.5(a) montre l'évolution de la pression en fonction de temps lors du pompage. Un ajustement exponentiel sur une portion de la courbe donne un temps caractéristique $\tau_p \simeq 130 \pm 5$ s. Enfin, en vue d'accélérer le refroidissement, la pression est augmentée jusqu'à 50 mbar car l'hélium gazeux assure le contact thermique entre l'échantillon et les parois de l'enceinte jouxtant l'hélium liquide.

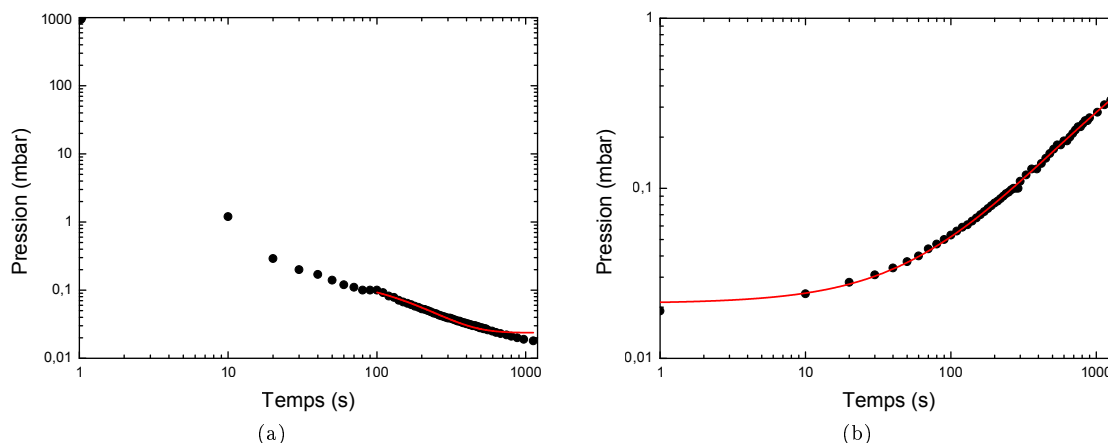


FIGURE 3.5 – Évolution de la pression dans l'enceinte (a) lorsqu'on pompe à partir de la pression atmosphérique et (b) lorsqu'on isole le système de la pompe. Un ajustement exponentiel (en trait plein) donne les temps caractéristiques (a) $\tau_p \simeq 130 \pm 5$ s (entre 100 et 1120 s) et (b) $\tau_d \simeq 2490 \pm 170$ s (sur toute la courbe).

L'évolution de la pression est mesurée lorsque le système a atteint la pression de base et est isolé de la pompe (figure 3.5(b)). Malgré l'absence de fuites, la pression augmente et un ajustement exponentiel donne un temps caractéristique $\tau_d \simeq 2490 \pm 170$ s. Ce comportement trahit la présence de phénomènes de dégazage : des molécules adsorbées (eau, graisse, huiles . . .) par les surfaces sont désorbées et contribuent à l'augmentation de la pression. De plus, la géométrie du système favorise

l'apparition de gradients de pression lors du pompage à travers la tige longue et étroite. Lorsque le pompage cesse, l'équilibrage des pressions a lieu via un flux de gaz dirigé des hautes vers les basses pressions, c'est-à-dire de l'échantillon vers le sommet de la tige. Le capteur enregistre par conséquent une augmentation de la pression.

3.2.5 Refroidissement de l'enceinte

L'échantillon est refroidi en plongeant progressivement l'enceinte dans une cuve de 40 litres d'hélium liquide fermée hermétiquement. Le sommet du récipient est connecté au circuit de récupération (19) qui collecte l'hélium gazeux produit au cours de l'opération. La température est mesurée au moyen d'une sonde placée derrière l'échantillon (18). Son fonctionnement est basé sur la variation de la résistance R d'un film d'oxy-nitride métallique avec la température⁷. R est mesurée avec un multimètre et la température est déterminée via une table reprenant les valeurs de $R(T)$.

Le refroidissement amène l'échantillon à la température de l'hélium liquide, c'est-à-dire 4.2 K. La résistance mesurée est alors de 2920 Ω . Il est nécessaire d'attendre quelques minutes que la température du supraconducteur se stabilise, car la sonde n'est pas située au même endroit que l'échantillon et la présence de gradients de température est possible. En vue d'effectuer la décoration, la pression d'hélium doit être d'environ 5×10^{-1} mbar. Suite au refroidissement et à la baisse de pression en résultant, elle est ajustée en pompant lentement l'excès de gaz ou en injectant la quantité nécessaire suivant le procédé décrit à la section précédente.

3.2.6 Décoration de l'échantillon

Lorsque la température est stabilisée autour de 4.2 K et que la pression a atteint la valeur souhaitée, la décoration à proprement parler est prête à débiter. L'intensité du courant injecté dans le filament est augmentée à un taux constant au moyen d'une source de courant alternatif⁸ et le filament s'échauffe par effet Joule. Parallèlement, la vanne isolant la pompe est ouverte au fur et à mesure pour maintenir la pression constante, puisque l'énergie dissipée par le filament réchauffe le gaz et accroît par conséquent la pression. Si le courant augmente trop rapidement, le filament se casse avant que la vaporisation du fer n'ait eu le temps de se produire. Une variation trop lente du courant est également néfaste, car elle mène à une augmentation marquée de la température de l'échantillon et à l'apparition de gradients. Lorsque le centre du filament est suffisamment chaud, les atomes de fer présents au niveau de l'encoche s'évaporent progressivement. La fin de la décoration se remarque par la chute brutale de la tension aux bornes du filament, signifiant qu'il est cassé. Ceci arrive généralement pour des courants de l'ordre de 1 A. De plus, la pression diminue rapidement à ce moment, puisque l'échauffement du gaz s'interrompt et qu'il n'y a plus de contrepartie au pompage de l'hélium. Au cours de la décoration, la température de l'échantillon s'élève d'environ 0.5 K [27].

Enfin, le système est isolé de la pompe et retiré lentement de la cuve d'hélium liquide. Il faut attendre que le dispositif soit revenu à la température ambiante avant d'ouvrir l'enceinte pour éviter la condensation sur la surface de l'échantillon. Si la vaporisation du fer a eu lieu, des traces noires sont visibles sur les parois de la cavité lorsque l'échantillon est retiré. Par la suite, le matériau est installé dans le SEM afin de vérifier le bon déroulement de la décoration.

7. Il s'agit d'une sonde Cernox CX-50 fabriquée par Lake Shore Cryotronics.

8. Expérimentalement, les résultats obtenus sont meilleurs avec un courant alternatif plutôt que continu.

3.3 Principes physiques de la décoration magnétique

À présent, les principaux phénomènes physiques qui conditionnent le déroulement de la décoration de Bitter sont exposés, de la vaporisation du fer à la formation et au transport des particules magnétiques sur la surface du supraconducteur.

3.3.1 Évaporation du fer

Le volume des trois spires de fer enfilées sur le filament de tungstène est estimé en considérant que le fil de fer forme trois anneaux de rayon moyen d autour du fil central de tungstène. La longueur L du fil de fer est d'environ $3 \times 2\pi d \simeq 2$ mm. Ainsi, le volume V de l'amas de fer est $V \simeq \pi(d/2)^2 L \simeq 5 \times 10^{-3}$ mm³. Si tout le fer est vaporisé, le nombre de particules magnétiques formées⁹ est compris entre 10^9 et 10^{12} .

Le filament est en tungstène car ce matériau fond à une température de 3695 K nettement plus élevée que le fer, qui se liquéfie à 1811 K à pression atmosphérique¹⁰. En principe, le fer s'évapore donc bien avant la rupture du filament. Lorsqu'un courant alternatif sinusoïdal I traverse le filament, assimilé à une résistance R , l'énergie électrique est convertie en chaleur par effet Joule et la puissance P dissipée suit la loi $P = RI^2/2$. Lors de la décoration, I augmente au cours du temps. En supposant que $I \sim 0.5$ A en moyenne et $R \sim 1$ Ω , P vaut environ 0.25 W et il est possible d'estimer le temps nécessaire à la vaporisation du fer. Sachant que la masse volumique du fer est $\rho = 7874$ kg/m³, la masse m de l'amas de fer vaut $m = \rho V \simeq 4 \times 10^{-8}$ kg.

Par hypothèse, toute l'énergie est dissipée dans le fer et sa chaleur spécifique $c_v \simeq 444$ J/kg.K ne dépend pas de la température. La chaleur latente du fer est $L = 6265$ kJ/kg et son énergie de fusion est $E_{\text{fus}} = 247$ kJ/kg. Ainsi, l'énergie E nécessaire à la vaporisation de l'amas de fer est donnée par $E \sim m(c_v \Delta T + E_{\text{fus}} + L) \sim 3 \times 10^{-1}$ J. Le temps t nécessaire pour y parvenir est

$$t \sim \frac{E}{P} \sim 1 \text{ s.} \quad (3.1)$$

Cette estimation est du même ordre de grandeur que les durées de quelques secondes observées en pratique.

3.3.2 Libre parcours moyen des atomes de fer

Sous forme gazeuse, les atomes de fer sont thermalisés par les collisions entre eux et avec les atomes d'hélium. La pression totale p dans l'enceinte¹¹ est en bonne approximation décrite par la loi des gaz parfaits $p = nk_{\text{B}}T$, où n est le nombre de particules par unité de volume, k_{B} est la constante de Boltzmann et T est la température du gaz. Dans les conditions expérimentales présentes, $p \sim 50$ Pa et $T \sim 4.2$ K, donc n vaut environ 8.6×10^{23} particules/m³.

Le libre parcours moyen l est par définition la distance moyenne parcourue par un atome entre deux collisions. Il s'écrit [28]

$$l = \frac{1}{n\sigma}, \quad (3.2)$$

où σ est la section efficace de diffusion d'une particule. Les atomes d'hélium et de fer sont traités comme des particules sphériques de rayon $r \simeq 10^{-10}$ m et le calcul de σ donne $\sigma \simeq \pi(2r)^2 \sim$

9. On suppose que toutes les particules sont sphériques et de rayon compris entre 5 et 100 nm.

10. La température de fusion pour $p \sim 5 \times 10^{-1}$ mbar se calcule à l'aide de la relation de Clausius-Clapeyron. Pour le développement présenté ici, elle est fixée à sa valeur à pression atmosphérique.

11. p est la somme des pressions partielles de fer et d'hélium.

$7.85 \times 10^{-21} \text{ m}^2$. Par conséquent, le libre parcours moyen l des atomes de fer est d'environ $150 \mu\text{m}$ pour les pressions auxquelles la décoration se déroule habituellement.

3.3.3 Taille des particules

Lorsque des atomes de fer interagissent par le biais de collisions, ils forment des agrégats de forme approximativement sphérique. Leur taille dépend du libre parcours moyen des particules et donc de la pression d'hélium au sein de l'enceinte. Ainsi, les collisions entre atomes sont plus fréquentes et les agrégats sont plus gros si la pression est élevée. Cependant, des particules de fer de taille trop grande nuisent à l'expérience pour deux raisons. D'une part, si le diamètre des particules de fer dépasse une valeur critique comprise entre 21 et 40 nm pour les particules de fer [29, 30], la formation de domaines magnétiques réduit le moment magnétique total de l'agrégat. Cependant, ce phénomène n'est en principe pas rencontré au cours de nos expériences, car la pression nécessaire pour atteindre le diamètre critique est d'environ 4 mbar, soit 10 fois plus que celle régnant dans l'enceinte du décorateur [31]. D'autre part, des particules volumineuses diminuent la résolution spatiale en augmentant l'incertitude sur le positionnement des vortex lors de l'observation de la surface. Lorsque la longueur de pénétration est petite ou que le champ magnétique est intense, la distinction entre vortex voisins n'est plus possible et le fer forme une mince couche uniforme sur la surface. Le diamètre moyen des particules produites au cours de la décoration pour les pressions auxquelles elle a lieu ici est estimé à 5 nm par Fasano [27] et à 30 nm par Letellier [26].

Parmi les éléments ferromagnétiques, le fer est le meilleur candidat pour la formation de particules magnétiques en raison de son moment magnétique par atome élevé de $2.2\mu_B$, où μ_B est le magnéton de Bohr. Pour des particules de 30 nm de diamètre, le moment magnétique par atome est de l'ordre de μ_B [31].

3.3.4 Interactions entre les particules et le champ magnétique

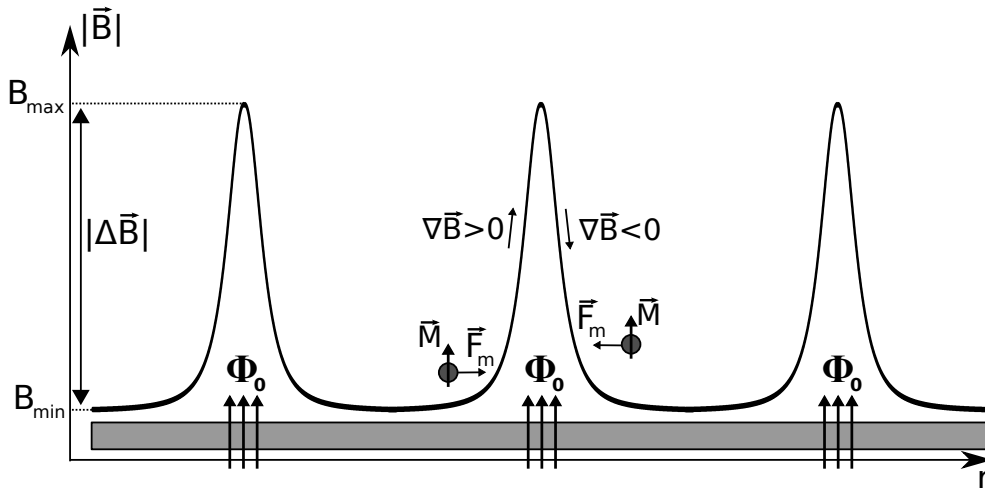


FIGURE 3.6 – Profil du champ magnétique \vec{B} à la surface du supraconducteur. La force \vec{F}_m exercée sur les particules de moment magnétique \vec{M} est dirigée vers les maxima locaux B_{\max} du champ magnétique, là où sont situés les vortex (porteur d'un quantum de flux Φ_0). \vec{F}_m est d'autant plus grande que la différence $|\Delta\vec{B}|$ entre B_{\max} et le champ magnétique minimal B_{\min} est marquée.

À proximité de la surface d'un supraconducteur plongé dans un champ magnétique \vec{H}_{ext} , le

champ magnétique $\vec{B}(\vec{r})$ est inhomogène. En effet, \vec{H}_{ext} ne pénètre que partiellement dans le matériau, sous la forme de vortex. Le profil de $\vec{B}(\vec{r})$ pour les vortex isolés est donné à la section 1.5.1 en général et à la section 1.6 dans le cas des films minces. Une particule de fer de moment magnétique total \vec{M} située en \vec{r} est soumise à une force

$$\vec{F}_m(\vec{r}) = \mu_0 \nabla \left(\vec{M} \cdot \vec{B}(\vec{r}) \right). \quad (3.3)$$

Suite aux collisions, les moments magnétiques tendent à s'aligner rapidement dans la direction de $B(\vec{r})$ afin de minimiser leur énergie potentielle $E_m = -\mu_0 \vec{M} \cdot \vec{B}$. L'équation (3.3) devient alors

$$\vec{F}_m(\vec{r}) \simeq \mu_0 |\vec{M}| |\nabla |\vec{B}(\vec{r})|. \quad (3.4)$$

Les particules magnétiques subissent une force radiale qui s'exerce dans le sens du champ magnétique croissant (voir figure 3.6). Elles sont attirées vers les endroits où $|\vec{B}(\vec{r})|$ est maximal, c'est-à-dire au cœur des vortex, où elles se déposent sur la surface. Cependant, pour que les particules se comportent effectivement ainsi, il faut que leur énergie cinétique soit inférieure au gain d'énergie potentielle dû à la modulation du champ magnétique. Cette condition s'écrit

$$|\vec{M}| |\Delta \vec{B}| \gtrsim \frac{m \vec{v}^2}{2}, \quad (3.5)$$

où m est la masse de la particule, \vec{v} est sa vitesse et $|\Delta \vec{B}| = B_{\text{max}} - B_{\text{min}}$ est la différence entre les valeurs maximale et minimale de $|\vec{B}(\vec{r})|$. Ainsi, lorsque $|\Delta \vec{B}|$ diminue, l'influence du profil du champ magnétique sur les déplacements des particules est affaiblie. Cette relation impose une limite sur H_{ext} dans lequel est plongé l'échantillon. En effet, la croissance de la densité de vortex avec H_{ext} réduit la distance $a(H_{\text{ext}})$ entre les vortex, donnée par la relation (1.43). La valeur de B_{max} est estimée¹² à partir de la relation (1.38) :

$$B_{\text{max}} \sim \frac{2H_{c1}}{\mu_0}. \quad (3.6)$$

La superposition des champs des vortex voisins augmente lorsque a diminue et B_{min} évolue de la façon suivante [27] :

$$B_{\text{min}} \sim \frac{4H_{c1}}{\mu_0} e^{-\frac{a}{2\lambda}}. \quad (3.7)$$

Contrairement à B_{max} , B_{min} dépend de H_{ext} . $|\Delta \vec{B}|$ s'annule pour $a \simeq 3/2\lambda$, et $\vec{F}_m(\vec{r})$ est négligeable dans ce cas. La limite supérieure de H_{ext} est alors atteinte et est de l'ordre de 100 G pour $\lambda \sim 50$ nm. En pratique, l'intensité maximale de H_{ext} est inférieure à cette valeur et dépend de la condition sur $|\Delta \vec{B}|$ imposée par la relation (3.5).

3.3.5 Transport des particules

Outre l'interaction magnétique décrite à la section précédente, deux mécanismes interviennent dans le transport des particules. D'une part, le gaz est en mouvement à une vitesse moyenne v_{moy} à cause de la convection thermique due au chauffage du filament. D'autre part, les champs de force tels que la pesanteur communiquent à la particule une vitesse de diffusion v_{dif} au sein d'un filet de particules en déplacement. La vitesse totale v d'une particule s'écrit donc $v = v_{\text{moy}} = v_{\text{dif}}$.

12. $\ln \kappa \sim 1$

En tenant compte de la nature turbulente de la convection, v_{moy} est estimée à 15 m/s dans un décorateur similaire à celui utilisé ici [26]. De plus, la théorie cinétique des gaz et les lois de diffusion donnent $v_{\text{dif}} \lesssim 10^{-2}$ m/s. Le phénomène de transport dominant est donc la convection thermique.

Cependant, l'existence d'une couche limite rend l'écoulement laminaire à proximité de la surface et réduit considérablement la vitesse des particules. v reste proportionnelle à v_{moy} et est de l'ordre de 0.6 m/s. Néanmoins, la largeur de la distribution des vitesses de convection autour de v_{moy} entraîne la transgression de l'équation (3.5) localement. De plus, le régime turbulent est à l'origine d'inhomogénéités dans le nombre de particules qui atteignent les différentes portions de la surface. Par conséquent, les vortex sont parfois impossibles à résoudre, parce qu'une mince couche de fer est déposée sur la surface s'il y a trop de particules, ou dans la situation contraire, parce que les agrégats de fer sont trop petits pour être discernés.

3.3.6 Interaction de van der Waals

Les particules magnétiques restent fixées à la surface du matériau grâce aux interactions de van der Waals¹³, même lorsque l'échantillon est retiré de l'enceinte. L'énergie d'interaction de van der Waals E_{vdw} pour deux sphères lisses de rayons R_1 et R_2 séparées d'une distance r est [32]

$$E_{\text{vdw}}(r, R_1, R_2) = -\frac{A}{6} \left[\frac{2R_1R_2}{z^2 - (R_1 + R_2)^2} + \frac{2R_1R_2}{z^2 - (R_1 - R_2)^2} + \ln \left(\frac{z^2 - (R_1 + R_2)^2}{z^2 - (R_1 - R_2)^2} \right) \right], \quad (3.8)$$

où $z = R_1 + R_2 + r$ et A est le coefficient de Hamaker¹⁴. Lorsque la particule est proche de la surface, $r \ll R_1, R_2$ et l'expression (3.8) devient

$$E_{\text{vdw}}(r, R_1, R_2) = -\frac{AR_1R_2}{6(R_1 + R_2)r}. \quad (3.9)$$

La force de van der Waals F_{vdw} est calculée à partir de E_{vdw} via la relation suivante :

$$F_{\text{vdw}}(r, R_1, R_2) = -\frac{d}{dr} E_{\text{vdw}} = -\frac{AR_1R_2}{6(R_1 + R_2)r^2}. \quad (3.10)$$

Dans la situation considérée ici et représentée à la figure 3.7, le rayon R_1 de la particule est d'environ 15 nm et est beaucoup plus petit que R_2 , l'épaisseur de l'échantillon. L'expression de F_{vdw} se réduit alors à

$$F_{\text{vdw}}(r, R_1) = -\frac{AR_1}{6r^2} \sim -10^{-9} \text{ N} \quad (3.11)$$

pour $r \sim 0.1 \text{ nm}$ ¹⁵. Le signe négatif traduit l'attractivité de la force. La force de pesanteur F_g qui s'exerce sur la particule s'écrit

$$F_g = \rho V g = \rho \frac{4\pi R_1^3}{3} g \sim 10^{-19} \text{ N}. \quad (3.12)$$

La force de van der Waals est environ 10^{10} fois plus grande que la force de gravité à proximité de la surface du supraconducteur. Elle suffit donc à maintenir les particules magnétiques en place après la décoration. À titre de comparaison, lors de l'étude de la surface d'un matériau avec un AFM (voir section 2.4) en mode non contact, les forces attractives entre la pointe du microscope

13. à condition que la surface soit suffisamment propre

14. Le coefficient de Hamaker dépend des matériaux en présence, mais est de l'ordre de $\pm 10^{-19} - 10^{-20}$ J [33].

15. On considère habituellement qu'il s'agit de la séparation entre deux corps en contact.

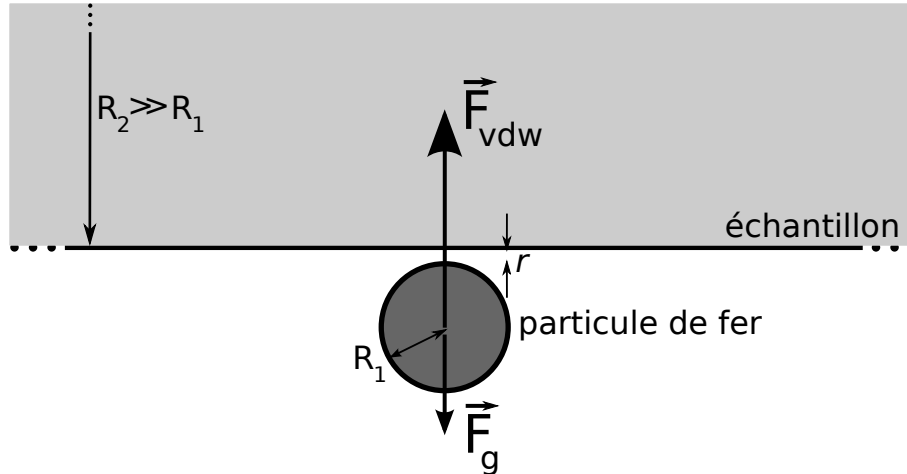


FIGURE 3.7 – Interactions à courte portée entre une particule de fer et la surface de l'échantillon supraconducteur. La force de van der Waals est supérieure de plusieurs ordres de grandeur à la gravité lorsque la séparation r est petite et fixe les particules à la surface.

et la surface sont de l'ordre de 10^{-12} N. En revanche, les forces sont répulsives et de l'ordre de 10^{-9} N en mode contact. Vu la valeur de F_{vdw} , il est envisageable de prendre des images de la surface de l'échantillon décoré sans déplacer les particules magnétiques à l'aide de l'AFM en mode non contact. Cependant, seul le SEM décrit à la section 2.3 est utilisé ici dans ce but.

3.4 Images de la surface et analyse des résultats

Dans cette section, les images des réseaux de vortex obtenues avec le SEM sont présentées et analysées pour deux matériaux : le disélniure de niobium et le plomb. Le traitement des images et le repérage de la position des particules magnétiques sur la surface est réalisé à l'aide du logiciel ImageJ. Le champ magnétique H_{ext} appliqué pour toutes les expériences de décoration menées dans le cadre de ce travail est de 40 G.

3.4.1 Disélniure de niobium

Le disélniure de niobium ($NbSe_2$) est un supraconducteur conventionnel de type II caractérisé par $T_c = 7.2$ K, $\lambda(0) = 265$ nm et $\xi(0) = 7.8$ nm [34]. Le calcul de κ via la relation (1.30) donne $\kappa \simeq 34 \gg 1/\sqrt{2}$ et les vortex sont donc présents dans le matériau. $\lambda(4.2\text{K})$ est déterminée à l'aide de la relation (1.25) et vaut 410 nm.

L'échantillon de $NbSe_2$ est un cristal se présentant sous la forme d'une feuille d'une dizaine de mm^2 . Un morceau de ruban adhésif est collé sur la surface puis retiré précautionneusement pour enlever quelques couches atomiques. Le processus est répété jusqu'à l'obtention d'une surface parfaitement plane et propre. Ainsi, le $NbSe_2$ présente l'avantage d'être réutilisable, car il suffit d'enlever quelques couches du substrat après la décoration pour retrouver un échantillon prêt à l'emploi. Le $NbSe_2$ est un matériau idéal pour tester le dispositif de décoration, car λ y est relativement grande et l'interaction répulsive entre vortex par recouvrement est renforcée¹⁶. Ceci augmente la stabilité du réseau triangulaire en le rendant moins sensible aux fluctuations locales de la température, de l'homogénéité du matériau . . . De plus, puisque λ est liée à la décroissance

16. Le rapport a/λ est d'environ 1.9 pour le $NbSe_2$.

spatiale du champ magnétique des vortex, les particules ressentent la force due au gradient du champ à des distances élevées. La probabilité qu'elles soient attirées au centre d'un vortex est donc accrue.

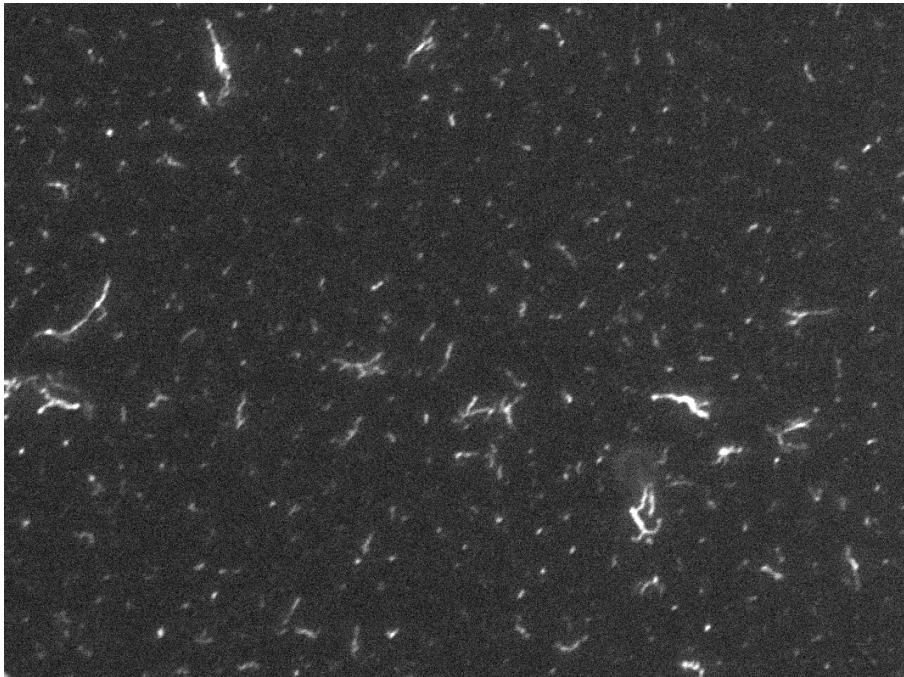
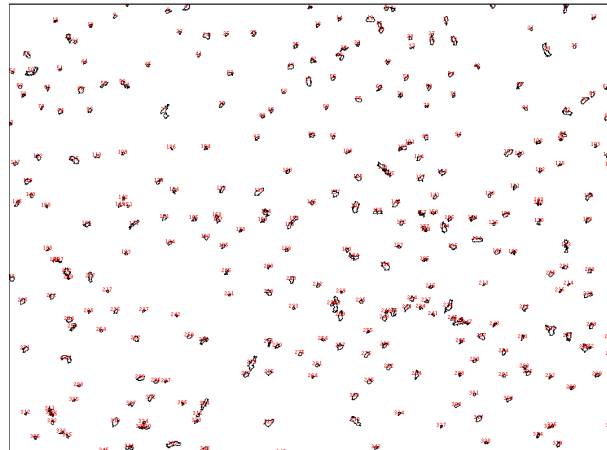


FIGURE 3.8 – Portion de la surface du NbSe_2 observée avec le SEM après la décoration de Bitter. Le format de l'image est $13.25 \mu\text{m} \times 17.85 \mu\text{m}$. Les électrons du SEM sont accélérés par une tension de 10 kV et le grossissement est de $6000\times$. Les particules de fer (points blancs) sont positionnées à l'emplacement des vortex.

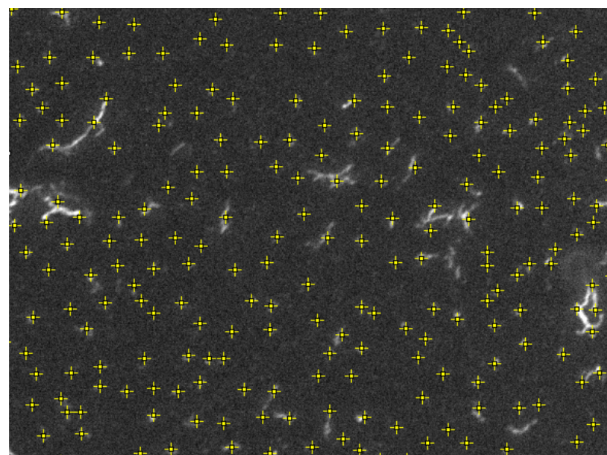
La décoration de la surface du NbSe_2 donnant les meilleurs résultats fournit l'image reprise à la figure 3.8. La pression dans l'enceinte avant l'évaporation des particules est de 5.5×10^{-1} mbar et augmente jusqu'à 6.2×10^{-1} mbar suite à la dissipation du filament. L'image de la surface met en évidence de nombreuses particules magnétiques. À cause des fluctuations de la pression et des variations locales de la température, les particules ont des tailles et des formes qui diffèrent énormément, comme en attestent notamment les traînées de fer présentes sur la surface. À cause de ces effets, le réseau triangulaire de vortex est déformé par endroits, mais il reste cependant visible dans certaines régions de l'image.

Dans la suite du texte, nous allons étudier l'ordre dans le réseau en mesurant les distances séparant les particules. Pour cela, il est nécessaire de supposer que chacune d'entre elles indique la position d'un vortex. ImageJ offre deux possibilités pour repérer les particules sur la surface : le repérage automatique ou manuel. Ces deux méthodes sont utilisées et les résultats qu'elles fournissent sont ensuite comparés.

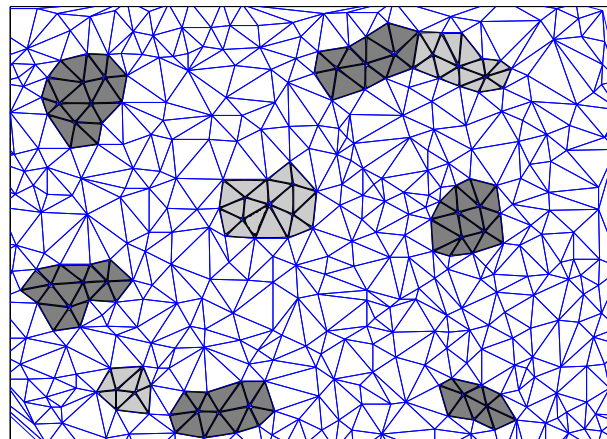
La méthode de repérage automatique nécessite au préalable de traiter l'image (définition d'un seuil pour les niveaux de gris et conversion en image binaire). Le logiciel cherche ensuite les zones de l'image qui vérifient les critères définis par l'utilisateur. Ici, le principal paramètre à ajuster est la surface à détecter. Elle est comprise entre 0.003 et $0.039 \mu\text{m}^2$. La figure 3.9 (a) indique le contour des 312 particules détectées par ImageJ selon ce critère. Le logiciel fournit aussi les coordonnées (x, y) de leur centre de masse et l'aire qu'elles occupent. En supposant que les particules sont des sphères de rayon R , l'aire A qu'elles recouvrent est liée à R par la relation $R = \sqrt{A/\pi}$. Le rayon



(a) Repérage automatique



(b) Repérage manuel



(c) Triangulation de Delaunay

FIGURE 3.9 – Position des particules magnétiques sur la surface du NbSe_2 déterminée à l'aide du logiciel ImageJ pour le repérage (a) automatique et (b) manuel. (c) Triangulation de Delaunay appliquée aux coordonnées des particules repérées sur l'image (b). Certaines zones où le réseau hexagonal centré est préservé sont indiquées en gris foncé; des régions où les défauts transforment localement le réseau et où les symétries d'ordre 5 ou 7 dominent sont en gris clair.

moyen, le rayon médian et le rayon le plus probable sont respectivement de 58 nm, 50 nm et 36 nm. Ces valeurs sont supérieures à celles prédites par la théorie, mais du même ordre de grandeur (voir section 3.3.3).

La méthode de repérage manuel présente l'avantage d'éviter le traitement de l'image et la détermination des paramètres optimaux pour le repérage des particules. Elle s'avère en revanche fastidieuse, car il faut sélectionner une à une les positions de chaque particule. De plus, elle ne donne pas accès aux informations sur la taille des particules, puisque le repérage fixe uniquement les coordonnées du centre de masse. La figure 3.9 (b) indique d'une croix la position des 412 particules repérées par la méthode manuelle. Ce nombre est plus élevé que pour le repérage automatique, car il est possible de distinguer visuellement des particules de taille inférieure à celle qu'ImageJ est capable de traiter seul.

Ensuite, la méthode de la triangulation de Delaunay¹⁷ est appliquée à partir des coordonnées fournies par le logiciel. Elle requiert de tracer des triangles ayant des particules pour sommet. Si le cercle circonscrit à un triangle donné ne contient pas d'autres sommets, alors le triangle est qualifié de vide. La triangulation de Delaunay correspond par définition au pavage du plan par des triangles vides et elle met en évidence les premiers voisins dans le réseau. Dans un réseau triangulaire parfait, chaque particule est au centre d'un hexagone régulier. La triangulation souligne ainsi les déformations du réseau aux endroits où les hexagones sont distordus. De plus, en présence de défauts dans la structure, le nombre de premiers voisins est différent de 6 et d'autres polygones apparaissent : des pentagones, des heptagones . . . Ces formes apparaissent notamment parce que certains vortex présents dans la structure ne sont pas repérés par une particule. Ces différentes situations sont indiquées par des zones gris clair dans la figure 3.9 (c). Celle-ci représente le résultat de la triangulation de Delaunay calculé sur base du repérage manuel des particules. Malgré tout, le réseau hexagonal est clairement visible dans certaines portions de l'image, indiquées en gris foncé.

En remplaçant H par 4×10^{-3} T dans l'expression (1.43), le paramètre de maille $a = 0.773 \mu\text{m}$ est calculé pour un réseau triangulaire. Il s'agit également de la distance entre vortex premiers voisins. À partir de a , les distances par rapport aux voisins d'ordre supérieur sont déterminées. Elles sont répertoriées dans la table 3.1 et comparées aux valeurs pour un réseau carré. La figure 3.11 montre une portion du réseau et met en évidence les voisins d'ordre 1 à 5.

Nous allons à présent caractériser l'ordre de la structure en calculant la distance r_{12} qui sépare chaque paire de particules de coordonnées (x_1, y_1) et (x_2, y_2) dans toute l'image. Celle-ci s'écrit $r_{12} = \sqrt{(x_2 - x_1)^2 + (y_2 - y_1)^2}$. À partir de ces valeurs, la distribution des distances entre particules est extraite en regroupant les distances r_{12} en k intervalles de largeur Δd centrés en r_k . Ainsi, tout r_{12} compris entre $r_k - \Delta d/2$ et $r_k + \Delta d/2$ sera assimilé à la valeur r_k . Les graphes résultant de ces calculs pour des intervalles de largeur Δd égale à 0.02, 0.05 et 0.10 μm se trouvent à la figure 3.10. Le nombre de paires de particules $N_p(r_k)$ est proportionnel à la probabilité de trouver une particule dans un anneau de rayon intérieur $r_k - \Delta d/2$ et de rayon extérieur $r_k + \Delta d/2$, centré sur une particule quelconque de l'image. Les courbes de la figure 3.10 présentent une tendance croissante, puisque la superficie $S = 2\pi r_k \Delta d$ de l'anneau augmente avec r_k . Sur base de celles-ci, il apparaît que Δd est un paramètre déterminant en vue de l'obtention d'une bonne résolution. En effet, sur la figure 3.10 (a) ($\Delta d = 0.02 \mu\text{m}$), le bruit est prépondérant et masque les pics dans la réponse. À l'opposé, sur la figure 3.10 (c) ($\Delta d = 0.10 \mu\text{m}$), de l'information sur les pics secondaires est perdue et la résolution diminue. La figure 3.10 (b) ($\Delta d = 0.05 \mu\text{m}$) semble constituer le meilleur compromis entre ces deux situations et permet de garder une bonne résolution tout en maintenant

17. inventée en 1934 par le mathématicien du même nom

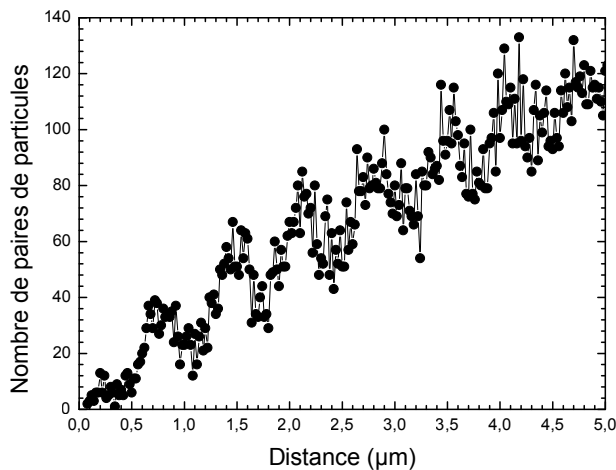
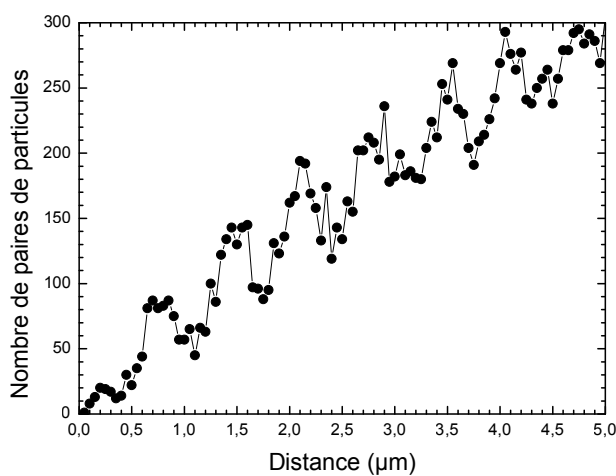
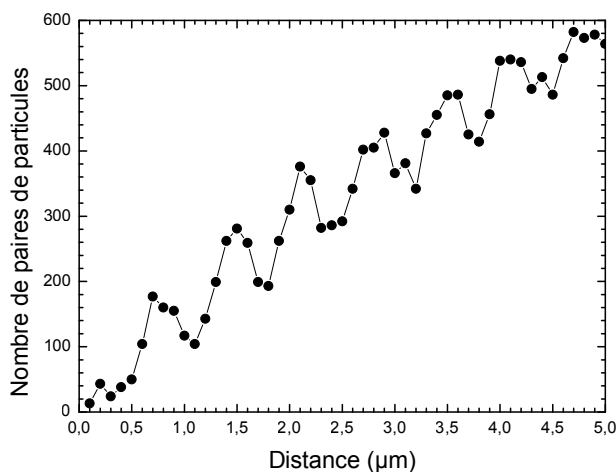
(a) $\Delta d = 0.02 \mu\text{m}$: bruit prépondérant.(b) $\Delta d = 0.05 \mu\text{m}$: optimum entre résolution et bruit.(c) $\Delta d = 0.10 \mu\text{m}$: perte de résolution.

FIGURE 3.10 – Distributions des distances entre particules obtenues par le repérage automatique pour des intervalles de largeur $\Delta d =$ (a) 0.02, (b) 0.05 et (c) 0.10 μm . L'axe des abscisses reprend les valeurs de r_k , tandis que les valeurs en ordonnée correspondent au nombre de paires de particules magnétiques séparées d'une distance comprise entre $r_k - \Delta d/2$ et $r_k + \Delta d/2$.

Ordre	Réseau triangulaire			Réseau carré		
	Nombre	Distance	$g(r)/g(a)$	Nombre	Distance	$g(r)/g(a)$
1	6	$0.773 \mu\text{m}$	1	4	$0.773 \mu\text{m}$	1
2	6	$1.339 \mu\text{m}$	0.577	4	$1.093 \mu\text{m}$	0.707
3	6	$1.546 \mu\text{m}$	0.5	4	$1.546 \mu\text{m}$	0.5
4	12	$2.090 \mu\text{m}$	0.740	8	$1.728 \mu\text{m}$	0.895
5	6	$2.319 \mu\text{m}$	0.333	4	$2.186 \mu\text{m}$	0.354
6	6	$2.678 \mu\text{m}$	0.289	4	$2.319 \mu\text{m}$	0.333
7	12	$2.787 \mu\text{m}$	0.555	8	$2.444 \mu\text{m}$	0.633
8	6	$3.092 \mu\text{m}$	0.25	8	$2.787 \mu\text{m}$	0.555
9	12	$3.370 \mu\text{m}$	0.459	4	$3.092 \mu\text{m}$	0.25
10	12	$3.542 \mu\text{m}$	0.436	8	$3.187 \mu\text{m}$	0.485

TABLE 3.1 – Dix premières distances caractéristiques théoriques entre un vortex et ses voisins pour des réseaux triangulaire et carré. Le nombre de voisins pour chaque ordre ainsi que l'intensité du pic correspondant dans la fonction de corrélation de paires $g(r)$ sont également indiqués. Les intensités sont normalisées par $g(a)$, l'intensité du pic des premiers voisins.

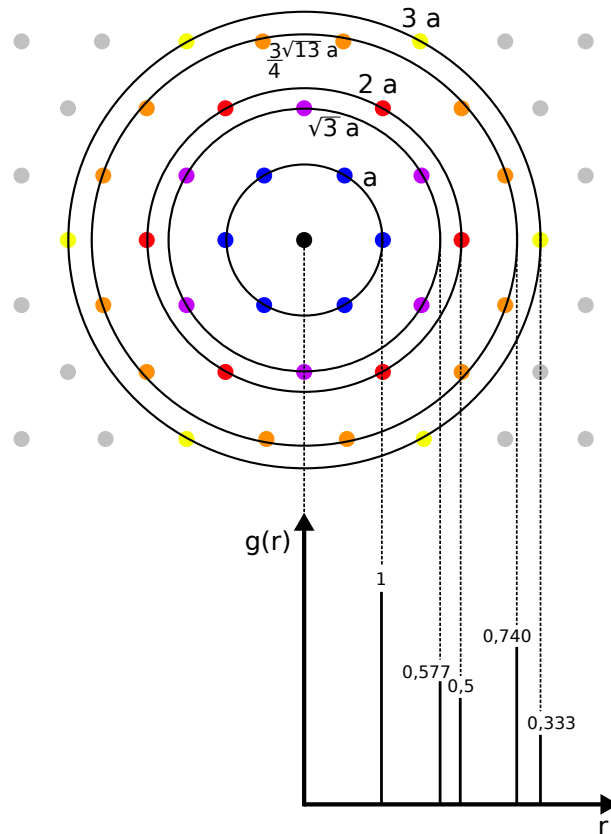


FIGURE 3.11 – Schéma représentant la position des voisins d'ordre 1 à 5 dans un réseau triangulaire parfait de vortex. Le lien entre les distances r et la fonction de corrélation de paires $g(r)$ est illustré et l'intensité relative des pics est indiquée. Elle est proportionnelle à $1/r$ et au nombre de voisins.

le bruit à un niveau qui n'interfère pas avec les pics significatifs.

Afin de supprimer l'effet de la superficie des anneaux, la distribution des distances $N_p(r_k)$ est divisée par S . Le résultat est normalisé par la densité de particules $\rho(r_k)$ d'un gaz parfait, où le désordre est maximal. Elle est déterminée graphiquement sur base d'une simulation réalisée pour un nombre similaire de particules distribuées aléatoirement sur la surface de l'image (voir figure

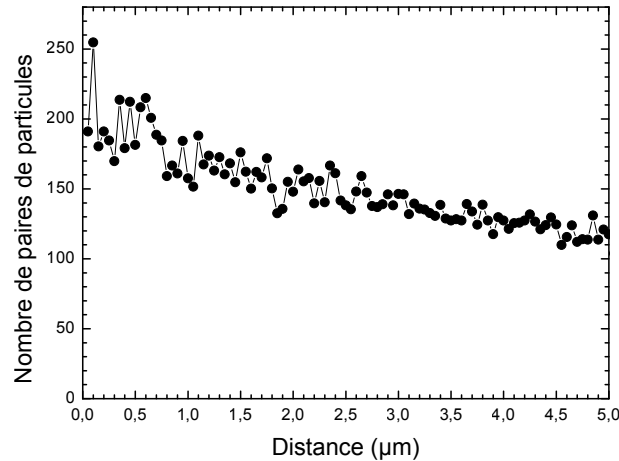


FIGURE 3.12 – Simulation numérique de la distribution des particules en fonction de la distance dans un gaz parfait. 400 particules sont distribuées aléatoirement sur la surface de l’image, de mêmes dimensions que celle obtenue par l’expérience. La décroissance lorsque la distance augmente est due à l’influence des bords de l’image.

3.12). $\rho(r_k)$ n’est pas constante, car elle tient compte de la décroissance due à l’influence des bords de l’image¹⁸. Ces opérations mènent à la définition de la fonction de corrélation de paires

$$g(r_k) = \frac{N_p(r_k)}{\rho S}, \quad (3.13)$$

aussi appelée fonction de distribution radiale. Elle est représentée à la figure 3.13 pour les deux types de repérages. Cette fonction représente la densité de particules situées à une distance r_k d’une particule de référence (par rapport à un gaz parfait). Elle donne des indications sur l’ordre de la structure. Pour un gaz parfait, $g(r_k)$ vaut 1. Dans le cas d’un réseau triangulaire parfait, $g(r_k)$ est non nulle uniquement pour certaines valeurs de r_k correspondant aux distances des voisins des différents ordres. Le graphe résultant, représenté à la figure 3.11, est constitué d’une série de pics dont l’intensité dépend de la distance r_k et du nombre de voisins. Les intensités relatives des pics sont listées à la table 3.1 pour les réseaux triangulaire et carré.

Pour cette situation intermédiaire, les pics et les creux correspondent aux distances auxquelles la densité de particules est respectivement supérieure ou inférieure à celle du gaz parfait. Les variations observées autour de $g(r_k) = 1$ sont par conséquent dues à l’agencement partiellement ordonné des particules. Elles traduisent dès lors la présence d’une structure possédant un certain degré d’ordre à courte portée, sur une distance d’environ $5 \mu\text{m}$. Au-delà, les variations ne sont plus visibles et le désordre domine. Les graphes de la figure 3.13 montrent que les vortex mis en évidence par la décoration de Bitter s’organisent selon un réseau périodique triangulaire. En effet, la position des pics de $g(r_k)$ correspond remarquablement aux distances de la table 3.1 pour un réseau triangulaire. La courbe calculée sur base du repérage manuel est exempte du pic parasite à courte distance. Celui-ci est dû au repérage automatique du logiciel, qui ne discrimine pas les particules trop proches les unes des autres, au contraire du repérage manuel. En revanche, la sélection manuelle engendre une erreur plus élevée sur les positions, comme en atteste la largeur à mi-hauteur du pic de $g(r_k)$ attribué aux voisins d’ordre 1. Elle est de $0.50 \mu\text{m}$ avec le repérage manuel contre $0.40 \mu\text{m}$ avec le repérage automatique. En effet, l’erreur typique de positionnement commise par l’utilisateur

¹⁸. En effet, lorsque la distance r_k augmente, la densité baisse car de plus en plus de particules sont localisées en dehors de l’image.

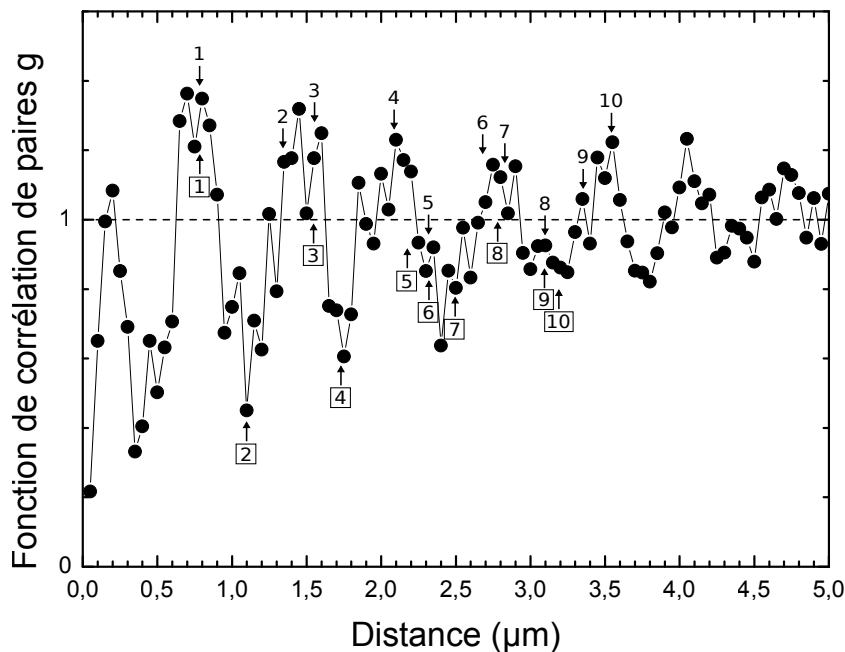
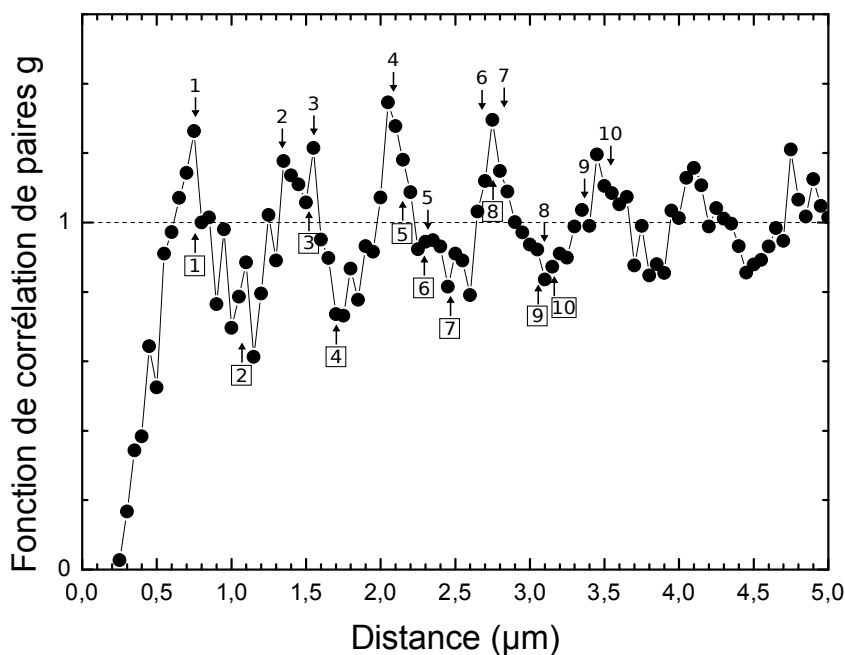
(a) $g(r)$ obtenue par le repérage automatique.(b) $g(r)$ obtenue par le repérage manuel.

FIGURE 3.13 – Fonctions de corrélation de paires $g(r)$ calculées pour le NbSe_2 avec les repérages (a) automatique et (b) manuel. Les flèches numérotées indiquent la position des pics théoriques associés aux voisins de chaque ordre dans le cas de réseaux triangulaire (nombres seuls) et carré (nombres encadrés). Dans les deux cas, les courbes confirment la tendance des vortex à former des structures ordonnées et elles comportent la signature distinctive d'un réseau triangulaire.

est d'environ $0.05 \mu\text{m}$ et explique donc l'augmentation de l'élargissement du premier pic. Parmi les causes d'élargissement communes aux deux méthodes, les fluctuations locales de la pression ont une influence considérable. Elles sont notamment responsables des variations de la taille et de la forme

des particules. En outre, si la température n'est pas uniforme lors du refroidissement, le réseau de vortex se fige à des instants différents en fonction de l'endroit et des déformations apparaissent.

L'élargissement est responsable de la disparition de l'ordre à grande distance et rend impossible la résolution des pics d'intensités les plus faibles. Par exemple, les pics correspondant aux 6 voisins d'ordre 5 et 8 sont indiscernables, car ils sont masqués par le recouvrement des pics avoisinants, plus intenses. En outre, la valeur des minima locaux de $g(r_k)$ est rehaussée par la superposition des pics adjacents.

Les résultats obtenus avec les deux méthodes de repérage sont similaires et en très bon accord avec la théorie. Ils confirment la tendance des vortex à former des réseaux triangulaires. La position des pics principaux est indépendante du type de repérage. Dans la section suivante, l'analyse menée pour le NbSe₂ est reproduite pour un film mince de plomb, dans l'optique d'y caractériser l'ancrage intrinsèque aléatoire.

3.4.2 Plomb

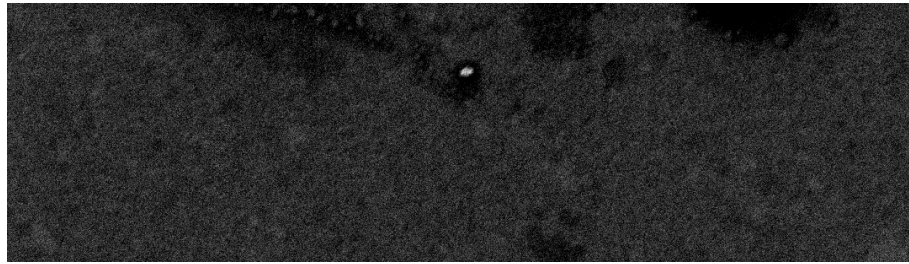
Le plomb est un supraconducteur conventionnel de type I caractérisé par $T_c = 7.2$ K, $\xi(0) = 82$ nm et $\lambda(0) = 39$ nm [35]. En effet, κ vaut $0.48 < 1/\sqrt{2}$. Cependant, le plomb se comporte comme un supraconducteur de type II sous certaines conditions. Ainsi, dans le cas présent où l'échantillon se présente sous la forme d'un film mince, λ est remplacé par la longueur de pénétration effective Λ de l'équation (1.46). Dans cette expérience, des films de plomb d'une épaisseur $t = 50$ nm sont utilisés. Ils sont fabriqués grâce à la technique de l'EBPVD présentée à la section 2.1. À 4.2 K, les relations (1.28) et (1.29) valables dans le cadre de la limite « sale »¹⁹ fournissent $\lambda(4.2\text{ K}) \simeq 93$ nm et $\xi(4.2\text{ K}) \simeq 46$ nm. Ainsi, $\Lambda(4.2\text{ K}) \simeq 173$ nm. Le paramètre effectif de Ginzburg-Landau vaut par conséquent $\kappa_{\text{eff}} \simeq 3.8 > 1/\sqrt{2}$. Les films de plomb utilisés dans cette expérience se comportent comme des supraconducteurs de type II et autorisent la présence de vortex. L'inconvénient de l'échantillon de plomb par rapport au NbSe₂ est qu'il ne peut servir qu'à une seule décoration et doit être changé à chaque nouvelle expérience. En outre, l'interaction entre vortex y est nettement plus faible²⁰ car la longueur de pénétration est plus petite que dans le NbSe₂. L'influence des fluctuations thermiques et de l'ancrage intrinsèque aléatoire y est accrue.

Les meilleurs résultats obtenus pour la décoration du plomb sont présentés à la figure 3.14. L'image (a) montre la surface avant l'expérience. Quelques impuretés y sont clairement visibles, malgré tout le soin apporté lors de la manipulation de l'échantillon²¹. La pression dans l'enceinte avant l'évaporation des particules est de 4.8×10^{-1} mbar et elle atteint une valeur maximale de 5.5×10^{-1} mbar. Après la décoration, l'échantillon est recouvert d'une mince couche d'or par pulvérisation cathodique (voir section 2.2) afin de faciliter l'observation de la surface avec le SEM. L'image (b) prise après la décoration indique que le réseau de vortex est, comme dans le NbSe₂, fortement perturbé par les fluctuations dans le système. De plus, la taille des particules varie énormément et il semble qu'à certains endroits, plusieurs particules de petite taille sont situées à proximité du centre d'un seul vortex. Pour cette raison, la méthode de repérage automatique n'est pas employée, afin d'éviter la détection de plusieurs particules correspondant à un même vortex. Le repérage manuel des positions des vortex est indiqué à la figure 3.14(c) et relève les coordonnées de 210 particules. Celles-ci sont utilisées pour la triangulation de Delaunay, représentée à la figure 3.14

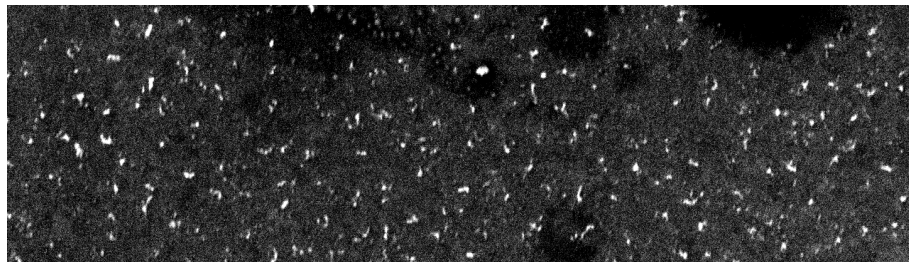
19. Le libre parcours moyen l déterminé via ces équations vaut 0.015.

20. a/Λ vaut 4.8 dans le film mince de plomb.

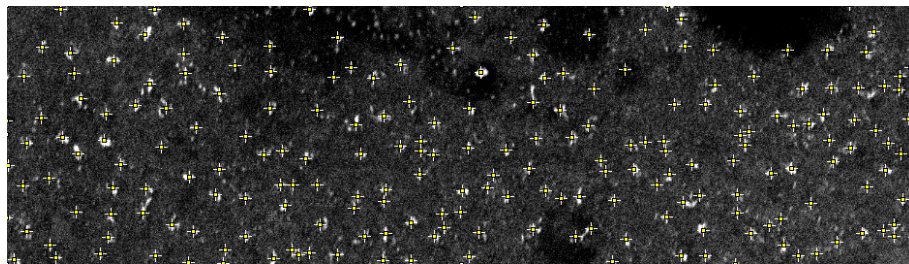
21. Les dimensions restreintes de l'image s'expliquent par la présence du bord de l'échantillon et de grosses impuretés à proximité de celui-ci.



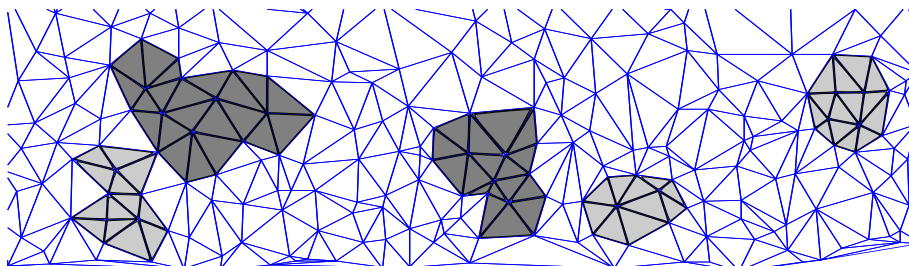
(a) Surface avant la décoration



(b) Surface après la décoration



(c) Repérage manuel



(d) Triangulation de Delaunay

FIGURE 3.14 – Portion de la surface du Pb (a) avant et (b) après la décoration de Bitter. Le format de l'image est $18.29 \mu\text{m} \times 5.14 \mu\text{m}$. Les électrons du SEM sont accélérés par une tension de 15 kV et le grossissement est de $7000\times$. Les particules de fer (points blancs) sont positionnées à l'emplacement des vortex. (c) Repérage manuel de la position des particules. (d) Triangulation de Delaunay : certaines zones où le réseau hexagonal centré est préservé sont indiquées en gris foncé; des régions où les défauts transforment localement le réseau et où les symétries d'ordre 5 ou 7 dominant sont en gris clair.

(d). En de nombreux endroits, le réseau triangulaire est détruit à cause des défauts. La structure compte ainsi un grand nombre de particules situées au centre de polygones à 4,5, 7 ou 8 côtés notamment. Même les portions de la surface où le réseau triangulaire est préservé présentent des déformations significatives.

La fonction de corrélation de paires est calculée selon la même méthode que dans le NbSe_2 . Elle

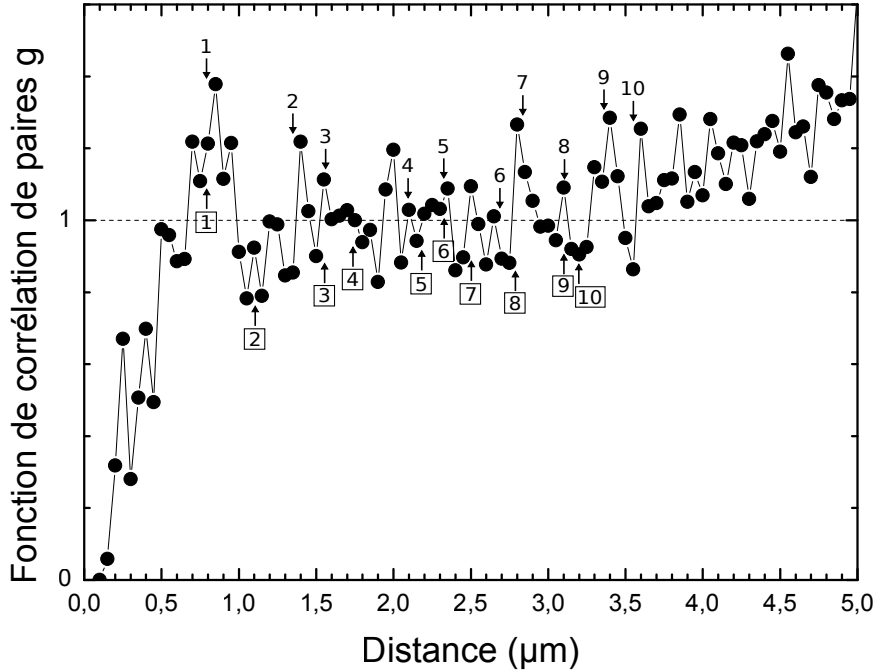


FIGURE 3.15 – Fonction de corrélation de paires $g(r)$ calculée pour le Pb avec le repérage manuel des particules. Les flèches numérotées indiquent la position des pics théoriques associés aux voisins de chaque ordre dans le cas de réseaux triangulaire (nombres seuls) et carré (nombres encadrés). Comme pour le NbSe_2 , les courbes confirment la tendance des vortex à former des structures ordonnées et elles comportent la signature distinctive d'un réseau triangulaire.

est représentée à la figure 3.15. L'intervalle choisi pour le calcul de la distribution des distances est de largeur $\Delta d = 0.05 \mu\text{m}$. Les pics dans le graphe correspondent approximativement aux distances théoriques et indiquent que les vortex ont également tendance à s'organiser en réseau triangulaire dans le film mince de plomb. Cependant, les déformations sont encore plus présentes que dans le NbSe_2 , en grande partie parce que l'interaction entre vortex agit sur des distances typiques environ 2.5 fois plus faibles. L'ordre y est détruit à des distances plus courtes.

3.5 Conclusion et perspectives

Il a été nécessaire de répéter des dizaines de fois la décoration de Bitter, demandant quelques heures de préparation par expérience, pour obtenir les résultats présentés dans ce chapitre. Les difficultés rencontrées et le manque de reproductibilité rendent impossible la poursuite de l'objectif fixé au départ, à savoir la caractérisation de l'ancrage intrinsèque aléatoire dans les films minces nanostructurés de plomb.

Malgré cela, nous avons mis en évidence la structure des vortex dans le NbSe_2 et dans un film mince de Pb, grâce à la bonne résolution spatiale offerte par la décoration de Bitter. En dépit des défauts et des déformations du réseau, le calcul de la fonction de corrélation de paires dans ces matériaux indique clairement que l'organisation en réseau triangulaire est présente. La portée de l'ordre est plus longue dans le NbSe_2 que dans le Pb, car les vortex y interagissent à des distances plus grandes, proportionnelles à la valeur de λ .

En vue de pallier les faiblesses de l'expérience et ainsi améliorer le taux de réussite de la décoration, plusieurs pistes sont envisageables. Elles devraient offrir des solutions au manque d'in-

formations sur les conditions à l'intérieur de l'enceinte et apporter des améliorations au niveau de la maîtrise des paramètres expérimentaux. Tout d'abord, une augmentation du volume de l'enceinte limiterait les variations de la pression dues à l'échauffement du filament. Une meilleure stabilité de la température serait ainsi garantie. De plus, l'utilisation d'une valve électronique régulant la pression automatiquement assurerait un contrôle plus précis de la taille des particules magnétiques. L'augmentation de l'intensité du courant lors de l'évaporation pourrait également être gérée automatiquement et garantirait ainsi un taux d'accroissement constant. Enfin, Letellier propose un moyen de diminuer les inhomogénéités de l'énergie cinétique des particules magnétiques en canalisant le flux de particules. De cette façon, leur vitesse est contrôlée en remplaçant le régime turbulent par un écoulement laminaire [26].

Dans la suite du texte, nous allons nous intéresser à une autre technique de visualisation magnétique, la microscopie à sonde Hall à balayage. Celle-ci offre non seulement la possibilité d'étudier les vortex en régime statique, tout comme la décoration de Bitter, mais également leur dynamique.

Chapitre 4

Microscopie à sonde Hall en régime stationnaire

4.1 Introduction

Dans le chapitre précédent, la décoration de Bitter a été utilisée pour étudier l'organisation des vortex dans le NbSe_2 et le Pb supraconducteurs. Cependant, cette technique présente plusieurs inconvénients. Tout d'abord, elle n'offre pas la possibilité de quantifier le champ magnétique local, mais est seulement sensible aux valeurs extrémales du profil du champ. Ensuite, il s'agit d'une technique invasive, car les particules déposées sur la surface sont magnétiques et interagissent par conséquent avec les vortex [36]. Un autre point à soulever est qu'il est difficile de nettoyer la surface et d'en enlever toutes les particules. De plus, la durée de l'expérience et le manque de reproductibilité mettent un frein à une exploitation plus poussée du dispositif. Enfin, la décoration de Bitter ne donne accès qu'à une image figée et *ex situ* du réseau de vortex et empêche toute caractérisation des propriétés dynamiques. Pour toutes ces raisons, l'utilisation de la microscopie à sonde Hall à balayage (SHPM) constitue une alternative de choix. En effet, cette technique est capable de fournir des informations sur le profil du champ magnétique en régime stationnaire¹, mais elle ouvre également l'accès à une visualisation dynamique. De plus, l'échantillon est réutilisable à volonté car les mesures sont prises sans contact.

4.1.1 Microscopie à sonde Hall à balayage

La SHPM est une technique permettant de mesurer localement le champ magnétique à l'aide d'une sonde au fonctionnement basé sur l'effet Hall. Elle offre la possibilité d'atteindre une résolution spatiale d'environ 200 nm et une sensibilité d'environ $100 \text{ nT Hz}^{-1/2}$.

Le premier dispositif expérimental implémentant la SHPM fut réalisé par Kronick en 1958, avec une sonde Hall en bismuth [37]. La première utilisation de cette technique pour visualiser la surface de supraconducteurs remonte à 1962, avec l'étude menée par Broom et Rhoderick sur des films minces supraconducteurs de type I [38]. Les limitations de la sensibilité et de la résolution spatiale furent levées en 1978 grâce à l'invention des hétérostructures semi-conductrices à dopage modulé par Dingle [39]. Celles-ci améliorent la mobilité des porteurs de charge bien au-delà des possibilités offertes par les matériaux existant naturellement en concentrant les électrons sur des

1. c'est-à-dire sans variation temporelle du champ magnétique mesuré

surfaces à deux dimensions. De nos jours, le compromis entre résolution et sensibilité (voir figure 3.1) offert par la SHPM lui accorde une place de choix pour l'étude des vortex supraconducteurs, mais aussi des domaines magnétiques [40].

Malgré la petite taille des surfaces étudiées (généralement $16 \times 16 \mu\text{m}^2$), la large gamme de températures et de champs magnétiques où cette technique fonctionne rend son utilisation possible dans de nombreuses situations. De plus, la sonde ne perturbe pas le champ magnétique à la surface de l'échantillon, car elle n'entre jamais en contact avec lui². Enfin, la SHPM est capable non seulement de mesurer la réponse du supraconducteur soumis aux champs magnétiques constants, mais également aux champs variables.

4.1.2 Objectifs

Le travail réalisé à l'aide de la SHPM est décomposé en deux parties. La première phase, traitée dans ce chapitre, vise à étudier la réponse d'un film supraconducteur nanostructuré de plomb en régime stationnaire, c'est-à-dire pour un échantillon plongé dans un champ magnétique constant. La distribution spatiale des vortex et le profil du champ magnétique local seront mesurés pour plusieurs amplitudes du champ magnétique appliqué et à différentes distances de la surface, au centre et au bord de l'échantillon.

Tout d'abord, nous détaillerons le comportement du film supraconducteur dans l'état Meissner, c'est-à-dire lorsque le champ magnétique est complètement expulsé (ZFC). Il sera pour cela nécessaire de développer un modèle théorique pour le profil du champ magnétique au-dessus de l'échantillon. Nous tenterons alors d'estimer la distance entre la sonde Hall et l'échantillon et longueur de pénétration du film de plomb. Nous étudierons ensuite les effets de commensurabilité se manifestant lorsque l'échantillon est refroidi dans un champ magnétique (FC). En effet, leur observation est fortement conditionnée par la qualité du matériau et la faible influence de l'ancrage intrinsèque aléatoire. Nous en profiterons pour visualiser des vortex interstitiels et à double quanta de flux et définir les conditions nécessaires à leur présence.

Dans la seconde partie du travail avec la SHPM, traitée dans le chapitre suivant, quelques modifications seront apportées au dispositif expérimental afin d'étudier le régime dynamique, offrant une opportunité unique de visualiser les déplacements des vortex et la dissipation d'énergie à l'échelle microscopique.

4.2 Principes physiques

4.2.1 Effet Hall

Lorsqu'un matériau traversé par un courant \vec{I} est soumis à un champ magnétique \vec{B} , une tension V_H apparaît dans la direction $\vec{I} \times \vec{B}$. Ce phénomène est appelé l'**effet Hall** et la tension transverse est couramment dénommée tension de Hall.

Pour fixer les idées, le raisonnement suivant est mené sur un matériau de forme parallélépipédique rectangle de longueur L , largeur l et hauteur h , représenté à la figure 4.1. Les explications suivantes exposent la situation pour des électrons en mouvement, mais il est important de garder à l'esprit que les résultats sont également valables dans le cas de lacunes électroniques (ou trous). Il

2. Pour un courant $I = 20 \mu\text{A}$ injecté dans la sonde Hall située à $r = 1 \mu\text{m}$ de l'échantillon, le champ magnétique B généré par la sonde est $B \sim \frac{\mu_0 I}{1\pi r} \sim 4 \mu\text{T}$. Ce champ est comparable à ceux utilisés dans l'expérience, mais il est tangent à la surface et ne perturbe donc pas l'échantillon.

suffit alors de substituer la charge $-e$ par $+e$ dans toutes les équations. Le courant est injecté grâce à deux électrodes C_1 et C_2 situées sur des faces opposées du matériau et appliquant un champ électrique $\vec{E}_E = E_E \vec{e}_y$. Deux autres électrodes S_1 et S_2 posées sur les faces perpendiculaires au courant mesurent la tension V_H apparaissant dans la direction de \vec{e}_x lorsque le matériau est soumis au champ $\vec{B} = B \vec{e}_z$. Les électrons de charge $-e$ se déplacent avec une vitesse de dérive

$$\vec{v}_d = \mu_e \vec{E}_E, \quad (4.1)$$

où $\mu_e < 0$ est la mobilité des électrons³. Soumis à \vec{B} , ils subissent la force de Lorentz \vec{F}_L et sont déviés vers l'électrode S_1 . Un excès de charges négatives se développe alors du côté S_1 , et à l'inverse, un déficit apparaît du côté S_2 . Un champ électrique de Hall, $\vec{E}_H = E_H \vec{e}_x$, appelé champ électrique de Hall, est créé. Il exerce une force de Coulomb \vec{F}_C opposée à \vec{F}_L et contre l'arrivée de nouvelles charges. La condition d'équilibre des forces s'écrit

$$\vec{F}_L + \vec{F}_C = -e \vec{v}_d \times \vec{B} - e \vec{E}_H = 0. \quad (4.2)$$

En y remplaçant \vec{v}_d via (4.1), \vec{E}_H s'exprime :

$$\vec{E}_H = -\mu_e \vec{E}_E \times \vec{B} = -\mu_e E_E B \vec{e}_x. \quad (4.3)$$

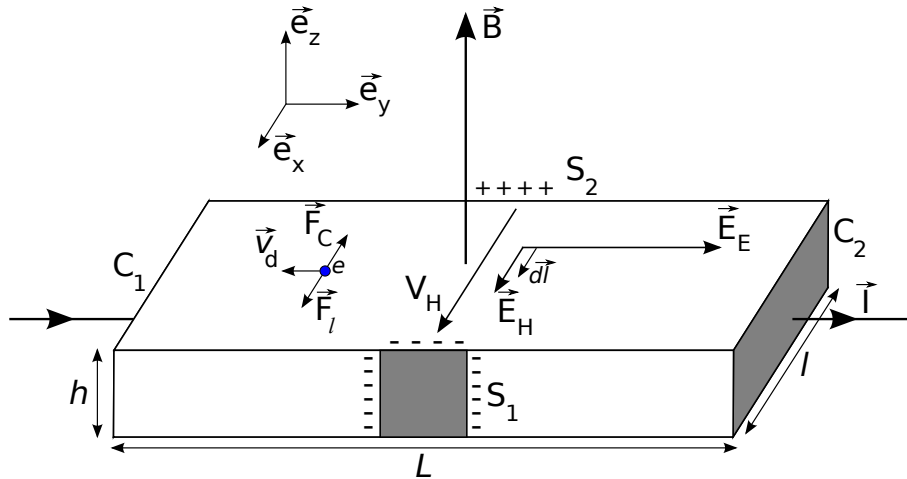


FIGURE 4.1 – Illustration de l'effet Hall dans un matériau parcouru par un courant \vec{I} plongé dans un champ magnétique \vec{B} . Les électrons en déplacement à vitesse \vec{v}_d sont déviés vers l'électrode S_2 par la force de Lorentz \vec{F}_L . La force de Coulomb \vec{F}_C qui apparaît suite à l'excès de charges négatives compense \vec{F}_L . À l'équilibre, un champ électrique \vec{E}_H est présent dans la direction $\vec{I} \times \vec{B}$ et une tension de Hall V_H est mesurée entre les électrodes S_1 et S_2 .

La **tension de Hall** V_H se calcule en intégrant \vec{E}_H sur la distance l séparant S_1 et S_2 . Elle s'écrit donc

$$V_H = \int_{S_2}^{S_1} \vec{E}_H \cdot d\vec{l}, \quad (4.4)$$

où $d\vec{l}$ est dans le même sens que \vec{e}_x . Puisque \vec{E}_H est parallèle à $d\vec{l}$, V_H s'exprime, à l'aide de l'équation (4.3) :

$$V_H = -\mu_e E_E B l = -\mu_e \frac{l}{L} V B, \quad (4.5)$$

3. $\mu_h > 0$ pour les trous

en écrivant la tension V entre C_1 et C_2 à l'aide de la relation $V = E_E L$. Cette expression s'écrit aussi en fonction du courant I , en utilisant la loi d'Ohm microscopique $\vec{J} = -en\mu_e \vec{E}_E$, où n est la densité volumique de porteurs de charge, pour relier la densité de courant \vec{J} à E_E . Puisque $I = Jhl$, V_H s'écrit

$$V_H = \frac{R_H}{h} IB \equiv V_{H,\text{théo}}, \quad (4.6)$$

où le **coefficient de Hall** R_H est par définition

$$R_H \equiv -\frac{1}{en}. \quad (4.7)$$

Celui-ci est fonction du type de matériau utilisé, qui intervient dans l'expression via n et le signe des porteurs de charge ($-e$ dans ce cas, $+e$ pour les trous). Ainsi, la tension V_H est proportionnelle au champ magnétique appliqué et fournit un moyen de mesurer \vec{B} avec une résolution spatiale de l'ordre de l . L'effet Hall est mis à profit pour fabriquer des sondes de dimensions réduites. V_H augmente lorsque h diminue et il est donc préférable d'utiliser des matériaux en couches minces.

En réalité, la relation théorique (4.6) n'est valable que pour des matériaux longs ($L \gg l$) et aux contacts S_1 et S_2 de petite surface. En effet, le raisonnement mené précédemment ne tient pas compte de la déformation des lignes de champ électrique due aux effets de bord. Ceux-ci modifient significativement la réponse du système sous certaines conditions⁴.

Il est nécessaire de corriger la relation (4.6) en tenant compte de la géométrie du système via l'expression

$$V_H = GV_{H,\text{théo}}, \quad (4.8)$$

où G est le **facteur de correction géométrique** compris entre 0 et 1. Il dépend notamment des dimensions du matériau, de la forme et de la taille des électrodes.

Le choix du matériau utilisé est d'une importance capitale pour la mise en évidence de l'effet Hall. En effet, vu l'équation (4.7), l'effet Hall est plus marqué lorsque n faible. Cependant, d'après la relation (4.5), une mobilité μ_e élevée est également souhaitable. Ces deux exigences sont rencontrées par les matériaux semi-conducteurs, pour lesquels n est comprise entre 10^{14} et 10^{20} cm^{-3} . Ces valeurs sont largement inférieures à celles rencontrées dans les métaux, de l'ordre de 10^{22} cm^{-3} , et qui rendent l'effet Hall très faible dans ces matériaux. Les semi-conducteurs avec une bande d'énergies interdites E_g d'au moins 1 eV sont préférentiellement utilisés. En effet, E_g y est suffisamment grande pour empêcher une augmentation drastique de n à température ambiante, par excitation thermique des porteurs de charge. Ainsi, le Si ($E_g = 1.12$ eV) et le GaAs ($E_g = 1.42$ eV) dopés par des atomes donneurs d'électrons sont de bons candidats⁵. Pour une concentration en atomes dopants $N_D = 10^{16}$ cm^{-3} , ils sont caractérisés par $\mu_e \simeq 1.5 \times 10^3$ $\text{cm}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$ et $\mu_e \simeq 5 \times 10^3$ $\text{cm}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$ respectivement. De plus, le Si et le GaAs sont compatibles avec les contraintes technologiques de l'industrie microélectronique et à cet égard, ils constituent des matériaux de choix pour la fabrication des sondes Hall. Cependant, il est possible d'atteindre des mobilités beaucoup plus élevées en utilisant des hétérojonctions, c'est-à-dire des structures formées à partir de couches de semi-conducteurs différents.

4. Pour des électrodes de taille finie, \vec{E}_H n'est plus perpendiculaire au bord. La tension V_H mesurée est donc réduite par rapport au cas idéal.

5. Ces valeurs numériques, ainsi que toutes les autres dans cette section, sont issues de [41].

4.2.2 Gaz bidimensionnel d'électrons dans l'hétérostructure GaAs / AlGaAs

Grâce aux progrès réalisés dans la fabrication d'hétérostructures semi-conductrices, il est actuellement possible d'atteindre des mobilités μ_e d'environ $10^6 \text{ cm}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$ (à 4 K) dans l'hétérojonction GaAs/Al_{0.3}Ga_{0.7}As. Ces valeurs élevées sont permises par la présence d'un gaz bidimensionnel d'électrons (2DEG) à proximité de l'interface entre les deux matériaux. La plupart des sondes Hall actuelles, dont celle utilisée dans le cadre de ce mémoire, sont fabriquées à partir d'hétérojonctions GaAs/Al_{0.3}Ga_{0.7}As.

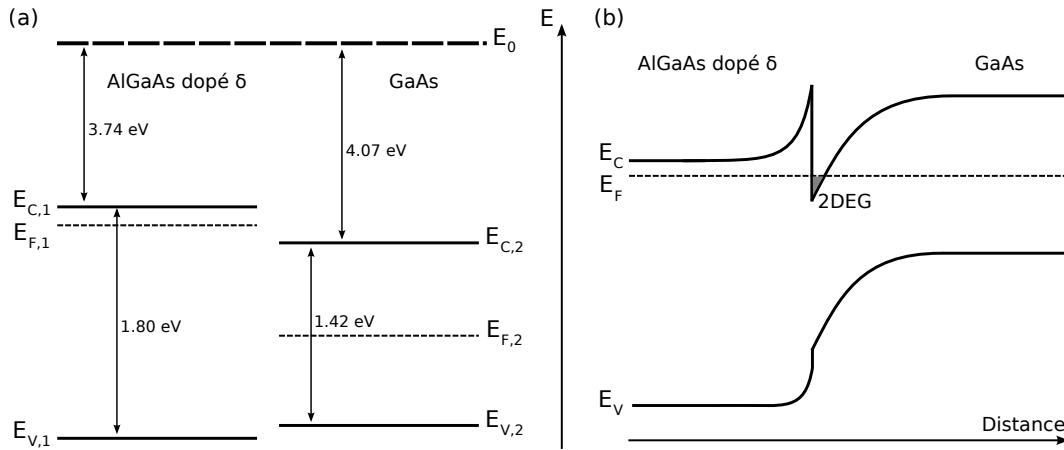


FIGURE 4.2 – Bandes d'énergie des matériaux constituant l'hétérojonction GaAs/Al_{0.3}Ga_{0.7}As dopé δ (a) avant leur mise en contact et (b) après la formation de l'hétérojonction. E_0 , E_F , E_C et E_V sont respectivement les énergies du vide, de Fermi, du bas de la bande de conduction et du haut de la bande valence. La condition imposant la constance du niveau de Fermi à travers la jonction est responsable de la courbure des bandes d'énergie et donne naissance à un puits de potentiel pour les électrons. Le gaz bidimensionnel d'électrons (2DEG) se forme à cet endroit.

GaAs et Al_{0.3}Ga_{0.7}As sont déposés en couches l'un au-dessus de l'autre par épitaxie⁶ en conservant une structure cristalline de haute qualité, car leurs paramètres de maille sont semblables (respectivement 5.6533 Å et 5.6556 Å). Ils possèdent une énergie de bande interdite de respectivement 1.42 eV et 1.80 eV à température ambiante et une affinité électronique⁷ de respectivement 4.07 eV et 3.74 eV (voir figure 4.2(a)). Lorsque les deux matériaux sont mis en contact, l'énergie de Fermi est constante à travers la jonction et les bandes d'énergie se courbent afin de satisfaire cette condition (voir figure 4.2(b)). Le côté AlGaAs est dopé localement à l'aide d'une mince couche d'atomes de Si située à l'écart de la jonction et jouant le rôle de donneurs d'électrons. Cette technique porte le nom de dopage modulé δ et minimise la diffusion des électrons du 2DEG par les donneurs ionisés, puisque ces derniers sont situés loin de la jonction. La mobilité augmente donc de façon significative.

Les électrons de AlGaAs migrent vers le GaAs car l'énergie y est plus basse. Les impuretés ionisées qu'ils laissent derrière eux les attirent, mais pas suffisamment pour qu'ils franchissent la barrière de potentiel et retournent dans AlGaAs. Les électrons s'accumulent donc du côté GaAs à l'interface entre les deux matériaux, sur une épaisseur de l'ordre de 10 nm. Ils sont confinés

6. L'épitaxie est une technique de croissance d'un cristal sur un autre cristal présentant des paramètres de réseau similaires.

7. Dans un solide, l'affinité électronique est la valeur de l'énergie séparant le minimum de la bande de conduction E_C de l'énergie du vide E_0 .

dans une direction de l'espace et libres dans les deux autres et forment un **gaz bidimensionnel d'électrons** (2DEG). Les porteurs de charge sont par conséquent localisés sur une mince couche d'épaisseur h à une distance fixe de la surface du dispositif. Selon la relation (4.6), ceci est d'un grand intérêt en vue d'augmenter V_H .

Il faut cependant tenir compte d'un effet supplémentaire responsable d'une baisse de la concentration de porteurs de charge dans l'hétérojonction : la formation de **centres DX**⁸ [42]. Dans les structures $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ où $x > 0.22$, des complexes composés de deux atomes de Si, pas nécessairement localisés à proximité l'un de l'autre, se forment. Un des deux atomes capture un électron provenant de l'autre et une distorsion du réseau apparaît autour du donneur chargé négativement, appelé centre DX [43]. À cause de cela, l'énergie de liaison de l'électron est beaucoup plus grande que dans un atome de Si donneur, où elle est typiquement de 5 meV ; elle atteint des valeurs allant jusqu'à 160 meV. Seule une petite fraction des centres DX libère son électron à température ambiante (où l'énergie $E \simeq 25$ meV). Le nombre de porteurs disponibles est encore plus faible aux températures cryogéniques où la SHPM opère ($E \lesssim 1$ meV). Cependant, cette difficulté est contournée, car les électrons pris au piège dans les centres DX sont excités au moyen de rayonnement infrarouge. Une autre propriété des centres DX, à savoir l'existence d'une barrière de potentiel pour le piégeage des électrons, est alors mise à profit. Ceci entraîne l'apparition d'une photoconductivité persistante aux basses températures. Elle décroît sur des temps caractéristiques qui varient entre quelques minutes et plusieurs jours selon le matériau. Les électrons restent donc dans la bande de conduction même lorsque le matériau n'est plus illuminé par le rayonnement infrarouge.

4.2.3 Sonde Hall

La sonde Hall utilisée dans le cadre de ce mémoire est fabriquée à partir d'une hétérojonction GaAs/ $\text{Al}_{0.3}\text{Ga}_{0.7}\text{As}$. Elle a la forme d'une croix grecque de largeur⁹ w , représentée à la figure 4.3. Le contact électrique entre le 2DEG et les faces extérieures de la sonde est établi en laissant de l'or diffuser à travers l'hétérojonction.

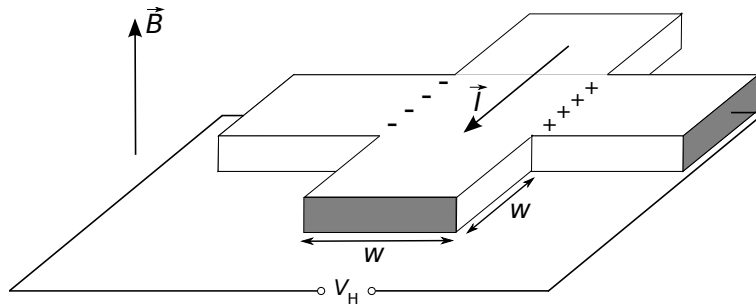


FIGURE 4.3 – Schéma de la sonde Hall en forme de croix grecque de largeur w , plongée dans un champ magnétique \vec{B} . Un courant \vec{I} est injecté par deux branches opposées de la croix et la tension de Hall V_H est mesurée via les deux branches perpendiculaires. L'aire active de la sonde est de w^2 pour le 2DEG de l'hétérojonction GaAs/ $\text{Al}_{0.3}\text{Ga}_{0.7}\text{As}$.

Pour cette géométrie, G est approximativement égal à 1 et l'expression (4.6) de V_H est valable [44]. De plus, la croix grecque offre la possibilité de s'affranchir simplement de la tension continue

8. Ce nom a été donné d'après l'origine du phénomène, à savoir l'interaction entre un atome donneur (D) et une impureté du réseau (X).

9. Il s'agit de la largeur de la surface d'intersection des deux bras de la croix.

V_{off} présente à champ magnétique nul dans la plupart des dispositifs, appelée **tension d'offset**. En principe, V_{H} devrait être nulle lorsqu'aucun champ magnétique n'est appliqué. Cependant, les imperfections de la sonde survenant lors de sa fabrication, telles que des inhomogénéités de l'épaisseur ou de la résistivité du matériau, ou encore le désalignement des électrodes, conduisent à l'apparition d'une tension V_{off} entre les électrodes. Afin de l'éliminer, V_{H} est mesurée en tournant successivement de 90° les branchements pour l'injection du courant et la mesure de la tension. Il suffit ensuite de calculer la moyenne des quatre mesures pour déterminer la tension de Hall sans la tension d'offset.

Lorsque le libre parcours moyen des électrons est beaucoup plus grand que w , ce qui est le cas ici vu la mobilité élevée des porteurs, on peut montrer que l'aire active de la sonde Hall est de w^2 [45]. La réponse du dispositif dépend donc du champ magnétique moyen B_{moy} mesuré sur cette surface et V_{H} est proportionnelle à IB_{moy} . L'extension spatiale de la sonde influence négativement la résolution spatiale du dispositif, car B_{moy} est le produit de convolution de B par la surface active S de la sonde. De plus, la sensibilité de la sonde n'est pas uniforme et la fonction de transfert $G(x, y)$ est ajoutée pour rendre compte de cet effet. Par ailleurs, lorsque \vec{B} n'est pas dirigé selon \vec{e}_z , le champ magnétique intervenant pour l'effet Hall n'est plus B , mais $B_{\perp} = \vec{B} \cdot \vec{e}_z$. Lors de l'expérience, B n'est pas mesuré instantanément et la valeur obtenue est une moyenne temporelle sur la durée T de la mesure. Finalement, B_{moy} s'écrit

$$B_{\text{moy}} = \int_S dA \int_0^T dt G(x, y) B(x, y, t). \quad (4.9)$$

Comme dans tout système de mesure, il faut également tenir compte du bruit, qui limite la résolution en champ magnétique. Trois sources principales de bruit sont recensées ici : le bruit thermique, le bruit dû à la création-recombinaison de paires électron-trou et le bruit en $1/f$ (bruit rose) [46].

4.3 Dispositif expérimental et procédure

Le dispositif expérimental est composé de trois parties : le microscope à sonde Hall à basse température (Low Temperature SHPM ou LT-SHPM), le cryostat et l'électronique de contrôle. Nous allons successivement détailler la composition et le fonctionnement de ces équipements.

4.3.1 Microscope à sonde Hall à basse température

Le LT-SHPM est fabriqué par NanoMagnetics Instruments. La partie active du dispositif, la tête de balayage, est située à l'extrémité d'une tige d'insertion creuse contenant les câbles électriques. Un schéma de la tête de balayage se trouve à la figure 4.4.

L'échantillon à étudier est collé sur le porte-échantillon à l'aide d'une couche de peinture d'argent. Le porte-échantillon est fixé sur un slider horizontal qui ajuste sa position par coulissement. Il s'agit d'une modification apportée au LT-SHPM commercial. Le slider horizontal est attaché à la platine d'inclinaison, elle-même connectée par trois vis au slider vertical serré autour d'un tube en verre. Celui-ci est collé à un tube piézoélectrique utilisé pour régler grossièrement la distance verticale entre l'échantillon et la puce Hall en utilisant le principe du stick-slip (littéralement « collé-glissé »). Grâce à ce phénomène, une large gamme de positions est balayée en gardant une précision relativement grande. Ainsi, le tube piézoélectrique, le tube en verre et le slider vertical sont

solidaires lorsqu'une tension est appliquée au piézoélectrique pour déplacer finement l'échantillon. Lorsque le tube piézoélectrique atteint son élongation maximale, la tension chute brusquement et il est ramené à sa longueur initiale. Le tube en verre auquel il est collé suit son mouvement, mais le slider glisse sur la surface du verre à cause de son inertie. Un nouveau cycle recommence alors, mais cette fois à partir d'une autre position de départ. Un pas du slider correspond à des distances allant jusqu'à $0.8\ \mu\text{m}$. Le balayage vertical est ainsi possible sur une distance de 10 mm tout en conservant la fine précision de positionnement fournie par le tube piézoélectrique. Ce dernier est fixé au bout de la tige d'insertion avec un autre tube, appelé le tube piézoélectrique de balayage, utilisé pour parcourir horizontalement la surface de l'échantillon étudié. L'étendue du balayage latéral est limitée à $19\ \mu\text{m}$ à 4 K.

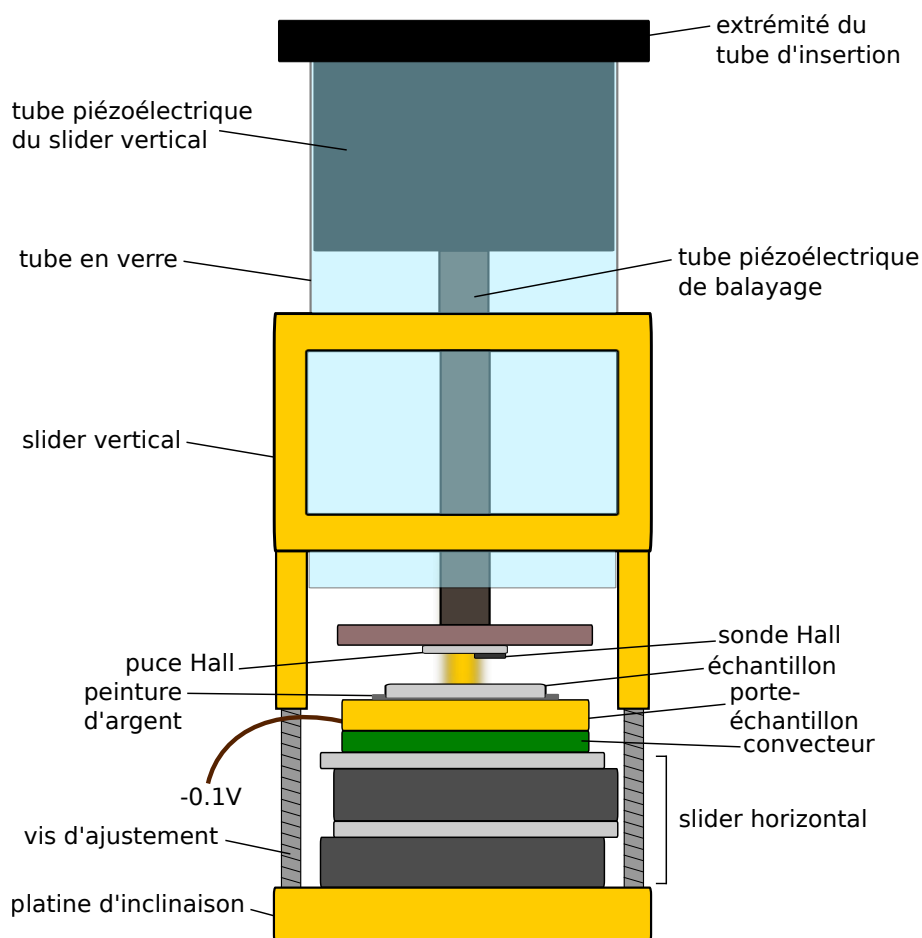


FIGURE 4.4 – Schéma de la tête de balayage du SHPM. Le tube piézoélectrique de balayage scanne la surface de l'échantillon en déplaçant la sonde Hall. Le slider vertical ajuste la distance entre la sonde et la surface en combinant le principe du stick-slip (glissement sur le tube en verre par mouvement rapide du tube piézoélectrique du slider) et la précision du tube piézoélectrique. L'angle entre l'échantillon et la sonde Hall est réglé par les trois vis d'inclinaison.

À l'extrémité du tube piézoélectrique de balayage se trouve la puce Hall, représentée à la figure 4.5. Elle comprend la sonde Hall décrite à la section 4.2.3 et la sonde STM (scanning tunneling microscope ou microscopie à effet tunnel). Cette dernière est utilisée pour déterminer avec précision la distance verticale entre la puce Hall et la surface de l'échantillon. Le porte-échantillon est polarisé à un potentiel de $-0.1\ \text{V}$ par rapport à la sonde STM et l'échantillon est recouvert d'une mince couche d'or. Ainsi, lorsque la sonde est proche de la surface (typiquement à des distances de

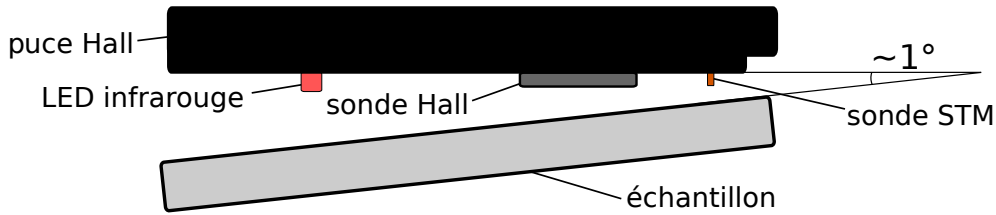


FIGURE 4.5 – Disposition de la puce Hall par rapport à l'échantillon. L'angle d'environ 1° entre la puce et l'échantillon permet une approche de la surface sans abîmer la sonde Hall. En effet, cette configuration associée au renforcement au bord de la puce Hall assure que la sonde STM est toujours l'endroit de la puce le plus proche de l'échantillon.

l'ordre de l'Angström), certains électrons libres de l'or traversent le vide entre les deux par effet tunnel et un courant électrique est détecté. Le courant dû à l'effet tunnel décroît exponentiellement avec la distance et n'est mesurable que pour des séparations maximales de quelques dixièmes de nanomètres. Pour y parvenir, la platine d'inclinaison supportant l'échantillon est inclinée avec un angle de 1° ou 2° par rapport à la puce Hall, à l'aide des trois vis la connectant au slider vertical. De cette manière, le côté de l'échantillon situé sous la sonde STM est rapproché de la puce Hall. De plus, la puce comporte un renforcement entre la sonde STM et le bord extérieur. Ainsi, la sonde STM est toujours le point de la puce Hall le plus proche de la surface de l'échantillon. Puisque la distance séparant la sonde Hall de la sonde STM est d'environ $15\ \mu\text{m}$, la surface de l'échantillon se trouve à environ $300\ \text{nm}$ de la sonde Hall lorsqu'un courant est détecté¹⁰. Comme l'angle est petit, l'échantillon est encore approximativement perpendiculaire au champ magnétique appliqué¹¹ et la sonde Hall mesure toujours la composante perpendiculaire de \vec{B} . Enfin, une LED émettant dans l'infrarouge est placée sur la puce Hall. Elle reste allumée tant que les mesures ne sont pas en cours, afin d'exciter les électrons capturés par les centres DX.

4.3.2 Cryostat

Pour refroidir l'échantillon à des températures cryogéniques, le LT-SHPM est inséré dans un cryostat à hélium liquide. Le schéma de l'appareil, fabriqué par Cryogenic Limited, se trouve à la figure 4.6. Le cryostat comprend un réservoir de 52 litres d'hélium liquide. Il est isolé de l'extérieur d'une part et de la cavité à température variable (variable temperature insert ou VTI) d'autre part grâce à des enceintes maintenues sous vide par pompage. Le LT-SHPM est inséré dans la cavité à gaz d'échange statique, en contact avec la VTI. Il y règne une pression d'hélium de 1 atm.

La température de la VTI est régulée en injectant de l'hélium liquide du réservoir ou en augmentant la puissance dissipée par un convecteur (« heater »). Une sonde thermique assure la mesure de la température en temps réel. L'hélium de la cavité à gaz d'échange statique est refroidi par contact avec la VTI. Le LT-SHPM n'est pas plongé directement dans l'hélium liquide afin d'éviter les vibrations dues au flux de liquide. De plus, la stabilité de la température est accrue, car l'hélium a un rôle de tampon entre la VTI et l'échantillon et adoucit les variations rapides. En outre, l'hélium est isolant et empêche les claquages provoqués par les tensions élevées des piézoélectriques. La température de l'échantillon est contrôlée finement par une sonde thermique et un filament de constantan chauffé placés sur la tête de balayage du LT-SHPM. Une stabilité inférieure à 1 mK

¹⁰. En pratique, les impuretés sur la surface obligent souvent à prendre les mesures à des hauteurs plus élevées, afin de ne pas abîmer la sonde.

¹¹. En réalité, l'introduction de l'angle mène à un léger décalage spatial du profil de \vec{B} mesuré, dans la direction où la sonde est inclinée.

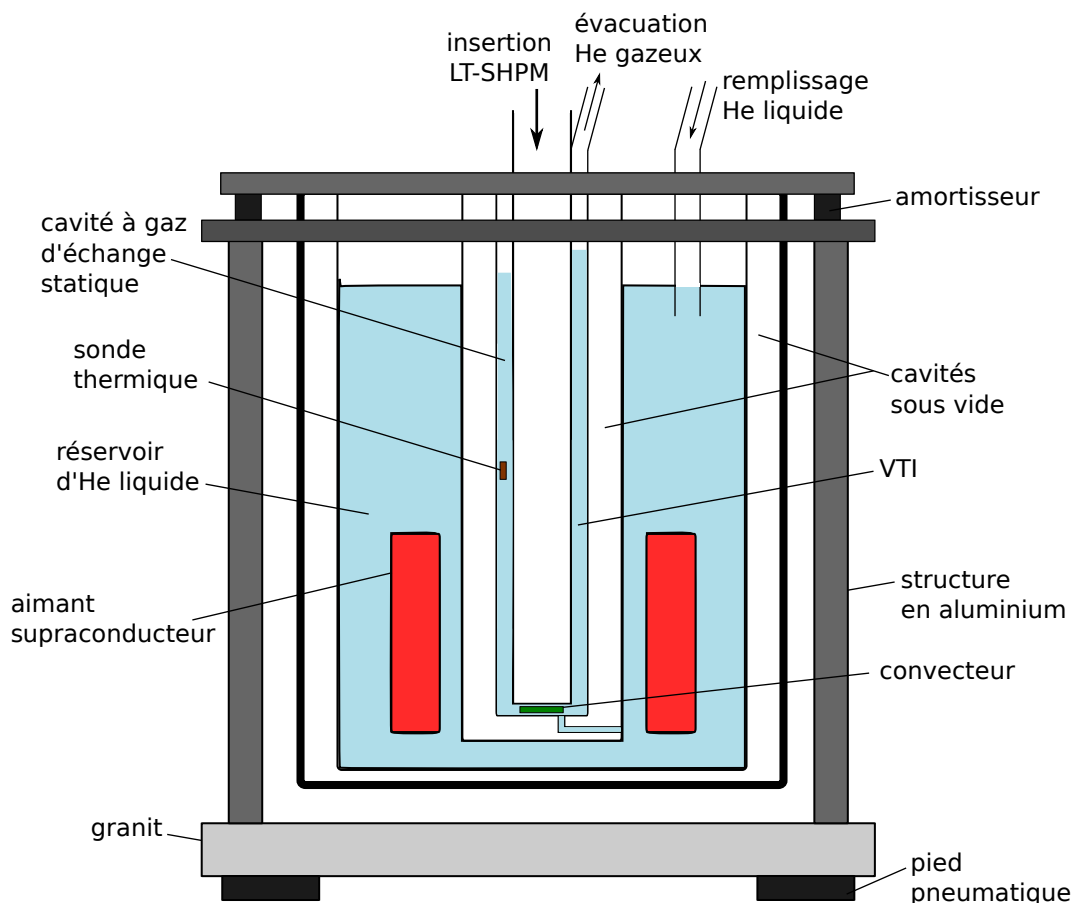


FIGURE 4.6 – Schéma simplifié du cryostat utilisé pour refroidir le SHPM. La cavité à gaz d'échange statique accueille le LT-SHPM. Sous atmosphère d'hélium gazeux, elle est thermalisée par contact avec la VTI. La température de la VTI est réglée par un convecteur et par l'injection d'hélium liquide provenant du réservoir. Le cryostat repose sur une structure à double amortissement, qui absorbe les vibrations.

est ainsi atteinte.

Le cryostat comprend un aimant supraconducteur plongé dans le réservoir d'hélium. Il est capable de générer un champ magnétique¹² jusqu'à 5 T. La tête de balayage est également munie d'une petite bobine offrant la possibilité d'ajuster finement la valeur du champ magnétique entre 0 et 5 mT. L'instrument est isolé des vibrations extérieures par un double système d'amortissement pneumatique pressurisé. Un premier ensemble de quatre pieds pneumatiques soutient un bloc de granit de 190 kg sur lequel est fixé une structure en aluminium. Le cryostat y est suspendu par un second groupe d'amortisseurs.

4.3.3 Électronique de contrôle

De nombreux modules électroniques sont utilisés pour le traitement des signaux et le contrôle des paramètres expérimentaux. Par ailleurs, un logiciel centralise toutes ces informations et permet à l'utilisateur de surveiller et commander les différentes parties du dispositif.

Une alimentation électrique fournit toutes les tensions nécessaires au bon fonctionnement des

12. Nous ne ferons pas usage de cet aimant, car les champs magnétiques appliqués dans le cadre de ce travail ne dépassent pas quelques mT.

appareils. Plusieurs amplificateurs transforment en tension l'intensité du courant dû à l'effet tunnel et l'amplifient ensuite, ainsi que la tension des piézoélectriques et la tension de Hall. Cette dernière est multipliée par un facteur 1000, filtrée et décalée de la valeur de la tension d'offset. Un microcontrôleur et un convertisseur analogique-numérique se chargent d'établir l'interface entre l'équipement et le logiciel. La tension de Hall est convertie sur 16 bits (256 valeurs). À chaque valeur est associée une couleur et l'échelle est ajustée automatiquement pour chaque image afin de couvrir l'ensemble de la gamme de 256 valeurs. Par convention, les points les plus clairs correspondent au champ magnétique le plus intense. Une carte contrôleur assure la boucle de rétroaction reliant le courant de la sonde STM (converti en une tension dans la gamme ± 10 V) aux quatre tensions appliquées à angle droit sur le pourtour du tube piézoélectrique de balayage (± 200 V). Elle maintient ainsi une distance constante entre la surface de l'échantillon et la puce Hall lors du balayage. Une autre carte contrôle le déplacement du second tube piézoélectrique et du "slider" horizontal, en envoyant des pulses asymétriques de l'ordre de 400 V. L'approche de la sonde Hall vers la surface a lieu de manière automatique.

Le logiciel offre la possibilité d'ajuster plusieurs paramètres expérimentaux, notamment le champ magnétique appliqué (constant ou variable), la température du cryostat et l'intensité du courant continu injecté dans la sonde Hall. La détermination expérimentale du courant optimal est présentée à l'annexe A. Par ailleurs, l'intensité seuil du courant dû à l'effet tunnel $I_{\text{seuil}} \simeq 10$ nA et la tension de polarisation de l'échantillon $V_{\text{pol}} \simeq -0.1$ mV sont choisies de façon à ne pas abîmer la surface du matériau avec la sonde STM. Avant de lancer une série de mesures sur une portion de l'échantillon, il faut s'assurer que la hauteur de balayage est suffisante pour éviter que les irrégularités de la surface dans cette région n'entrent en contact avec la puce Hall. Pour cela, le périmètre de la zone est parcouru par la sonde STM. Lorsqu'elle n'entre pas en contact avec la surface, la résistance électrique R vaut environ 20 M Ω et $I \sim 5$ nA ; en cas de contact par contre, $R \sim 13$ k Ω et $I \sim 10$ μ A. Si la sonde commence à entrer en contact avec l'échantillon, I augmente et dès que l'intensité I_{seuil} est atteinte, le balayage est interrompu pour éviter d'écraser la sonde sur la surface. Dans ce cas, la tension de lift-off V_z du piézoélectrique de balayage est ajustée pour augmenter la distance entre la sonde et la surface et la procédure est répétée tant que la hauteur n'est pas suffisante pour écarter tout risque de contact.

Les dimensions de la zone balayée sont typiquement de $16 \mu\text{m} \times 16 \mu\text{m}$ et la vitesse de balayage est souvent choisie entre 10 et 40 $\mu\text{m/s}$. La résolution de l'image est généralement fixée à $128\text{px} \times 128\text{px}$. Dans ce cas, la sonde Hall balaie la surface dans la direction x le long de chacune des 128 lignes et V_H est mesurée en 128 points par ligne. Le balayage est effectué dans les deux sens (aller et retour) sur chaque ligne, car même si le résultat est identique en théorie, il existe un léger décalage dû à l'hystérésis du piézoélectrique. Le temps typique nécessaire pour prendre une image suivant les paramètres ci-dessus est de l'ordre de 7 minutes¹³.

4.4 Échantillon

4.4.1 Description de l'échantillon

Dans le cadre de ce mémoire, les mesures prises avec le SHPM visent à étudier un film mince nanostructuré de plomb. Un schéma de l'échantillon est représenté à la figure 4.7. Il s'agit d'un ruban de plomb de haute qualité de longueur $L = 3$ mm, de largeur $2a = 600 \mu\text{m}$ et d'épaisseur

13. $2 \times 128 \times \frac{16 \mu\text{m}}{10 \mu\text{m/s}} \simeq 410\text{s}$

$t = 50$ nm déposé sur un substrat isolant de SiO_2 . La surface est protégée par une couche isolante de 60 nm de germanium pour éviter l'oxydation. Une couche d'or de 50 nm recouvre l'ensemble afin de faciliter l'approche de la surface de l'échantillon avec la sonde STM de la puce Hall. Des contacts en or aux extrémités du ruban offrent la possibilité d'injecter un courant¹⁴. La surface du plomb est percée d'un réseau de pas $w = 3 \mu\text{m}$ de trous carrés, de côté $b = 600$ nm.

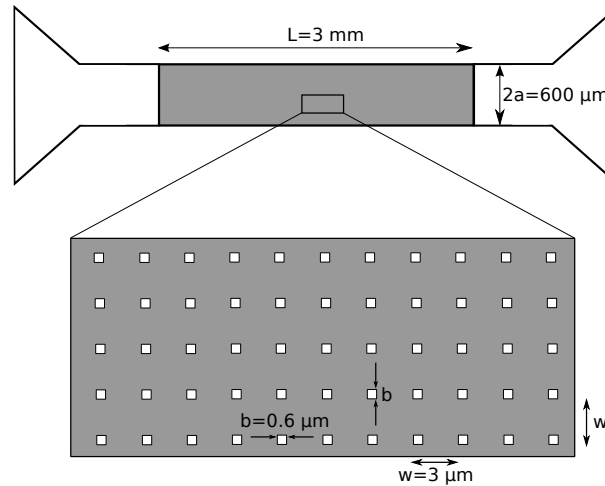


FIGURE 4.7 – Film mince nanostructuré de plomb d'épaisseur $t = 50$ nm étudié dans ce travail. Le film, de longueur L et de largeur $2a$, est percé d'un réseau de pas w trous carrés de côté b . Le plomb est recouvert d'une couche de 60 nm de germanium et d'une couche de 50 nm d'or. Des contacts en or sont établis aux extrémités du ruban, afin d'y injecter un courant.

Le procédé utilisé pour fabriquer l'échantillon emploie la lithographie à faisceau d'électrons et le dépôt de films minces par EBPVD (voir section 2.1). Les principales étapes du processus sont représentées à la figure 4.8. Tout d'abord, une double couche de résine polymère¹⁵ de 150 nm d'épaisseur est déposée par spin coating sur le substrat de SiO_2 ¹⁶. À l'aide d'un faisceau d'électrons, la résine est irradiée à certains endroits selon un motif prédéfini. Les chaînes polymères subissent des altérations là où le faisceau a éclairé la surface¹⁷. Ces portions sont ensuite dissoutes à l'aide d'un révélateur chimique. Cette technique crée des motifs avec une très haute résolution, de l'ordre de grandeur du libre parcours moyen des électrons dans la résine (jusqu'à 10 nm). Ensuite, des couches uniformes de plomb et de germanium sont déposées sur la surface par EBPVD. Enfin, toute la résine est enlevée en plongeant le substrat dans un bain ultrasonique d'acétone. Elle entraîne avec elle les couches qui y sont superposées. Cette étape est appelée le lift-off et impose une limitation sur l'épaisseur des matériaux déposés sur le substrat. En effet, l'acétone atteint la résine uniquement par les trous définis par le motif, puisque toute la surface est recouverte de plomb et de germanium. L'épaisseur totale des couches supérieures ne peut donc dépasser 150 nm, sous peine d'empêcher tout contact entre l'acétone et la résine. À la fin de cette procédure, un film de plomb recouvert de germanium et percé de trous est obtenu, conformément au motif choisi au départ.

Le film de plomb est caractérisé par les mêmes paramètres que ceux définis à la section 3.4.2, à savoir $T_c = 7.2 \text{ K}$, $\xi(4.2 \text{ K}) \simeq 46 \text{ nm}$ et $\Lambda(4.2 \text{ K}) \simeq 173 \text{ nm}$. Cependant, afin de tenir compte de

14. Ceci sera utile dans le chapitre 5, lorsque nous tenterons de perturber les vortex avec un courant alternatif

15. PMMA/PPMA-MMA (polyméthyle métacrylate/méthyle métacrylate)

16. L'oxyde de silicium est lui-même déposé sur un substrat de silicium de haute qualité.

17. On parle de résine photosensible positive. Dans le cas d'une résine photosensible négative, les portions de la surface qui n'ont pas interagi avec le faisceau d'électrons qui sont enlevées.

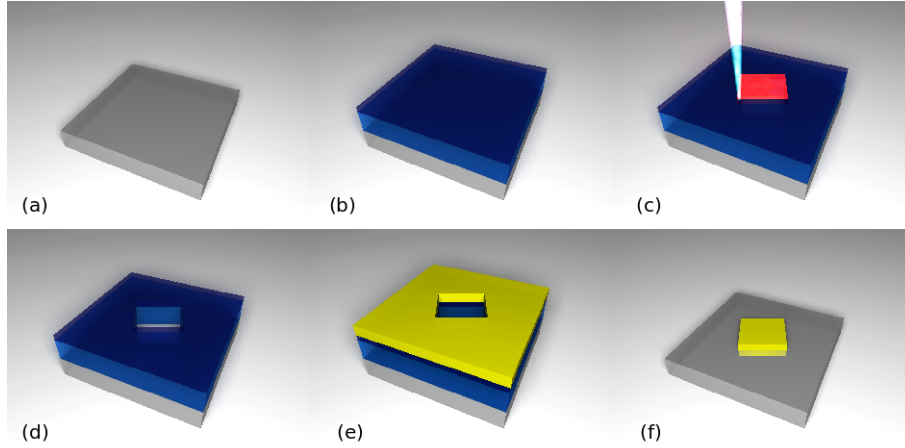


FIGURE 4.8 – Processus de fabrication de l'échantillon : (a) Substrat de SiO_2 ; (b) Dépôt d'une couche de résine polymère par spin coating; (c) Irradiation d'une portion de la résine par un faisceau d'électrons selon le motif préétabli; (d) Enlèvement de la résine irradiée, via l'action du révélateur; (e) Dépôt des couches de plomb et de germanium; (f) Enlèvement de toute la résine et des couches qui y sont déposées. Illustrations reproduites avec l'autorisation de B. Raes.

l'influence du réseau de trous sur la longueur de pénétration effective, il convient de calculer Λ_a selon la relation (1.48). Ainsi, puisque chaque trou couvre une surface de $0.36 \mu\text{m}^2$, $\Lambda_a(4.2\text{K}) \simeq 180 \text{ nm}$ et le paramètre effectif de Ginzburg-Landau vaut $\kappa_{\text{eff}} \simeq 3.9$.

Le plomb est un matériau de choix pour étudier l'ancrage des vortex pour plusieurs raisons. Tout d'abord, il possède une température critique supérieure à 4.2 K, nécessaire pour que l'échantillon soit supraconducteur dans le cryostat à hélium liquide. Ensuite, les centres d'ancrage intrinsèques, tels que les impuretés ou les joints de grains, ne sont pas nombreux dans le plomb. Grâce à cela, l'ajout d'un réseau de trous dans le film permet de surpasser largement le nombre de centres d'ancrage intrinsèques et le profil du potentiel est ainsi contrôlé artificiellement. Enfin, le procédé de fabrication des films nanostructurés de plomb est parfaitement connu et maîtrisé, aussi bien au niveau du dépôt des couches minces que de la lithographie. Ainsi, des échantillons de haute qualité sont réalisés de façon reproductible. La raison du choix du réseau de trous carrés est liée à la fabrication de l'échantillon. En effet, la lithographie est plus adaptée pour la fabrication de ce type de trous, plutôt que pour des trous circulaires par exemple¹⁸. Le paramètre de maille du réseau w est choisi suffisamment grand, pour permettre la visualisation des vortex interstitiels positionnés entre les trous.

4.4.2 Caractérisation de l'échantillon

Le microscope à force atomique (AFM), dont le fonctionnement est détaillé à la section 2.4, est utilisé pour relever la topographie du film nanostructuré de plomb après le lift-off. Des images de la surface au centre et au bord de l'échantillon se trouvent à la figure 4.9(a) et (b). La présence d'impuretés est beaucoup plus marquée au bord du film qu'au centre. Elle est imputable à la résine résiduelle qui n'a pas été enlevée lors du lift-off. Le réseau de trous carrés est cependant régulier. Les premiers trous sont séparés du bord d'une distance semblable au pas du réseau $w = 3 \mu\text{m}$. Le profil de la surface selon une coupe passant par une ligne de trous est représenté à la figure 4.9(c).

¹⁸. Le faisceau utilisé pour la lithographie dessine des polygones à N côtés sur la surface. Il est donc plus rapide et plus précis lorsqu'il s'agit de tracer des carrés que des cercles, pour lesquels $N > 100$.

La coupe choisie est tracée en rouge sur la figure 4.9(b). Le pic intense dans le profil est dû à la résine située au bord de l'échantillon est dû à la résine. Les trous sont régulièrement espacés, mais leur taille n'est pas identique et varie autour de b .

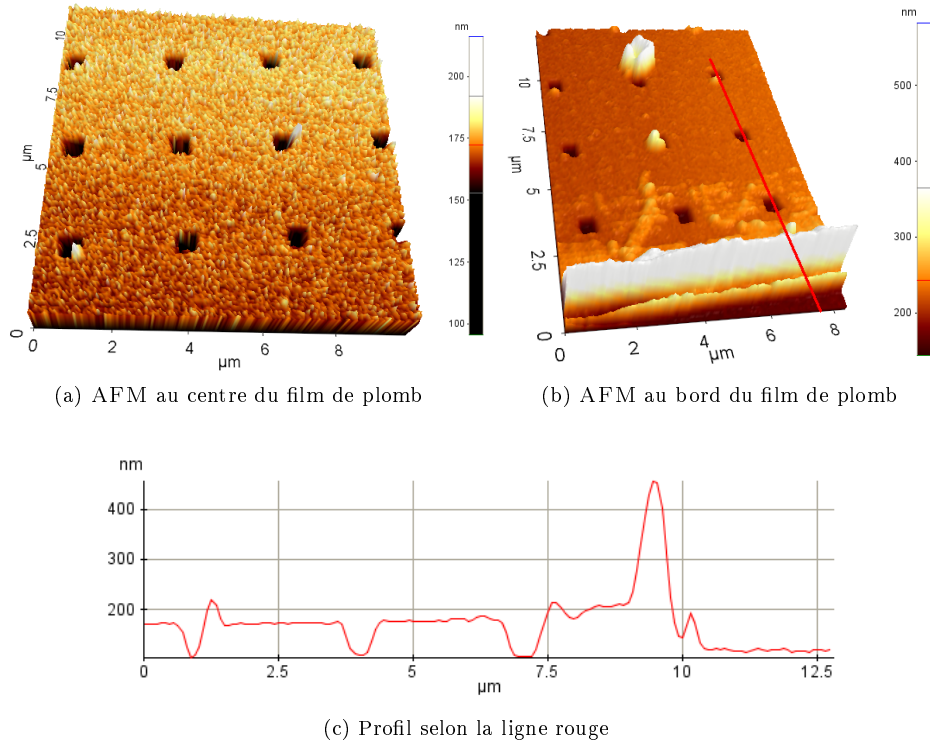


FIGURE 4.9 – Images de la surface prises par AFM (a) au centre et (b) au bord du film nanostructuré de plomb. (c) Profil de la surface du matériau selon la coupe représentée par la ligne rouge.

4.5 Champ magnétique au bord d'un ruban supraconducteur

Dans cette section, nous allons étudier le profil de la composante B_z du champ magnétique perpendiculaire au ruban supraconducteur de plomb dans l'état Meissner. Avant de nous intéresser à la distribution des vortex dans le supraconducteur en appliquant la procédure de FC, il est en effet intéressant de décrire le comportement de l'échantillon lors de l'expulsion du champ magnétique, appliqué après le refroidissement (ZFC). Après une brève description des effets de désaimantation, le développement menant à une expression théorique pour B_z est présenté. Le modèle est ensuite appliqué à une série de mesures prises au bord du film pour différentes distances z entre la sonde Hall et la surface. Ainsi, nous montrons que la SHPM est plus qu'une technique qui fournit des images du champ magnétique : elle permet de dériver des informations quantitatives. Grâce à cela, nous pourrions notamment comparer les intensités du champ magnétique et estimer la longueur de pénétration transversale λ_{\perp} et la hauteur z à laquelle les mesures sont généralement prises.

4.5.1 Effets de désaimantation

Lorsqu'un supraconducteur est dans l'état Meissner, il expulse tout le champ magnétique \vec{H}_{dc} qui lui est appliqué. Dans le cas d'un film, ceci implique une déformation importante des lignes de champ ; elles sont déviées du centre vers les bords du supraconducteur. Le champ magnétique effectif \vec{H}_{eff} au bord de l'échantillon est donc beaucoup plus intense que \vec{H}_{dc} . Cette situation est représentée à la figure 4.10. Ces effets sont pris en compte en corrigeant la relation (1.1) d'un facteur de désaimantation N :

$$\vec{B} = \mu_0(\vec{H}_{dc} + (1 - N)\vec{M}). \quad (4.10)$$

Pour un supraconducteur dans l'état Meissner, \vec{B} est nul et $\vec{M} = -\vec{H}_{eff}$. L'équation (4.10) donne

$$\vec{H}_{eff} = \frac{\vec{H}_{dc}}{(1 - N)}. \quad (4.11)$$

Dans le film de plomb étudié, N est proche de 1, car selon Brandt $N = 1 - t/a$ [47]. Au bord de l'échantillon et en surface, $1/(1 - N)$ vaut environ 6000 et $H_{eff} \gg H_{dc}$. L'aimantation est renforcée à cet endroit et les courants d'écrantage sont plus intenses. Les vortex pénètrent dans l'échantillon pour des amplitudes de H_{dc} largement inférieures au premier champ critique H_{c1} .

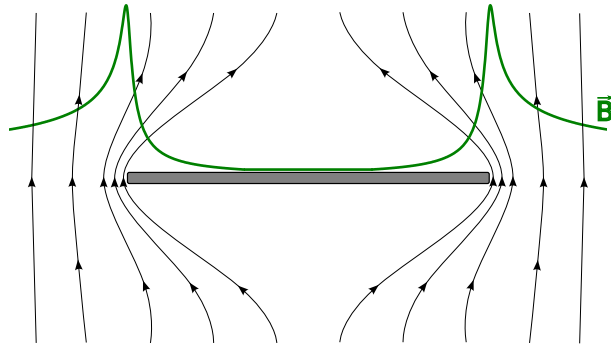


FIGURE 4.10 – Effets de désaimantation au bord d'un film mince supraconducteur dans l'état Meissner. Les lignes de flux sont repoussées par le supraconducteur et sont déviées vers les bords : le champ magnétique \vec{B} y est renforcé. Au centre de l'échantillon, \vec{B} tend vers 0 à cause de l'écrantage, tandis que loin du supraconducteur, \vec{B} tend vers le champ magnétique appliqué.

4.5.2 Expression théorique du champ magnétique

Le raisonnement suivant est mené sur le ruban supraconducteur représenté à la figure 4.11. Il occupe l'espace $|x| \leq a$, $|y| \leq L/2 \gg a$ et $|z| \leq t/2 \ll a$. Après avoir refroidi l'échantillon sous T_c , un champ magnétique constant $H_{dc} = B_{app}/\mu_0$ est appliqué perpendiculairement à la surface (procédure de ZFC). Des courants de Meissner circulent donc en boucle autour du ruban afin d'écranter H_{dc} . La distance typique sur laquelle le champ extérieur décroît est supposée grande par rapport à t , afin de considérer que le champ \vec{B} au sein du matériau ne dépend pas de z . En d'autres termes, la longueur de pénétration longitudinale λ est beaucoup plus grande que t . La densité surfacique de courant $\vec{J}_S(x, y)$ est définie en moyennant la densité volumique de courant $\vec{j}(x, y, z)$ sur l'épaisseur du ruban :

$$\vec{J}_S(x, y) = \int_{-t/2}^{t/2} \vec{j}(x, y, z) dz. \quad (4.12)$$

L'approximation qui consiste à négliger les variations du champ magnétique sur l'épaisseur du ruban est une hypothèse forte, car $\lambda(4.2\text{K}) = 93 \text{ nm} \gtrsim t = 50 \text{ nm}$.

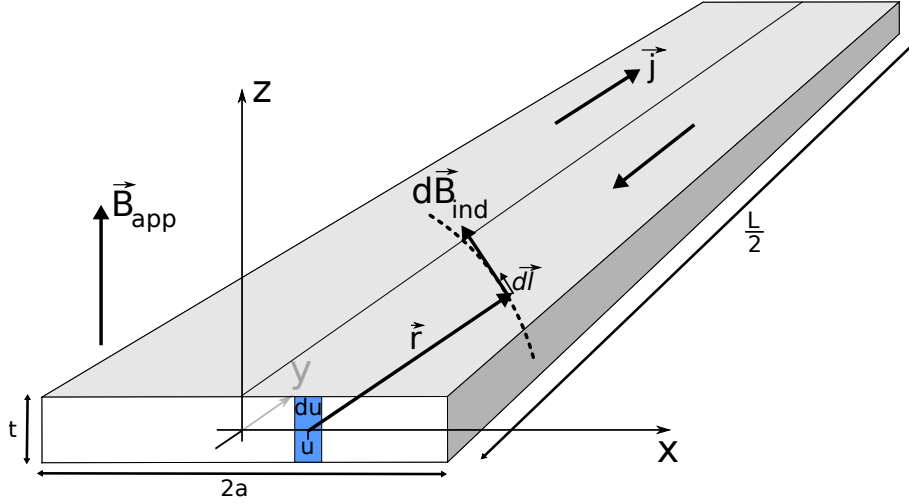


FIGURE 4.11 – Ruban mince supraconducteur dans l'état Meissner plongé dans un champ magnétique constant B_{app} . Chaque élément du centré en u est traversé par des courants d'écrantage \vec{j} et génère une contribution $d\vec{B}_{\text{ind}}$ au champ magnétique B_{ind} .

Le champ magnétique total $\vec{B}_{\text{tot}}(x, y, z)$ en un point de l'espace est la somme de deux contributions : \vec{B}_{app} d'une part et le champ $\vec{B}_{\text{ind}}(x, y, z)$ généré par les courants d'écrantage d'autre part. Puisque $L \gg a, t$, \vec{B}_{tot} ne dépend pas de y . Dans ce qui suit, seule la composante z de $\vec{B}_{\text{tot}}(x, z)$, notée $B_z(x, z)$, est d'intérêt puisqu'il s'agit de la seule à laquelle la sonde Hall est sensible. $\vec{B}_{\text{ind}}(x, z)$ est calculé sur base des notations de la figure 4.11. Le champ $d\vec{B}_{\text{ind}}$ généré par une portion infinitésimale de matériau du parcourue par un courant $I(u)$ est donnée par la loi d'Ampère

$$\oint_{\mathcal{C}} d\vec{B}_{\text{ind}}(x, z) \cdot d\vec{\ell} = \mu_0 I(u), \quad (4.13)$$

où $d\vec{\ell}$ est un vecteur unitaire tangent au contour fermé \mathcal{C} . Le choix pour \mathcal{C} se porte sur le cercle de rayon $r = \sqrt{(x-u)^2 + z^2}$ centré sur l'élément du , c'est-à-dire en $(u, 0, 0)$. $d\vec{\ell}$ est perpendiculaire à $\vec{r} = (x-u, 0, z)$ et s'écrit donc $d\vec{\ell} = (-z, 0, x-u)/r$. Puisque $d\vec{B}_{\text{ind}}(x, z)$ et $d\vec{\ell}$ sont toujours parallèles, la relation (4.13) devient :

$$2\pi r |d\vec{B}_{\text{ind}}(x, z)| = \mu_0 I(u). \quad (4.14)$$

Par symétrie, $\vec{J}_S(x, y)$ ne dépend pas de y et la densité linéique de courant $\vec{J}_L(x)$ est définie comme

$$\vec{J}_L(x) = \vec{J}_S(x, y) dy. \quad (4.15)$$

En utilisant $I(u) = J_L(u) du$, la relation (4.14) devient :

$$|d\vec{B}_{\text{ind}}(x, z)| = \frac{\mu_0}{2\pi} \frac{J_L(u)}{r} du. \quad (4.16)$$

À partir de cette expression, la composante z de $\vec{B}_{\text{ind}}(x, z)$, notée $B_{\text{ind},z}(x, z)$, se calcule en sommant les contributions de chaque portion infinitésimale du à la composante z de $d\vec{B}_{\text{ind}}(x, z) =$

$|d\vec{B}_{\text{ind}}(x, z)|(-z, 0, x - u)/r$. Elle s'écrit

$$B_{\text{ind},z}(x, z) = \int_{-a}^a \frac{x - u}{r} |d\vec{B}_{\text{ind}}(x, z)| = \frac{\mu_0}{2\pi} \int_{-a}^a \frac{(x - u)J_L(u)du}{(x - u)^2 + z^2}, \quad (4.17)$$

en utilisant la relation (4.16) et en remplaçant r . La composante z de \vec{B}_{tot} en (x, y, z) est donc donnée par

$$B_z(x, z) = \frac{\mu_0}{2\pi} \int_{-a}^a \frac{(x - u)J_L(u)du}{(x - u)^2 + z^2} + B_{\text{app}}. \quad (4.18)$$

Une expression pour $J_L(u)$ dans un ruban mince ($t \ll a$) rectangulaire est dérivée par Plourde pour un champ magnétique constant perpendiculaire à la surface [48]. Lorsque $a/\lambda_{\perp} \gg 1$, $J_L(u)$ s'écrit

$$J_L(u) = \frac{2uB_{\text{app}}}{\mu_0 \sqrt{(a^2 - u^2) + \frac{4a}{\pi}\lambda_{\perp}}}, \quad (4.19)$$

où λ_{\perp} est la longueur de pénétration transversale. Cette relation est insérée dans l'équation (4.18) et en divisant l'expression résultante par B_{app} , le changement relatif de l'amplitude du champ magnétique lorsque la sonde Hall balaie la largeur du ruban à une hauteur z prend la forme

$$\frac{B_z(x, z)}{B_{\text{app}}} = \frac{1}{\pi} \int_{-a}^a \frac{(x - u)udu}{((x - u)^2 + z^2)\sqrt{(a^2 - u^2) + \frac{4a}{\pi}\lambda_{\perp}}} + 1. \quad (4.20)$$

Cette relation sera utile pour modéliser les mesures prises à différentes distances de la surface du supraconducteur.

4.5.3 Utilisation du modèle

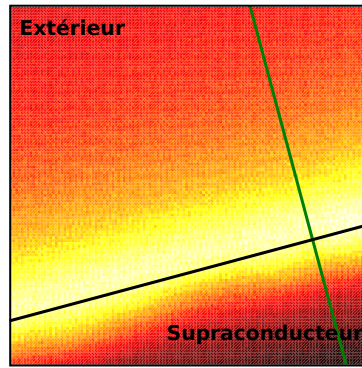


FIGURE 4.12 – Image du bord du ruban supraconducteur dans l'état Meissner plongé dans un champ magnétique. La ligne lumineuse correspondant au champ magnétique le plus intense traduit la présence des effets de désaimantation au bord de l'échantillon (ligne noire). La ligne verte représente la direction selon laquelle les coupes de la figure 4.13 sont prises.

Une série d'images est prise au bord du ruban pour différentes hauteurs z de la sonde Hall. z est augmentée à l'aide du pas p du slider vertical. Le courant dans la sonde Hall est de $35 \mu\text{A}$. Après refroidissement, l'échantillon est plongé dans un champ magnétique $B_{\text{app}} = 0.08 \text{ mT}$ (ZFC). Une des images enregistrées au cours de cette expérience se trouve à la figure 4.12. Le bord du ruban est aisément repérable par la bande lumineuse correspondant au champ magnétique généré par les

courants de Meissner¹⁹. Dix coupes perpendiculaires au bord sont prises dans chaque image. Les profils obtenus sont ensuite moyennés et divisés par B_{app} . Le profil résultant est alors modélisable par la relation (4.20). Les points expérimentaux sont repris à la figure 4.13. Lorsque z augmente, le pic dû aux effets de désaimantation s'étale, car B_z décroît rapidement avec la distance entre la surface et la sonde Hall. La désaimantation au bord du ruban a des effets à longue portée, car B_z tend lentement vers B_{app} à l'extérieur du supraconducteur. À l'intérieur du ruban en revanche, B_z décroît vers 0 sur des distances nettement plus courtes liées à la longueur de pénétration λ_{\perp} , à cause de l'expulsion du flux magnétique.

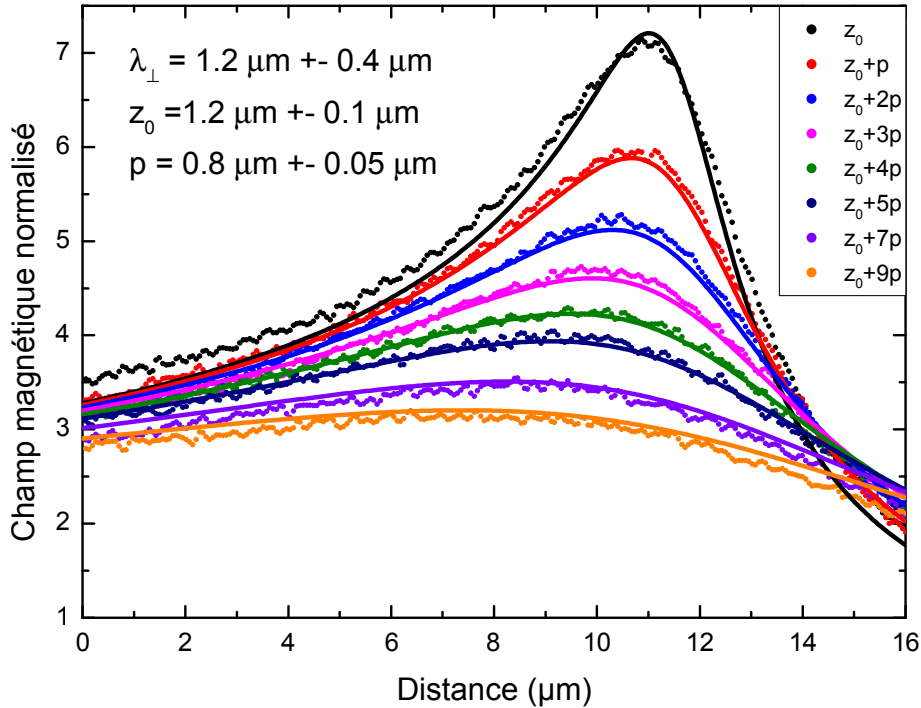


FIGURE 4.13 – Influence de la hauteur z de la sonde Hall sur le profil du champ magnétique normalisé au bord du ruban. Les courbes dépendantes calculées numériquement via la relation (4.20) pour les paramètres indiqués sur le graphe sont superposées en trait continu aux données. La hauteur augmente à partir de la hauteur initiale $z_0 = 1.2 \mu\text{m}$ d'un ou plusieurs pas $p = 0.8 \mu\text{m}$ du slider vertical. Le modèle fournit une estimation de la longueur de pénétration transversale $\lambda_{\perp} = 1.2 \mu\text{m}$.

L'expression (4.20) est évaluée numériquement pour différentes valeurs des paramètres suivants : λ_{\perp} , p et la hauteur initiale z_0 . L'influence de la taille de la sonde Hall et de la largeur du ruban est discutée à l'annexe B. Elle est négligeable pour nos données. Un ensemble de courbes dépendantes est calculé pour plusieurs jeux de paramètres jusqu'à reproduire les résultats expérimentaux. Le meilleur accord avec l'expérience est réalisé pour $\lambda_{\perp} = 1.2 \mu\text{m}$, $z_0 = 1.2 \mu\text{m}$ et $p = 0.8 \mu\text{m}$ et les profils résultants sont tracés en trait continu à la figure 4.13. L'ensemble des courbes calculées reproduit fidèlement le comportement des mesures, même si quelques déviations sont visibles aux hauteurs extrêmes (z_0 et $z_0 + 9p$). L'évolution du profil du champ avec z est en très bon accord avec le modèle et le pas $p = 0.8 \mu\text{m}$ du slider vertical corrobore la valeur théorique fournie par le fabricant.

La figure 4.14 illustre l'influence de λ_{\perp} sur le profil du champ magnétique. Lorsque λ_{\perp} est petit,

¹⁹. Une procédure similaire est utilisée pour repérer le bord de l'échantillon après l'insertion dans le LT-SHPM. Ainsi, un positionnement grossier est réalisé à l'aide du slider horizontal.

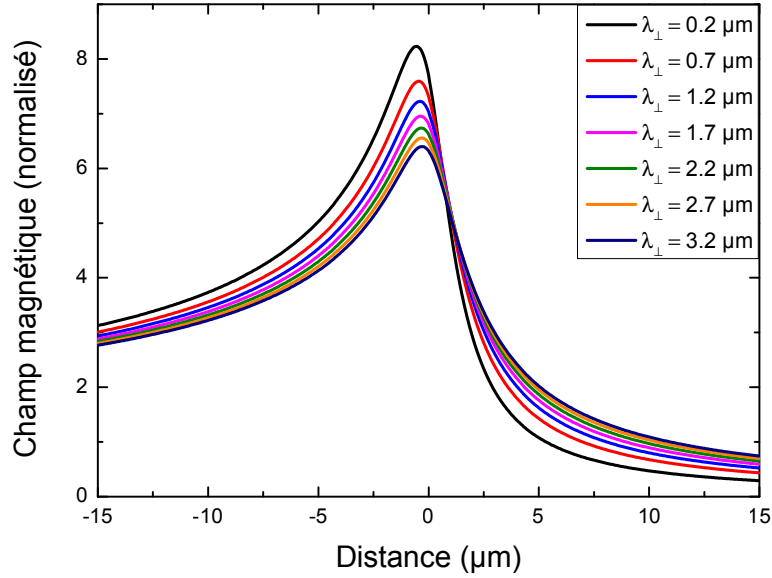


FIGURE 4.14 – Influence de λ_{\perp} sur le profil du champ magnétique pour $z = 1.2 \mu\text{m}$. L'origine de l'axe des abscisses correspond au bord du ruban. Lorsque λ_{\perp} augmente, le champ magnétique tend plus lentement vers 0 du côté du supraconducteur et le pic de désaimantation est moins intense. En revanche, les variations de λ_{\perp} n'influencent pas le profil du champ à l'extérieur du supraconducteur. Ce paramètre a relativement peu d'influence sur les courbes.

le champ magnétique décroît sur des distances plus courtes et le pic de désaimantation est plus intense. En revanche, la forme de la courbe à l'extérieur du supraconducteur n'est pas modifiée. Il est difficile d'estimer précisément λ_{\perp} , car la forme des courbes et l'intensité du pic en dépendent peu. En effet, la variation relative de l'amplitude du pic n'est que de 4.1% pour des changements énormes de $0.5 \mu\text{m}$ de λ_{\perp} autour d'une valeur de $1.2 \mu\text{m}$. Pour cette raison, l'estimation de $\lambda_{\perp} = 1.2 \mu\text{m}$ doit être considérée avec prudence. De plus, sa valeur optimale dépend de la portion de la courbe (pic, côté supraconducteur ou extérieur) reproduite avec exactitude. La valeur de $\lambda_{\perp} = 180 \text{ nm}$ calculée à la section 4.4 tient compte des corrections dues au film mince, à la présence des trous et à la limite « sale ». Cependant, d'autres effets non considérés, tels que l'influence des trous sur la distribution des courants, pourraient expliquer l'écart entre la valeur théorique et celle dérivée du modèle [49].

En conclusion, le modèle développé dans cette section nous a permis de déduire la hauteur $z_0 = 1.2 \mu\text{m}$ à laquelle la plupart des mesures sont prises avec le SHPM. En réalité, la distance entre la sonde et l'échantillon est légèrement inférieure, car il faut soustraire à z_0 l'épaisseur de la couche de germanium et de la couche d'or. Finalement, $z \approx 1 \mu\text{m}$. Nous avons également montré que le SHPM est capable de fournir des informations quantitatives fiables sur le champ magnétique. Ainsi, cette technique permet notamment de distinguer des vortex comportant un simple quantum de flux de ceux à double quanta. Les résultats présentés dans cette section pourraient prochainement faire l'objet d'une publication.

4.6 Effets de commensurabilité

Dans la section précédente, nous avons détaillé le comportement de l'échantillon dans l'état Meissner. Nous allons à présent étudier la distribution de vortex lorsque le film nanostructuré de

plomb est refroidi dans un champ magnétique perpendiculaire constant H_{dc} . Pour cette série de mesures, la procédure de FC est utilisée. H_{dc} est appliqué à une température $T = 7.5\text{K} > T_c$ et l'échantillon est ensuite refroidi jusqu'à 4.2 K. La surface de balayage de $16\ \mu\text{m} \times 16\ \mu\text{m}$ est alors scannée par la sonde Hall avec une résolution de $128\ \text{px} \times 128\ \text{px}$ et à une vitesse de $40\ \mu\text{m/s}$. Elle est située au milieu de l'échantillon. Le courant injecté dans la sonde Hall est de $20\ \mu\text{A}$. Enfin, le champ magnétique est mesuré à environ $1\ \mu\text{m}$ de la surface. L'échantillon est alors ramené à 7.5 K et un autre champ magnétique H_{dc} est appliqué. Cette procédure est répétée pour une large gamme de H_{dc} variant par pas de 0.004 mT. Elle permet d'étudier la distribution de vortex près de l'équilibre, car lors du refroidissement, le mouvement des vortex se fige à une température T_f proche de T_c [50]. Le pas choisi pour H_{dc} est inférieur au champ magnétique $\frac{\Phi_0}{16\ \mu\text{m} \times 16\ \mu\text{m}} \simeq 0.008\ \text{mT}$ nécessaire pour ajouter un vortex dans la zone étudiée.

Pour certaines valeurs particulières de H_{dc} , les vortex se disposent selon une configuration périodique. Ce phénomène est une manifestation des **effets de commensurabilité**. Ainsi, lorsque la densité de vortex est égale à la densité de trous, chaque trou est occupé par un vortex. Cette situation est représentée à la figure 4.15(a). Le réseau de vortex y reproduit exactement le réseau de trous. Le champ $H_{dc} = H_1$ pour lequel cette situation survient est appelé le **champ commensurable** (« matching field ») et s'écrit

$$H_1 = \frac{\Phi_0}{w^2} \quad (4.21)$$

pour un réseau carré de pas w . Dans le film étudié ici, H_1 vaut 0.2298 mT. Des effets de commensurabilité sont également attendus pour des champs H_n multiples de H_1 : $H_n = nH_1$. De plus, selon les simulations numériques de dynamique moléculaire réalisées par Reichhardt, des structures organisées de vortex sont prédites pour des fractions rationnelles du champ commensurable $H_{p/q} = (p/q)H_1$ [51]. Des images du réseau de vortex obtenues pour quelques champs $H_{p/q}$ se trouvent à la figure 4.15(b-f).

L'organisation des vortex en réseau périodique y est clairement visible, malgré la présence de quelques défauts. Ces derniers proviennent principalement du fait que H_{dc} n'est la plupart du temps pas exactement égal aux champs $H_{p/q}$, à cause du pas relativement grand choisi pour H_{dc} . L'observation des effets de commensurabilité est très sensible à la valeur de H_{dc} , et de légères déviations par rapport à $H_{p/q}$ suffisent à donner naissance à des défauts. Les observations sont en excellent accord avec les simulations de Reichhardt. La notion d'ancrage introduite à la section 1.5.4 joue ici un rôle prépondérant. En effet, le profil du potentiel ressenti par les vortex présente des minima marqués aux endroits où sont situés les trous. Le coût énergétique associé à la destruction locale de la supraconductivité (liée à ξ) y est réduit, puisque le flux magnétique ne passe pas par le matériau. Dans l'état mixte, les vortex traversent donc le film par les trous et y sont maintenus par une force d'ancrage \vec{F}_a . De plus, la configuration d'équilibre à H_{dc} donné est celle qui minimise l'énergie d'interaction entre vortex. Les effets de commensurabilité observés prouvent que le film supraconducteur nanostructuré est d'excellente qualité. En effet, les structures organisées mises en évidence ne sont présentes que si l'ancrage intrinsèque aléatoire du matériau, dû aux défauts et aux fluctuations de l'épaisseur, est peu influent. Ceci est le cas lorsque le matériau est de haute qualité et l'ancrage artificiel l'emporte alors sur l'ancrage intrinsèque aléatoire.

Lorsque H_{dc} est supérieur à H_1 , des vortex apparaissent entre les sites d'ancrage (figure 4.16 (a)). Ils portent le nom de **vortex interstitiels**. En outre, des vortex porteurs d'un flux $2\Phi_0$, appelés **vortex à double quanta de flux**, sont localisés aux emplacements des trous (figure 4.16 (b)). Si H_{dc} augmente davantage, les deux types de vortex apparaissent conjointement en nombre

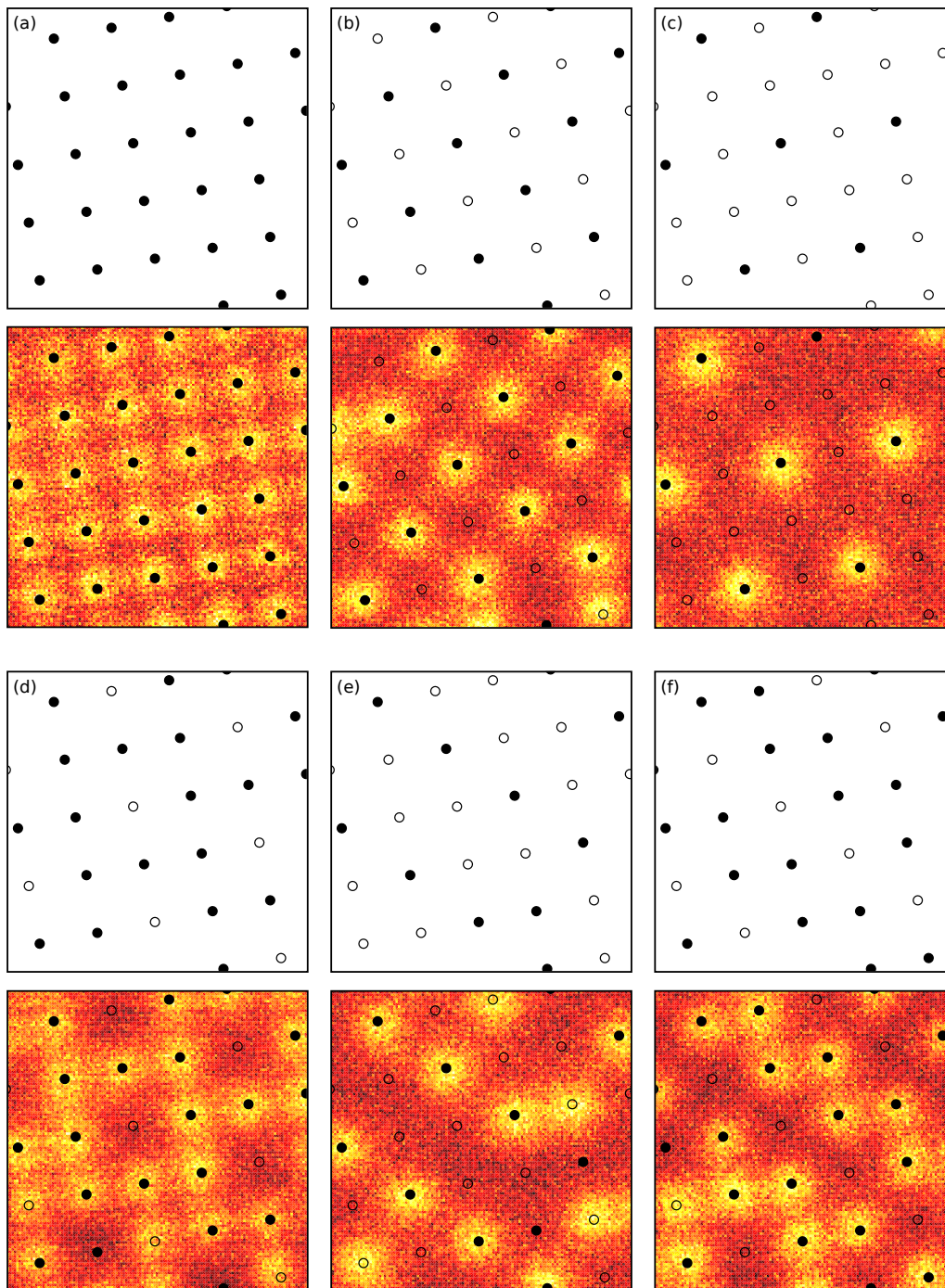


FIGURE 4.15 – Effets de commensurabilité pour un champ magnétique appliqué H_{dc} proche du champ commensurable H_1 et de différents champs fractionnaires $H_{p/q}$: (a) $H_{dc} = H_1$; (b) $H_{dc} = H_{1/2}$; (c) $H_{dc} = H_{1/4}$; (d) $H_{dc} = H_{3/4}$; (e) $H_{dc} = H_{1/3}$; (f) $H_{dc} = H_{2/3}$. Les cercles pleins correspondent aux positions théoriques des vortex prédites par Reichhardt, tandis que les cercles vides indiquent les lacunes. L'observation de structures ordonnées, conformément à la théorie, indique que l'ancrage intrinsèque aléatoire est dominé par l'ancrage artificiel du réseau de trous.

semblable (figure 4.16 (c)). D'après cette image, il semble que la différence d'énergie entre les vortex interstitiel et à double quanta de flux est faible, puisque ces deux entités sont observées avec une probabilité similaire.

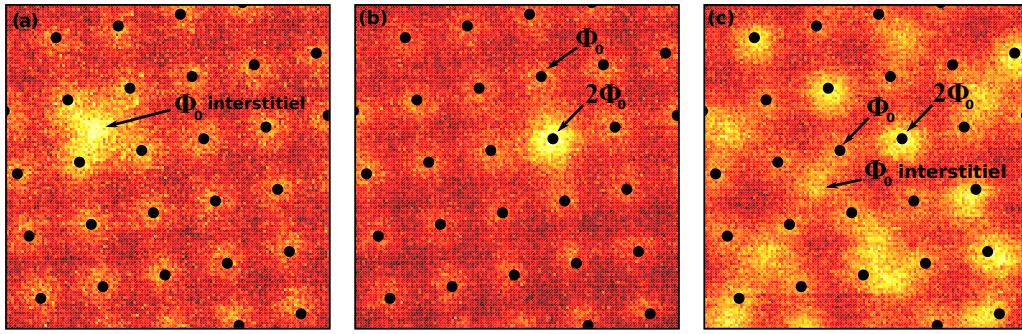


FIGURE 4.16 – Réseau de vortex pour un champ appliqué H_{dc} supérieur au champ commensurable H_1 . (a) Présence d'un vortex interstitiel (Φ_0), situé entre les trous du réseau. (b) Présence d'un vortex à double quanta de flux ($2\Phi_0$), situé sur un trou. (c) Réseau comportant plusieurs vortex interstitiels et à double quanta de flux. La présence en nombre semblable des deux types de vortex indique que la différence d'énergie entre les deux états est faible.

Le nombre maximal n_v de quanta de flux contenus dans un trou n'est pas simple à estimer, car il n'existe pas de théorie complète sur le sujet. Néanmoins, n_v dépend de façon générale des dimensions du trou (rayon R pour un cercle, demi-longueur de côté $b/2$ pour un carré ...) et de la longueur de cohérence $\xi(T_f)$ comme suit :

$$n_v \propto \frac{b}{\xi(T_f)}. \quad (4.22)$$

Mkrtchyan et Schmidt ont dérivé une relation théorique donnant la valeur de n_v dans le cadre de l'approximation de London ($\kappa \gg 1$) [52]. Pour un défaut cylindrique isolant de profondeur infinie et de rayon $R \ll \lambda(T_f)$, n_v est approximativement donné par

$$n_v \approx \frac{R}{2\xi(T)}. \quad (4.23)$$

Dans notre échantillon où $R \sim b/2 \sim 300$ nm et $\xi(T_f) > 180$ nm si la limite inférieure pour T_f est fixée à 7 K, cette relation donne $n_v < 0.85$. Bien que simple à utiliser, ce modèle n'est pas approprié et tend à sous-estimer la valeur de n_v . De fait, la condition $R \ll \lambda(T_f)$ n'est pas vérifiée, puisque $\lambda(T_f)$ est supérieure à 360 nm. Il faut donc passer à une théorie plus complexe, proposée par Nordborg et Vinokur. Ces derniers ont généralisé le raisonnement de Mkrtchyan et Schmidt à l'interaction entre un vortex et un défaut cylindrique de profondeur infinie et de rayon $R \gtrsim \lambda$ contenant q quanta de flux [53]. Dans ce cas, l'énergie d'interaction par unité de longueur $U_q(r)$ le long d'une ligne de flux magnétique est donnée par

$$U_q(r) = \frac{2\pi}{RK_0(R)\kappa^2} \frac{K_0(r)^2 + 2qK_0(R)K_0(r)}{K_1(R) + \frac{R}{2}K_0(R)} - \frac{2\pi}{RK_0(R)\kappa^2} \sum_n \frac{K_n(r)^2 I_n(R)}{K_n(R)}, \quad (4.24)$$

où I_n et K_n sont des fonctions de Bessel d'ordre n de première et deuxième espèce respectivement et r est la distance entre le vortex et le bord du cylindre. Toutes les distances sont exprimées en unités de λ , et donc $R \sim 1$.

Le figure 4.17 reprend les énergies d'interaction calculées par simulation numérique pour des défauts contenant entre 0 et 3 quanta de flux. Pour $q = 0$, l'énergie est négative pour tout r et l'interaction est toujours attractive. En revanche, dès qu'un vortex occupe le trou ($q = 1$), une

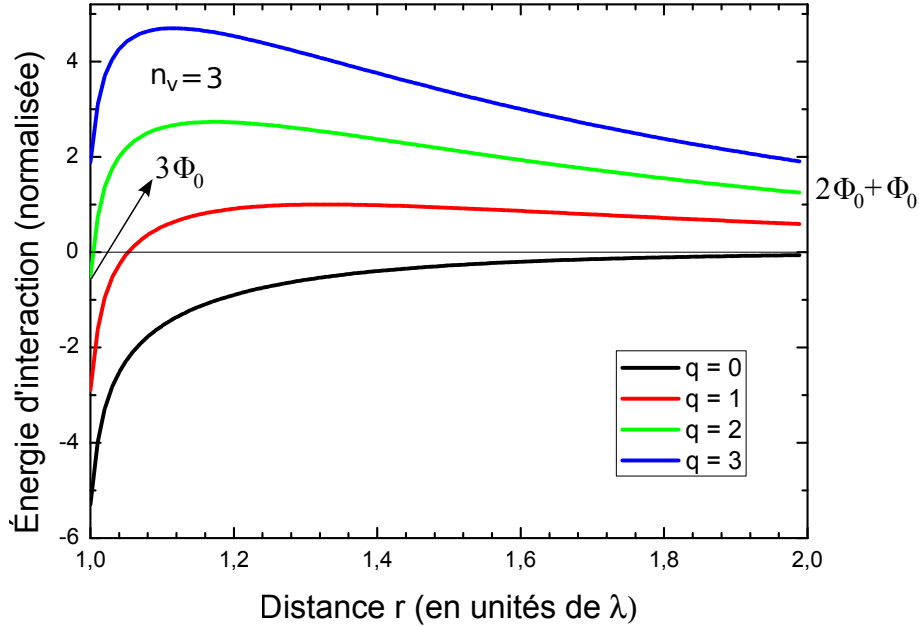


FIGURE 4.17 – Énergie d’interaction entre un vortex et un défaut cylindrique de rayon $R = \lambda = 1$ contenant q quanta de flux. Les courbes sont normalisées par la valeur maximale de la courbe $q = 1$. L’énergie d’interaction par unité de longueur $U_q(r)$ présente un minimum global en $r = 1$ pour $q < 3$, tandis que $U_q(r) > 0$ pour tout r lorsque $q \geq 3$. Dès lors, le nombre maximal n_v de quanta de flux contenus dans un trou vaut 3.

barrière de potentiel apparaît et l’interaction devient répulsive à longue distance. La hauteur de la barrière augmente lorsque davantage de quanta de flux occupent le trou. Pour des valeurs de $q < 3$, l’énergie est négative en $r = R$ et elle est minimale en cet endroit. Il est donc favorable d’un point de vue énergétique pour un vortex de se trouver à l’endroit du trou. Par contre lorsque $q \geq 3$, l’énergie est positive partout et la position d’équilibre se trouve en $r = +\infty$. D’après cette simulation, n_v vaut 3, car l’énergie d’interaction devient positive en $r = R$ à partir de $q = 3$. L’apparition d’une barrière de potentiel pour $q \geq 1$ est responsable de la présence de configurations métastables et explique la coexistence de vortex interstitiels (Φ_0) et de vortex à double quanta de flux piégés ($2\Phi_0$) à la figure 4.16(c).

Bien qu’instructif, ce modèle ne détermine pas avec précision la valeur de n_v , car il ne considère qu’un trou isolé et néglige la présence des autres trous du réseau. De plus, le potentiel d’ancrage varie selon la forme des trous, carrés dans notre échantillon et non cylindriques. Une description correcte nécessite également la prise en compte de l’amplitude de H_{dc} , car Doria a montré que n_v augmente avec le champ [54]. En prenant en compte la présence d’un réseau de trous, Kalfin et Shapiro ont démontré que le profil du potentiel présente non seulement des puits profonds à la position des trous, mais aussi des puits peu marqués pour les positions interstitielles [55]. Lorsque les trous sont occupés, l’interaction répulsive renforce les puits interstitiels. Pour $q = n_v$, le potentiel répulsif force les nouveaux vortex à occuper les positions interstitielles : cet effet est appelé « caging effect » (littéralement « effet d’emprisonnement »). Les images montrent aussi bien des vortex interstitiels que des vortex à deux quanta de flux, donc la différence d’énergie entre ces deux états est faible.

4.7 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons utilisé la SHPM pour mesurer le champ magnétique à la surface d'un film supraconducteur nanostructuré de plomb. Tout d'abord, nous avons développé un modèle qui décrit les effets de désaimantation survenant au bord du film supraconducteur de plomb dans l'état Meissner. Nous l'avons ensuite appliqué à une série de mesures du champ magnétique en fonction de la distance z entre la sonde Hall et l'échantillon. Le modèle fournit les estimations $z \approx 1 \mu\text{m}$ et $\lambda_{\perp} \simeq 1.2 \mu\text{m}$.

Ensuite, nous avons mis en évidence des effets de commensurabilité dans le film nanostructuré à l'aide des images prises avec le SHPM, après avoir refroidi l'échantillon dans un champ magnétique. Ces effets sont conditionnés par le profil du potentiel perçu par les vortex et ils ne sont présents que si l'ancrage intrinsèque aléatoire est peu influent. Dans le film nanostructuré de plomb, l'ancrage intrinsèque est donc largement dominé par les centres d'ancrage artificiels. De plus, nous avons mis en évidence la présence de vortex interstitiels et à double quanta de flux lorsque tous les trous sont occupés par un vortex.

La haute qualité du film nanostructuré de plomb et l'excellent contrôle exercé sur le profil du potentiel via l'ancrage artificiel nous permettent d'envisager l'étude des phénomènes dynamiques, développée au chapitre suivant.

Chapitre 5

Microscopie à sonde Hall en régime dynamique

5.1 Introduction

Précédemment, nous avons appliqué un champ magnétique constant perpendiculairement à l'échantillon supraconducteur pour mesurer grâce à la SHPM la réponse magnétique, indépendante du temps. Dans ce chapitre, une adaptation de cette technique pour l'étude locale des phénomènes dynamiques est utilisée. Appelée microscopie de susceptibilité AC à balayage (« scanning ac-susceptibility microscopy » ou $S\mu M$), elle permet de cartographier les variations temporelles du champ magnétique à la surface du supraconducteur. Il s'agit de la première technique à donner accès à une visualisation directe de la dynamique des vortex. Elle apporte ainsi une contribution prépondérante à l'étude des mécanismes d'ancrage, mais aussi des phénomènes dissipatifs qui apparaissent sous certaines circonstances. Il s'agit d'un sujet d'importance, car la dissipation d'énergie limite actuellement les applications technologiques des supraconducteurs et l'intensité des courants qui y sont injectés. Nous appliquerons la $S\mu M$ au ruban nanostructuré de plomb présenté à la section 4.4 pour deux types de perturbations : un champ magnétique alternatif et un courant alternatif.

5.1.1 Microscopie de susceptibilité AC à balayage

La $S\mu M$ est une technique basée sur la SHPM. Elle permet dès lors d'atteindre une résolution spatiale similaire, de l'ordre de la taille des vortex. Deux modifications majeures sont apportées à la SHPM. D'une part, il est nécessaire de perturber la configuration d'équilibre du supraconducteur pour observer le régime dynamique. Ceci est possible soit en plongeant l'échantillon dans un champ magnétique oscillant, soit en injectant un courant alternatif directement dans le ruban supraconducteur. D'autre part, un amplificateur lock-in est ajouté au dispositif afin d'extraire et d'amplifier les composantes du champ magnétique en phase et hors phase avec la perturbation. Celles-ci sont reliées à la réponse inductive et à l'énergie dissipée au sein du matériau, comme nous le verrons à la section 5.3.

Contrairement aux mesures macroscopiques qui moyennent le champ magnétique sur l'ensemble du supraconducteur, la $S\mu M$ est sensible aux variations locales de la susceptibilité magnétique AC. Elle lie la réponse macroscopique de l'échantillon aux mécanismes microscopiques qui lui donnent

naissance en apportant une preuve expérimentale aux modèles théoriques existants. Les images obtenues donnent accès à des informations sur les mécanismes de dissipation d'énergie et d'ancrage des vortex.

5.1.2 Objectifs

Dans ce chapitre, nous étudierons les mécanismes d'ancrage des vortex dans un ruban nanostructuré de plomb. Tout d'abord, nous introduirons les principes de la $S\mu M$ en prenant des mesures loin de la surface de l'échantillon, pour déterminer la température critique notamment. Nous visualiserons ensuite la réponse locale du supraconducteur plongé dans un champ magnétique oscillant. Enfin, nous tenterons de mettre en évidence pour la première fois la réponse des vortex perturbés par un courant oscillant. Des différences dans le comportement dynamique selon le type de vortex (interstitiels et porteurs d'un ou deux quanta de flux) et la perturbation (courant ou champ magnétique) seront mises en évidence sur bases des images.

5.2 Dispositif expérimental

Le dispositif expérimental de la $S\mu M$ est basé sur celui de la SHPM, auquel quelques modifications ont été apportées. Celles-ci sont décrites dans cette section et le principe de fonctionnement de la technique y est également présenté.

5.2.1 De la SHPM vers la $S\mu M$

Au cours de cette expérience, une distribution de vortex est établie dans l'échantillon grâce à l'application d'un champ magnétique constant \vec{H}_{dc} . Elle est ensuite perturbée de deux façons différentes, représentées à la figure 5.1. Dans un premier temps, un champ magnétique oscillant $\vec{H}_{ac}(t)$ est appliqué en superposition à \vec{H}_{dc} . Il est produit en injectant un courant alternatif dans la bobine située sur la tête de balayage du LT-SHPM. Les courants d'écrantage $\vec{J}(x, y, t)$ oscillent à la même fréquence que la perturbation. L'influence de cette dernière décroît vers le centre de l'échantillon, car le champ magnétique est écranté par les courants sur une distance liée à la longueur de pénétration. Les vortex oscillent dans la direction perpendiculaire au bord du ruban supraconducteur. Dans un second temps, la même source de courant est utilisée pour injecter un courant alternatif $I_{ac}(t)$ directement dans le ruban supraconducteur. La densité de courant $\vec{J}(x, y, t)$ varie alors plus uniformément que lors de l'utilisation de $\vec{H}_{ac}(t)$ et l'ensemble du ruban supraconducteur est atteint¹. Les vortex oscillent dans la direction perpendiculaire à $I_{ac}(t)$. La variation temporelle de $\vec{J}(x, y, t)$ permet d'exciter les vortex autour de leur position d'équilibre en induisant des oscillations de la force de Lorentz, comme nous le verrons en détail à la section 5.4.1.

La sonde Hall est sensible à la composante perpendiculaire du champ magnétique $B_z(x, y, t)$ et fournit une tension de Hall $V_H(x, y, t)$ qui y est proportionnelle. Un amplificateur lock-in se charge d'extraire les composantes $V_X(x, y)$ et $V_Y(x, y)$, qui sont respectivement les composantes de $V_H(x, y, t)$ en phase et en quadrature de phase avec l'excitation. Celles-ci sont reliées aux parties réelle et imaginaire de la perméabilité magnétique relative, notées $\mu'_r(x, y)$ et $\mu''_r(x, y)$ (voir section 5.4). La sonde balaie la surface de l'échantillon et cartographie $\mu'_r(x, y)$ et $\mu''_r(x, y)$ en chaque point

1. Le courant n'est pas parfaitement uniforme dans l'échantillon, car la présence des trous engendre des inhomogénéités [49].

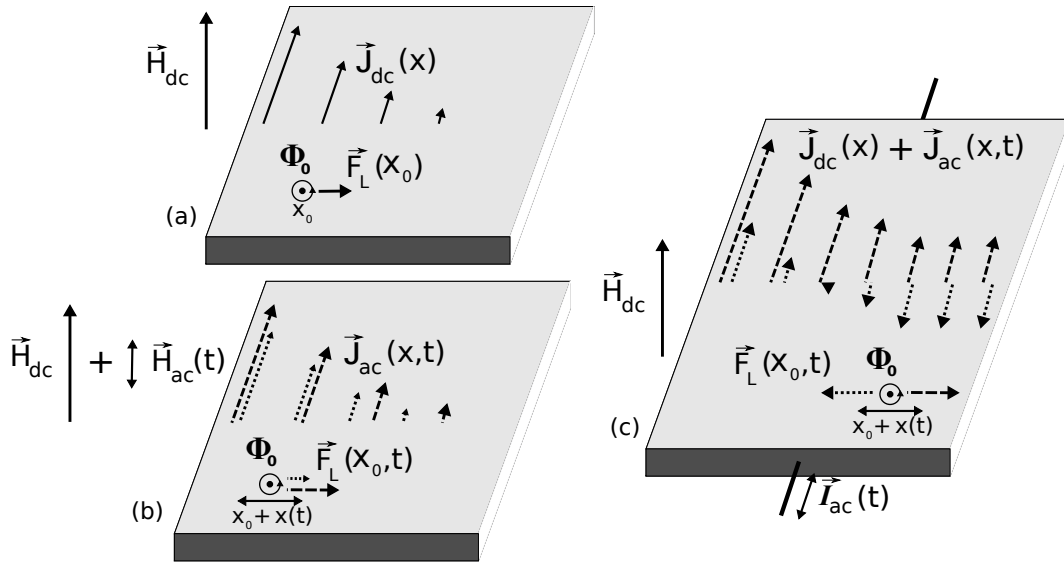


FIGURE 5.1 – Représentation des deux types de perturbation de la distribution de vortex induite par \vec{H}_{dc} . (a) Configuration d'équilibre : \vec{H}_{dc} donne naissance à des courants d'écrantage \vec{J}_{dc} indépendants du temps. Le vortex est soumis à une force de Lorentz \vec{F}_L à la position d'équilibre x_0 . (b) Perturbation par un champ magnétique oscillant $\vec{H}_{ac}(t)$. Elle induit des variations temporelles de \vec{F}_L et décroît vers le centre de l'échantillon. (c) Perturbation par un courant oscillant $I_{ac}(t)$. Elle se superpose à \vec{J}_{dc} et induit également des variations de \vec{F}_L . Son influence est perceptible dans tout l'échantillon.

(x, y) : des images 2D sont ainsi formées. Le fonctionnement de l'amplificateur lock-in, instrument clé du dispositif de $S\mu M$, est à présent examiné en détail.

5.2.2 Amplificateur lock-in

Un amplificateur lock-in est un instrument capable de détecter des signaux alternatifs de faible amplitude, même s'ils sont noyés dans le bruit. Ainsi, lorsqu'un signal quelconque² est mesuré, l'amplificateur lock-in amplifie et isole la composante qui varie à la même fréquence ω_r qu'un signal de référence.

Pour fixer les idées, le cas d'une tension de référence $V_r(t)$ donnée par

$$V_r(t) = V_r \sin(\omega_r t + \theta_r) \quad (5.1)$$

est considéré, et le signal mesuré est de la forme

$$v_s(t) = v_s \sin(\omega_s t + \theta_s) + \sum_{\omega_b \neq \omega_s} v_b(\omega_b) \sin(\omega_b t + \theta_b), \quad (5.2)$$

où le premier terme décrit le signal utile et le second représente la contribution du bruit³. La figure 5.2 schématise le traitement du signal réalisé par l'amplificateur lock-in. Tout d'abord, la tension

2. En général, toutes les fréquences sont représentées car le bruit est présent dans l'ensemble du spectre.

3. Nous supposons pour simplifier le développement que le bruit contribue à toutes les fréquences sauf ω_s .

$v_s(t)$ est amplifiée et le signal $V_s(t)$ résultant est multiplié par $V_r(t)$. Le résultat, noté $V_1(t)$, s'écrit

$$V_1(t) = V_r V_s \sin(\omega_r t + \theta_r) \sin(\omega_s t + \theta_s) + V_r \sin(\omega_r t + \theta_r) \sum_{\omega_b \neq \omega_s} V_b(\omega_b) \sin(\omega_b t + \theta_b). \quad (5.3)$$

En utilisant la relation $\sin x \sin y = (\cos(x - y) - \cos(x + y))/2$, l'expression de $V_1(t)$ devient

$$V_1(t) = \frac{1}{2} V_r V_s \cos[(\omega_s - \omega_r)t + \theta_s - \theta_r] - \frac{1}{2} V_r V_s \cos[(\omega_s + \omega_r)t + \theta_s + \theta_r] + \frac{1}{2} V_r \sum_{\omega_b \neq \omega_s} V_b(\omega_b) \cos[(\omega_b - \omega_r)t + \theta_b - \theta_r] - \frac{1}{2} V_r \sum_{\omega_b \neq \omega_s} V_b(\omega_b) \cos[(\omega_b + \omega_r)t + \theta_b + \theta_r]. \quad (5.4)$$

Ce signal est une somme de deux tensions sinusoïdales de fréquence $\omega_s - \omega_r$ et $\omega_s + \omega_r$, auxquelles s'ajoutent les oscillations dues au bruit à toutes les fréquences $\omega_b - \omega_r$ et $\omega_b + \omega_r$. Ainsi, lorsque $V_1(t)$ est transmis dans un filtre passe-bas idéal⁴ avec une fréquence de coupure $\omega_c = 0$, la tension de sortie V_X est continue et tous les signaux alternatifs sont supprimés. Dans ce travail, la tension de référence $V_r(t)$ suit exactement les variations du signal (courant ou champ magnétique alternatifs) qui perturbe le système étudié à l'aide d'une boucle à phase asservie (de l'anglais « phase-locked loop » ou PLL). Celle-ci garantit que les deux signaux ont la même fréquence et la même phase, même en cas de légères fluctuations du signal source. Si le système est linéaire, $\omega_s = \omega_r$ et V_X s'écrit

$$V_X = \frac{1}{2} V_s V_r \cos(\theta), \quad (5.5)$$

avec $\theta \equiv \theta_s - \theta_r$. V_X mesure alors la réponse du système en phase avec la perturbation.

Un amplificateur lock-in à double détecteur de phase, tel que le modèle SR830 de Stanford Research Systems utilisé dans cette expérience, est également capable de mesurer la réponse du système en quadrature de phase avec la perturbation. En effet, une seconde tension de référence $V_{r2}(t) = V_r \sin(\omega_r t + \theta_r + \pi/2)$ décalée de 90° par rapport à la première donne accès à une tension de sortie V_Y , dont l'expression est :

$$V_Y = \frac{1}{2} V_s V_r \sin(\theta). \quad (5.6)$$

Cette seconde mesure permet d'éliminer la dépendance en θ et d'accéder ainsi directement à l'amplitude V_s de la réponse du système en calculant le module

$$R = \sqrt{V_X^2 + V_Y^2} = \frac{1}{2} V_r V_s. \quad (5.7)$$

En réalité, le filtre passe-bas moyenne le produit de la tension de référence avec le signal mesuré sur un certain intervalle de temps T , appelé la constante de temps ou le temps d'intégration. V_X s'exprime alors

$$V_X(T) = \frac{1}{T} \int_{t-T}^t V_r(t') V_s(t') dt' \quad (5.8)$$

4. Un filtre passe-bas idéal supprime toutes les composantes du signal de fréquence supérieures à la fréquence de coupure ω_c .

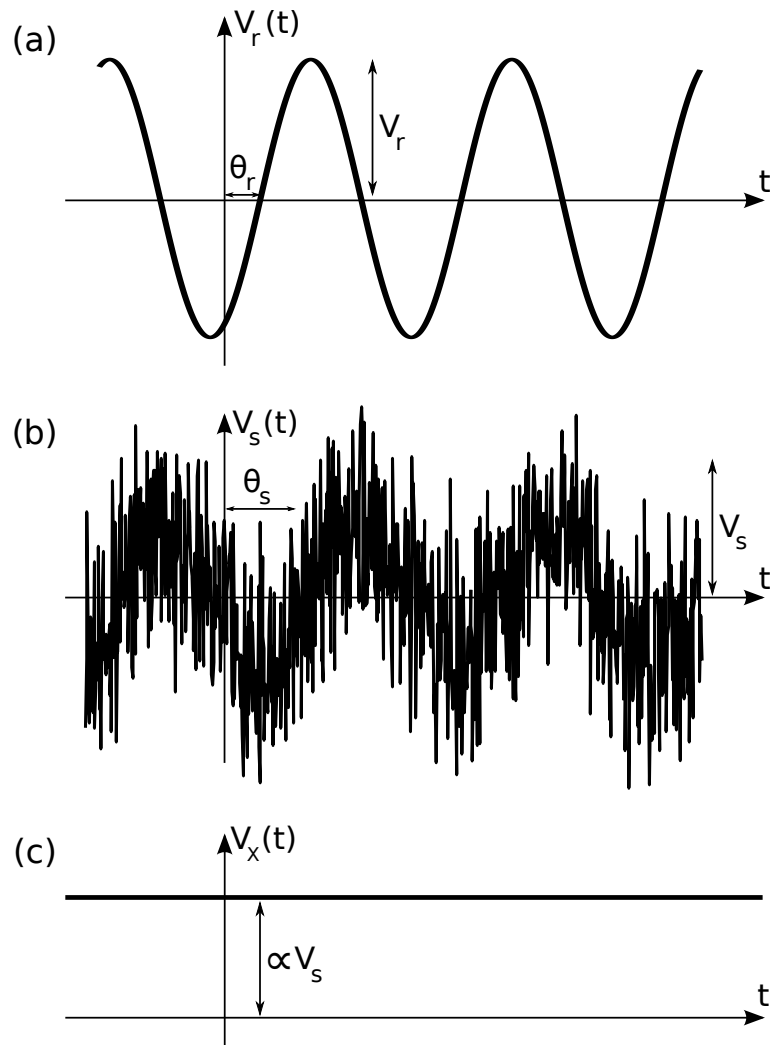


FIGURE 5.2 – Principe de fonctionnement d’un amplificateur lock-in idéal. (a) Tension de référence $V_r(t)$ de fréquence ω_r . Dans cette expérience, elle suit exactement les variations de la perturbation du système. (b) Signal mesuré $V_s(t)$ provenant du système, après amplification. Il est composé d’un signal utile d’amplitude V_s et de fréquence $\omega_s = \omega_r$ (système linéaire) et de bruit à toutes les fréquences. (c) Tension de sortie V_X obtenue par la multiplication de $V_s(t)$ et $V_r(t)$ suivie d’un filtrage.

et toutes les fréquences supérieures à $\omega_c = 2\pi/T$ sont enlevées. Dans le cas parfait considéré précédemment, $T = +\infty$ et ω_c est nulle. En pratique, la valeur de T est choisie aux alentours de $T \simeq 5 \times 2\pi/\omega_s$ pour éliminer la majeure partie du bruit et la réponse du système aux fréquences multiples de ω_s .

La sensibilité S de l’amplificateur lock-in est également choisie par l’utilisateur. Elle correspond à la valeur du signal mesuré qui est associé à la tension maximale de sortie du lock-in. Ainsi, si le signal mesuré est inférieur à S , la tension de sortie diminue en proportion. En revanche, s’il est supérieur à S , la tension de sortie sature à sa valeur maximale.

5.3 Mesures macroscopiques

Avant de nous intéresser aux mesures locales de $\mu'_r(x, y)$ et $\mu''_r(x, y)$, nous allons commencer par décrire la théorie dans le cas macroscopique, c'est-à-dire lorsque la distance entre la sonde Hall et l'échantillon est suffisamment élevée. Dans cette configuration, la sonde mesure la réponse moyenne de larges portions de la surface du supraconducteur. Ce type de mesures permet de dériver des grandeurs physiques macroscopiques telles que la susceptibilité magnétique globale ou la température critique. Ainsi, la théorie sera illustrée en déterminant T_c pour le film nanostructuré de plomb que nous étudions.

5.3.1 Susceptibilité magnétique macroscopique

Lors d'une expérience de mesure de la susceptibilité magnétique macroscopique, un échantillon est plongé dans un champ magnétique alternatif $H_{ac}(t)$ de la forme⁵

$$H_{ac}(t) = H_{ac} \cos(\omega t), \quad (5.9)$$

d'amplitude H_{ac} et de fréquence angulaire ω . En utilisant les notations présentées à la section 1.1.2, le champ magnétique B mesuré s'écrit

$$\langle B \rangle(t) = \mu_0 (\langle M \rangle(t) + \langle H_{ac} \rangle(t)), \quad (5.10)$$

où la notation $\langle a \rangle$ représente la moyenne de a sur une large portion de l'échantillon. En général, la réponse mesurée oscille avec une période identique à celle de l'excitation (système linéaire). Ceci permet de développer $\langle B \rangle(t)$ en série de Fourier :

$$\langle B \rangle(t) = \mu_0 H_{ac} \sum_{n=1}^{+\infty} [\langle \mu'_n \rangle \cos(n\omega t) + \langle \mu''_n \rangle \sin(n\omega t)]. \quad (5.11)$$

$\langle \mu'_n \rangle$ et $\langle \mu''_n \rangle$ sont respectivement les parties réelle et imaginaire du nième coefficient de Fourier $\langle \mu_n \rangle = \langle \mu'_n \rangle + i\langle \mu''_n \rangle$. Lorsque H_{ac} est petit, c'est-à-dire que le système est perturbé faiblement, le développement est limité au premier ordre et s'écrit

$$\langle B \rangle(t) \simeq \mu_0 H_{ac} [\langle \mu'_1 \rangle \cos(\omega t) + \langle \mu''_1 \rangle \sin(\omega t)]. \quad (5.12)$$

En effet, le nième coefficient est proportionnel à H_{ac}^{n-1} , donc les termes d'ordre $n > 1$ sont négligeables pour les petites perturbations et il est suffisant de se limiter à l'expression linéaire en H_{ac} [56]. Le coefficient $\langle \mu_1 \rangle$ est assimilable à la perméabilité relative complexe, car au premier ordre, l'expression (5.10) s'écrit aussi

$$\langle B \rangle(t) \simeq \mu_0 \langle \mu_1 \rangle \langle H_{ac} \rangle(t) \quad (5.13)$$

Puisque $\langle \mu_1 \rangle = \langle \mu'_1 \rangle + i\langle \mu''_1 \rangle$, le premier terme est lié à la réponse $\langle B' \rangle$ en phase avec l'excitation, tandis que le second est lié à la réponse $\langle B'' \rangle$ en quadrature de phase. L'amplificateur lock-in extrait $V_X = \langle B' \rangle = \mu_0 H_{ac} \langle \mu'_1 \rangle$ et $V_Y = \langle B'' \rangle = \mu_0 H_{ac} \langle \mu''_1 \rangle$ et la réponse macroscopique de l'échantillon au champ magnétique oscillant est ainsi complètement décrite. En effet, une réécriture de l'équation (5.10) donne une expression pour l'aimantation $\langle M \rangle(t)$, qui représente la réponse de l'échantillon

5. Dans ce développement, toutes les grandeurs vectorielles sont dirigées selon l'axe vertical (perpendiculaire à la surface de l'échantillon) et seul leur module est considéré.

seul :

$$\langle M \rangle(t) = \frac{\langle B \rangle(t)}{\mu_0} - \langle H_{ac} \rangle(t) = \langle \chi_1 \rangle \langle H_{ac} \rangle(t) \quad (5.14)$$

où $\langle \chi_1 \rangle = \langle \chi'_1 \rangle + i\langle \chi''_1 \rangle$ est la susceptibilité magnétique complexe. Dès lors, $\langle \chi'_1 \rangle = \langle \mu'_1 \rangle - 1$ et $\langle \chi''_1 \rangle = \langle \mu''_1 \rangle$.

$\langle \mu'_1 \rangle$ est liée à la réponse inductive du matériau et à l'écrantage du champ magnétique. En effet, l'énergie magnétique volumique moyenne W_h fournie par $H_{ac}(t)$ à l'échantillon s'écrit [57]

$$W_h = \frac{1}{T} \int_0^T H_{ac}(t) \langle B \rangle(t) dt = \langle \mu'_1 \rangle \frac{\mu_0 H_{ac}^2}{2}. \quad (5.15)$$

Elle est calculée sur une période T d'oscillation de $H_{ac}(t)$. L'énergie par unité de volume en l'absence de matériau étant de $W_0 = \mu_0 H_{ac}^2 / 2$, la présence de l'échantillon engendre une différence d'énergie ΔW donnée par

$$\Delta W = W_h - W_0 = \langle \chi'_1 \rangle \frac{\mu_0 H_{ac}^2}{2}. \quad (5.16)$$

Ainsi, lorsque $\langle \chi'_1 \rangle < 0$, la présence du matériau (diamagnétique) diminue l'énergie magnétique volumique, tandis qu'elle augmente lorsque $\langle \chi'_1 \rangle > 0$ (matériau paramagnétique). Pour un supraconducteur dans l'état Meissner, $\langle \chi'_1 \rangle = -1$ et $W_h = 0$.

$\langle \mu''_1 \rangle$ est liée à l'énergie volumique W_q dissipée sous forme de chaleur dans l'échantillon au cours d'une période de H_{ac} [57] :

$$W_q = \int_0^T \langle H_{ac} \rangle(t) \frac{d\langle B \rangle(t)}{dt} dt = \pi \mu_0 \langle \mu''_1 \rangle H_{ac}^2. \quad (5.17)$$

Cette relation⁶ établit clairement le lien entre $\langle \mu''_1 \rangle$ et les pertes d'énergie. Ainsi, si la réponse de l'échantillon présente une composante hors phase, elle traduit la présence de dissipation et $\langle \mu''_1 \rangle$ est toujours positive.

5.3.2 Détermination de la température critique de l'échantillon

Il est possible de déterminer la température critique T_c du ruban nanostructuré de plomb en mesurant la susceptibilité magnétique complexe $\langle \chi \rangle$ en fonction de la température T . Un autre moyen de procéder serait de mesurer la résistance $R(T)$ de l'échantillon en fonction de T et de repérer la température à laquelle elle s'annule. La valeur de T_c déterminée par cette méthode différerait légèrement de celle obtenue par les mesures de susceptibilité, car les phénomènes physiques liés aux mesures sont différents. En effet, la résistance R s'annule lorsqu'il existe un chemin supraconducteur entre les deux électrodes connectant le matériau au circuit extérieur. En revanche, $\langle \chi \rangle$ dépend des boucles de courant écrantant le champ magnétique extérieur, qui apparaissent lorsque de grandes portions de l'échantillon sont supraconductrices.

Un champ magnétique $H_{ac}(t) = H_{ac} \cos(\omega t)$ oscillant à une fréquence $\omega = 77.123$ Hz et d'amplitude $H_{ac} = 0.04$ mT est appliqué. Le seul champ magnétique permanent est le champ rémanent des aimants supraconducteurs du cryostat, de l'ordre du gauss. Il n'a cependant aucune influence sur l'expérience, car l'amplificateur lock-in élimine tous les signaux oscillant à une fréquence différente de ω . Le courant injecté dans la sonde Hall est de $15 \mu\text{A}$, la sensibilité de l'amplificateur lock-in est de 100 mV et la constante de temps est de 300 ms. La sonde Hall est placée loin de la surface afin de mesurer la réponse macroscopique d'une large portion de l'échantillon, et non la

6. W_q exprime également l'aire d'une boucle d'hystérèse dans un graphe de $\langle M \rangle$ en fonction de H_{ac} .

réponse locale. L'amplificateur lock-in extrait les composantes $\langle B' \rangle$ et $\langle B'' \rangle$ du champ magnétique correspondant aux tensions V_X et V_Y de la section 5.2.2. D'après la théorie rappelée à la section précédente, ces composantes sont reliées à $\langle \chi \rangle$ par les relations :

$$\frac{\langle B' \rangle}{\mu_0 H_{ac}} = \langle \mu'_1 \rangle = 1 + \langle \chi'_1 \rangle \quad (5.18)$$

$$\frac{\langle B'' \rangle}{\mu_0 H_{ac}} = \langle \mu''_1 \rangle = \langle \chi''_1 \rangle. \quad (5.19)$$

En effet, puisque H_{ac} est relativement faible ici, la réponse $\langle B' \rangle(t)$ est linéaire et la relation (5.12) est applicable.

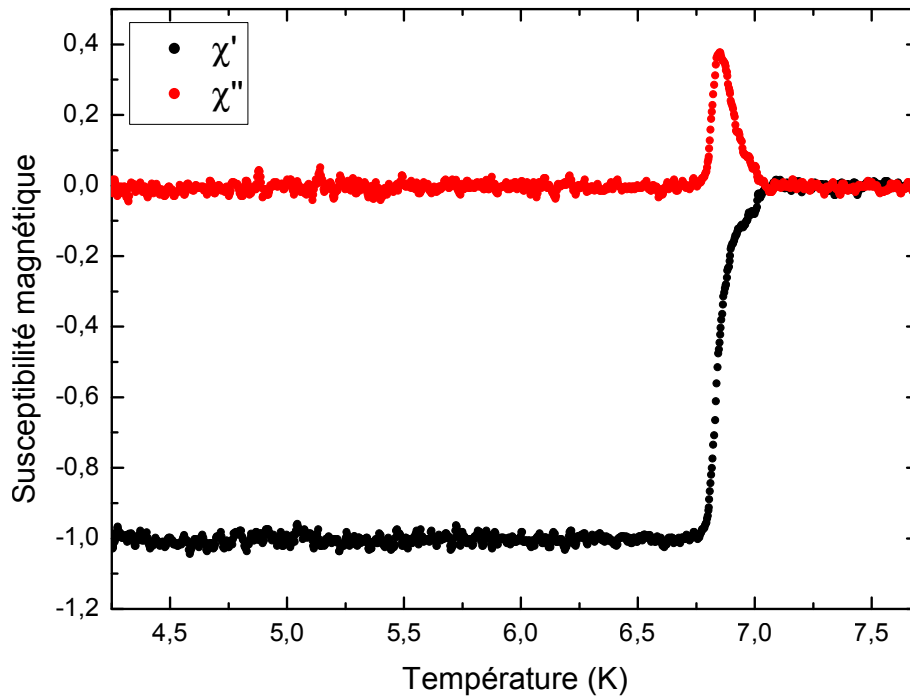


FIGURE 5.3 – Évolution des parties réelle $\langle \chi'_1 \rangle$ et imaginaire $\langle \chi''_1 \rangle$ de la susceptibilité magnétique en fonction de T . $\langle \chi'_1 \rangle$ passe de -1 à 0 lorsque T augmente vers T_c , car l'expulsion du champ magnétique disparaît et l'état supraconducteur est détruit à $T_c \simeq 7.1$ K. Le pic de $\langle \chi''_1 \rangle$ correspond à la dissipation d'énergie des vortex à l'approche de T_c .

La température de transition de phase T_c est déterminée à partir de la figure 5.3, qui reprend les mesures de susceptibilité en fonction de la température. À une température T légèrement inférieure à T_c , un pic est visible dans la composante hors phase $\chi''_1(T)$. L'origine microscopique de ce comportement correspond à la dissipation d'énergie provenant de la réponse des vortex. La composante en phase $\chi'_1(T)$ passe de -1 à 0 lorsque la température augmente vers T_c . En effet, lorsque la supraconductivité est détruite, l'écrantage du champ magnétique disparaît et l'échantillon devient complètement perméable à $H_{ac}(t)$. Le diamagnétisme parfait est perdu. En tenant compte de ces quelques observations, T_c vaut environ 7.1 K.

5.4 Mesures microscopiques

Dans cette section, la réponse microscopique de l'échantillon est étudiée à l'aide de la $S\mu M$. La théorie macroscopique exposée à la section 5.3 est particularisée aux mesures microscopiques locales et quelques résultats sont présentés pour deux types de perturbation : un champ magnétique oscillant et un courant alternatif. En effet, lorsque la sonde est proche de la surface du supraconducteur et sous les mêmes hypothèses que précédemment, l'équation (5.12) s'écrit localement

$$B(x, y, t) \simeq \mu_0 H_{ac} [\mu'_1(x, y) \cos(\omega t) + \mu''_1(x, y) \sin(\omega t)]. \quad (5.20)$$

Le champ magnétique $B(x, y, t)$ est mesuré au point de coordonnées (x, y) au-dessus de la surface de l'échantillon. L'amplificateur lock-in compare ce signal avec la perturbation et en extrait les composantes en phase et en quadrature de phase, $B'(x, y)$ et $B''(x, y)$. Comme précédemment, ces dernières sont reliées aux parties réelle et imaginaire de la perméabilité magnétique relative. Cependant, $\mu'_1(x, y)$ et $\mu''_1(x, y)$ correspondent cette fois à la réponse locale de l'échantillon et non plus à une moyenne sur une région du matériau. En réalité, il est toujours nécessaire de tenir compte de l'effet de la taille finie de la sonde et de la hauteur à laquelle les mesures sont prises, comme en régime stationnaire. La résolution spatiale de la $S\mu M$ est similaire à celle de la SHPM et est suffisante pour étudier la dynamique des vortex.

5.4.1 Dynamique des vortex

En général, un vortex est soumis à une force \vec{F}_{tot} qui s'écrit

$$\vec{F}_{\text{tot}} = \vec{F}_{\text{int}} + \vec{F}_a + \vec{F}_L + \vec{F}_f + \vec{F}_M + \vec{F}_T. \quad (5.21)$$

Les forces d'ancrage et de Lorentz \vec{F}_a et \vec{F}_L ont été présentées à la section 1.5.3. Le terme \vec{F}_{int} décrit la force totale résultant des interactions entre vortex. La force de frottement visqueux \vec{F}_f s'écrit habituellement sous la forme $-\eta\vec{v}$, où \vec{v} est la vitesse de déplacement du vortex et η est le coefficient de frottement. L'origine de cette force est encore débattue à l'heure actuelle, mais d'après le modèle simple développé par Bardeen et Stephen, elle proviendrait de phénomènes résistifs ayant lieu dans le cœur normal du vortex au cours du déplacement [58]. La force hydrodynamique de Magnus $\vec{F}_M \propto \vec{\Phi}_0 \times \vec{v}$ est analogue à celle qui s'exerce sur un corps en rotation dans un fluide [59]. Dans ce cas, une force apparaît perpendiculairement à la vitesse de déplacement du corps, à cause de la différence de pression engendrée par la rotation qui entraîne le fluide d'un côté du corps et le freine de l'autre. Elle est négligeable lorsque v est petite, ce qui est le cas dans cette expérience. Enfin, le mouvement brownien existant à température finie est pris en compte dans l'équation par une force aléatoire \vec{F}_T [60]. Sous l'effet des fluctuations thermiques aléatoires, cette force entraîne le vortex dans un mouvement de diffusion autour de sa position d'équilibre. Ce phénomène n'intervient significativement qu'au-dessus d'une certaine température d'activation.

Puisque l'échantillon est soumis à une perturbation variable, les courants $\vec{J}(t)$ induits dans le volume varient au cours du temps. Ils exercent sur les vortex une force de Lorentz $F_L(t) = \vec{J}(t) \times \vec{\Phi}_0$ qui les force à osciller périodiquement. À présent, nous allons exprimer le déplacement des vortex

en fonction des forces en présence. L'équation du mouvement d'un vortex s'écrit⁷ [61]

$$m \frac{d^2 \vec{r}}{dt^2} = \vec{F}_{\text{tot}}(t) = \vec{F}_{\text{L}}(t) - \nabla U - \eta \frac{d\vec{r}}{dt} + \vec{F}_{\text{T}}(t). \quad (5.22)$$

Le terme $-\nabla U$ représente la force dérivée du potentiel U et regroupe les contributions du profil d'ancrage et des interactions entre vortex. Lorsque l'amplitude de l'excitation est petite, le potentiel U est approximativement harmonique et il s'écrit $U(r) = \alpha_{\text{L}} r^2 / 2$, où α_{L} est la constante de rappel, appelée constante de Labusch [62]. La masse m apparaissant dans le premier membre est la masse effective⁸ du vortex. On considère en général qu'elle est très faible et le régime transitoire laisse donc rapidement place à la solution permanente $\vec{r}(t)$ [63]. Pour calculer cette dernière, l'équation à résoudre devient

$$\vec{F}_{\text{L}}(t) - \alpha_{\text{L}} r(t) - \eta \frac{d\vec{r}}{dt} + \vec{F}_{\text{T}}(t) = 0. \quad (5.23)$$

On peut montrer que la solution de cette équation s'écrit [64]

$$\vec{r}(t) = -\frac{1}{\alpha_{\text{L}}} \left(\frac{1}{1 - \frac{i}{\omega \tau_1}} + i\omega \tau_v \right)^{-1} \vec{F}_{\text{L}}(t). \quad (5.24)$$

Le temps caractéristique $\tau_v = \eta / \alpha_{\text{L}}$ est lié à l'amortissement visqueux et est en général inférieur à $0.1 \mu\text{s}$ [65]. Pour la fréquence de perturbation de l'expérience $\omega = 77.123 \text{ Hz}$, ce terme est négligeable car $\omega \ll 1/\tau_v$ et la force de rappel l'emporte sur la force de frottement visqueux [66]. Le temps caractéristique de relaxation τ_1 est lié au « hopping » activé thermiquement du vortex vers des sites d'ancrage voisins inoccupés. Il est généralement plus long que τ_v et contribue ainsi à l'expérience lorsque la température est suffisamment élevée [67].

Lorsque la température est basse, le « hopping » est négligeable et le déplacement du vortex est un mouvement harmonique sans dissipation :

$$\vec{r}(t) = -\alpha_{\text{L}} \vec{F}_{\text{L}}(t). \quad (5.25)$$

Ce régime oscillatoire est appelé le régime de Campbell [68]. Un signal est mesuré dans la composante en phase μ'_1 , mais la composante hors phase μ''_1 est nulle.

5.4.2 Champ magnétique oscillant

Nous allons tout d'abord étudier la situation où l'échantillon est perturbé par un champ magnétique oscillant $H_{\text{ac}}(t)$. La procédure suivie au cours de cette expérience est la suivante. L'échantillon est refroidi jusqu'à $T = 6.7 \text{ K}$ en présence d'un champ magnétique constant \vec{H}_{dc} perpendiculaire à la surface (FC). À cette température, $\vec{H}_{\text{ac}}(t)$ est appliqué parallèlement à \vec{H}_{dc} avec une amplitude $H_{\text{ac}} = 0.015 \text{ mT}$ et à une fréquence⁹ $f = 77.123 \text{ Hz}$. La réponse magnétique du supraconducteur est alors mesurée et des images de $\mu'_1(x, y)$ et $\mu''_1(x, y)$ sont prises dans la région $16 \mu\text{m} \times 16 \mu\text{m}$ étudiée. Ensuite, $H_{\text{ac}}(t)$ est éteint et la température est abaissée à 4.2 K pour prendre une image statique du réseau, similaire à celles du chapitre 4. Ainsi, la distribution de vortex perturbée à

7. Cette équation phénoménologique doit être considérée avec prudence, car en plus d'associer une masse m au vortex, elle suppose qu'il est indéformable.

8. Un vortex n'a pas de masse à proprement parler, car son existence n'est définie qu'au sein d'un supraconducteur.

9. f est choisie dans une gamme où les vortex sont capables de suivre les oscillations de la perturbation à la même fréquence.

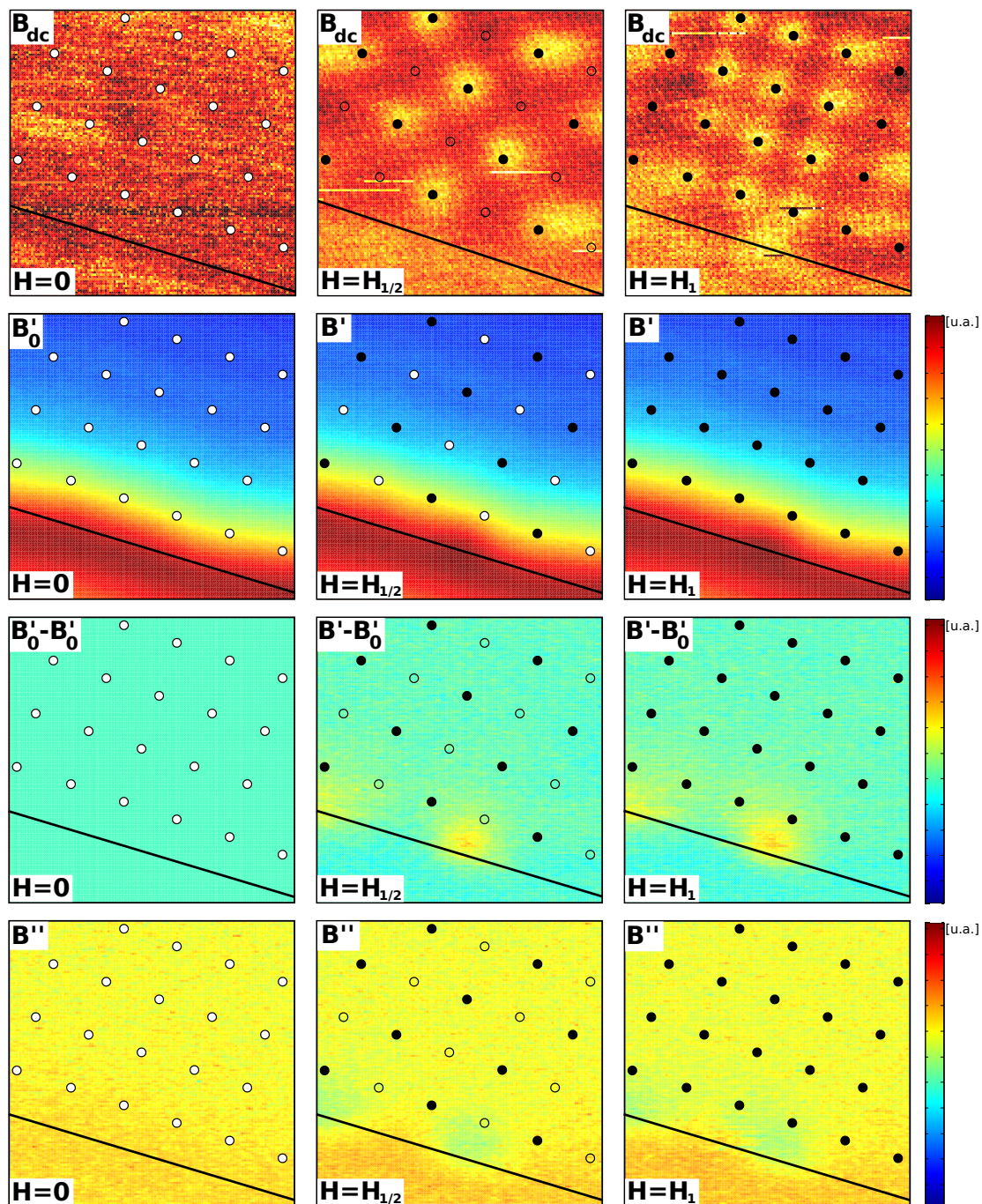


FIGURE 5.4 – Perturbation du film nanostructuré de plomb avec un champ magnétique oscillant à fréquence $f = 77.123$ Hz et d'amplitude $H_{ac} = 0.015$ mT pour H_{dc} égal à 0 mT, $H_{1/2}$ et H_1 . Les images sont prises au bord du supraconducteur (ligne noire) et le réseau de trous est marqué par des cercles (pleins s'ils sont occupés par un vortex, vides sinon). La première ligne représente la distribution de vortex à 4.2 K. La deuxième montre la réponse en phase, dominée ici par les courants d'écrantage. La troisième ligne isole la réponse en phase des vortex seuls. Ces derniers ne réagissent pas à la perturbation, car ils sont fortement ancrés par les trous. La dernière ligne représente la réponse en quadrature de phase et montre que les courants de Meissner sont parfaitement en phase avec la perturbation.

l'étape précédente est connue. Enfin, le matériau est réchauffé jusqu'à $T > T_c = 7.2$ K et un autre champ H_{dc} est appliqué. Cette procédure est répétée pour une large gamme d'amplitudes de H_{dc} . Les mesures sont prises au bord de l'échantillon et la sonde Hall se trouve à environ $1 \mu\text{m}$ de la surface.

Les résultats des mesures pour H_{dc} égal à 0, $H_{1/2} = 0.115$ mT et $H_1 = 0.23$ mT sont repris à la figure 5.4. Pour chaque valeur de H_{dc} , quatre images sont représentées. La première ligne montre la distribution des vortex figée à 4.2 K et met en évidence les effets de commensurabilité présentés à la section 4.6 : les vortex sont situés aux emplacements des trous carrés et s'organisent en réseaux périodiques. Le bord du ruban de plomb est délimité par la droite noire.

La deuxième rangée d'images représente $B'(x, y)$ à 6.7 K. Elle est liée à la partie réelle de la perméabilité magnétique relative $\mu'_1(x, y)$. Le champ magnétique est plus intense au bord de l'échantillon à cause des effets de désaimantation. La réponse est paramagnétique à cet endroit et $\mu'_1(x, y)$ est supérieur à 1. En revanche, l'écrantage du champ dans le supraconducteur conduit à une réponse diamagnétique à l'intérieur du supraconducteur et $\mu'_1(x, y)$ y est inférieur à 1.

La troisième ligne est calculée à partir de la deuxième. Afin que la contribution des courants d'écrantage à $B'(x, y)$ ne masque pas la réponse des vortex, elle est soustraite des images de $B'(x, y)$. Pour cela, nous supposons que la composante $B'(x, y) = B'_0(x, y)$ mesurée pour $H_{dc} = 0$ décrit uniquement la contribution des courants et qu'elle ne dépend pas de H_{dc} . Les images de la troisième ligne représentent $B'(x, y) - B'_0(x, y)$ et sont donc liées à la réponse des vortex uniquement. Les vortex du réseau ne réagissent pas à la perturbation, dans les limites de la résolution du dispositif, ce qui signifie qu'ils sont fortement maintenus en place par les trous carrés. Par conséquent, la constante de rappel (ou constante de Labusch) α_L est grande pour des vortex ancrés. Un faible signal est tout de même visible au bord de l'échantillon. Il provient des entrées et sorties de vortex au bord du ruban en fonction des variations de $\vec{H}_{ac}(t)$. En effet, les courants d'écrantage variables induits par $\vec{H}_{ac}(t)$ donnent naissance à une force de Lorentz oscillante qui attire les lignes de flux lorsque $\vec{H}_{ac}(t)$ est dans le même sens que \vec{H}_{dc} , mais les repousse dans le cas contraire. Ainsi, $\mu'_1(x, y)$ augmente aux endroits où les vortex pénètrent dans l'échantillon, car le champ magnétique y varie localement en suivant les variations de $\vec{H}_{ac}(t)$.

Finalement, la quatrième ligne représente $B''(x, y)$. La contribution des courants d'écrantage à cette composante est nulle : ils circulent parfaitement en phase avec l'excitation et $\mu''_1(x, y) = 0$. À nouveau, aucune réponse n'est visible pour les vortex ancrés, car ils sont maintenus en place dans ce régime.

Lorsque H_{dc} est supérieur à H_1 , des vortex interstitiels et à double quanta de flux apparaissent dans la distribution des vortex. Les résultats des mesures prises dans ce cas sont représentés à la figure 5.5 pour H_{dc} égal à 0.25 mT, 0.29 mT et 0.31 mT. La réponse des vortex interstitiels (cercles en trait plein) est clairement visible dans la composante $\mu'_1(x, y)$, surtout dans les images où la contribution $\mu'_1(x, y)_s$ des courants d'écrantage est soustraite. En effet, ils sont plus mobiles que les vortex à double quanta de flux, puisqu'ils sont piégés entre les trous occupés du réseau (voir section 4.6). Les deux traces de couleurs opposées caractéristiques de leur déplacement sont repérables à différents endroits. La portion de la surface où $\mu'_1(x, y)$ est supérieure à $\mu'_1(x, y)_s$ correspond au mouvement d'un vortex en phase avec la perturbation. En revanche, les endroits où $\mu'_1(x, y)$ est inférieure à $\mu'_1(x, y)_s$ indiquent qu'un vortex se déplace en opposition de phase par rapport à la perturbation. Un vortex en oscillation présente donc deux traces de polarité opposée autour de sa position d'équilibre. La direction du mouvement est approximativement perpendiculaire au bord de l'échantillon et aux courants d'écrantage, comme attendu. La composante en quadrature de

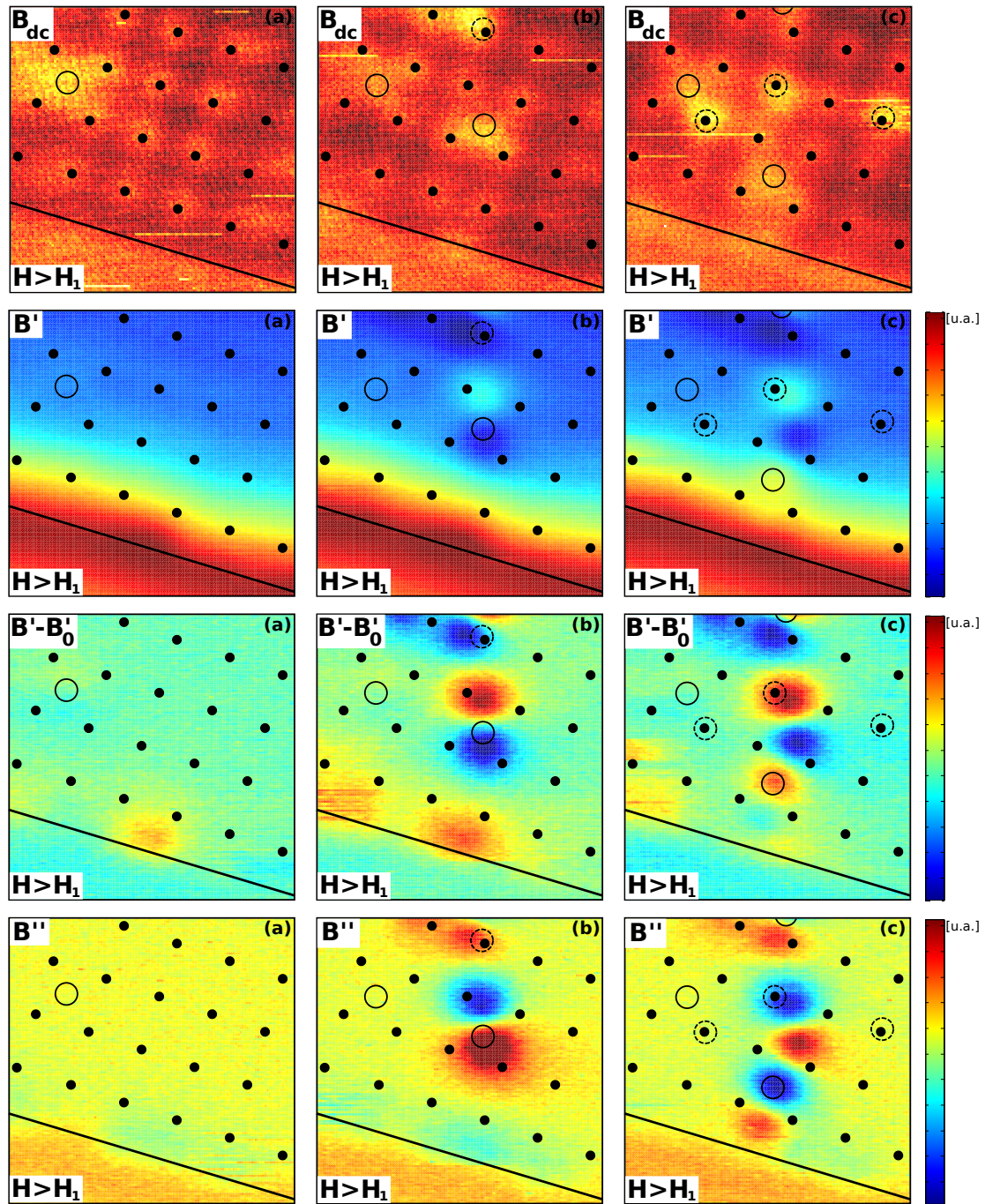


FIGURE 5.5 – Perturbation du film nanostructuré de plomb avec un champ magnétique oscillant à fréquence $f = 77.123$ Hz et d'amplitude $H_{ac} = 0.015$ mT pour $H_{dc} > H_1$ égal à 0.25 mT, 0.29 mT et 0.31 mT. Les images sont prises au bord du supraconducteur (ligne noire) et le réseau de trous est marqué par des cercles (pleins s'ils sont occupés par un vortex, vides sinon). La première ligne représente la distribution de vortex à 4.2 K. La deuxième et la troisième ligne montrent la réponse en phase, où la présence de couples de traces de polarité opposée indique que les vortex interstitiels (cercles en trait plein) se déplacent, contrairement aux vortex à double quanta de flux (cercles en trait pointillé). La dernière ligne représente la réponse en quadrature de phase et indique la présence de dissipation aux endroits où les vortex oscillent.

phase $\mu_1''(x, y)$ indique que les vortex interstitiels dissipent de l'énergie lors de leurs déplacements, tandis que les courants de Meissner sont toujours en phase.

De plus, il semble que les vortex s'organisent ici en une chaîne ressemblant à un ensemble d'oscillateurs couplés. Dans ce régime, certains vortex provenant de l'extérieur pénètrent dans l'échantillon à cause de l'influence du couplage élastique entre les oscillateurs.

5.4.3 Courant oscillant

À présent, nous allons étudier la réponse magnétique au centre du ruban nanostructuré de plomb lorsqu'un courant alternatif y est injecté. Pour ce faire, un champ magnétique constant $H_{dc} > H_1$ est appliqué avant de refroidir l'échantillon sous T_c (FC). La température est abaissée jusqu'à 4.2 K et une image du réseau figé de vortex est prise. Le supraconducteur est ensuite réchauffé jusqu'à 6.9 K et un courant alternatif $I_{ac}(t)$ de la forme

$$I_{ac}(t) = I_{ac} \cos(\omega t), \quad (5.26)$$

de fréquence $f = \omega/2\pi = 477.123$ Hz, est injecté par les extrémités du ruban de plomb. Plusieurs séries d'images sont enregistrées pour différentes valeurs de I_{ac} . Entre chaque série, la distribution de vortex est vérifiée à 4.2 K pour s'assurer qu'il n'y a pas eu de changements. Le champ magnétique $B(x, y, t)$ mesuré est toujours donnée par une relation similaire à (5.12), sauf que $B(x, y, t)$ est cette fois proportionnel à I_{ac} et non plus à H_{ac} . Les images obtenues pour I_{ac} égal à 2 mA et 4.6 mA sont reprises à la figure 5.6.

Les images de la première ligne représentent la distribution des vortex figée à 4.2 K. Pour $H_{dc} > H_1$, tous les trous carrés du réseau sont occupés par un vortex au minimum (cercles pleins). Plusieurs vortex à double quanta de flux (cercles en trait pointillé) et interstitiels (cercles en trait plein) sont également présents.

La deuxième rangée d'images représente la partie réelle $\mu_1'(x, y)$ de la perméabilité magnétique relative, tandis que la dernière montre la partie imaginaire $\mu_1''(x, y)$. Lorsque $I_{ac} = 2$ mA, l'amplitude de la perturbation n'est pas suffisante pour visualiser la réponse des vortex : ceux-ci restent en place. En revanche, pour $I_{ac} = 4.6$ mA, le vortex interstitiel contribue clairement à $\mu_1'(x, y)$. Ceci indique que la mobilité du vortex interstitiel est élevée et qu'il est caractérisé par une constante de Labusch α_L relativement faible. Une réponse des vortex à double quanta de flux est également visible. Ils sont cependant moins mobiles que les interstitiels, mais plus que les vortex à simple quantum de flux, dont la réponse est invisible ici. Par ailleurs, le déplacement du vortex interstitiel laisse une trace dans l'image représentant $\mu_1''(x, y)$. Il dissipe donc de l'énergie, au même titre qu'un des vortex à double quanta de flux. La direction des oscillations n'est pas toujours perpendiculaire à celle du courant alternatif, notamment à cause des différences dans le potentiel d'ancrage perçu par les vortex. De plus, les trous ont une influence sur la direction du courant, qui n'est dès lors pas tout à fait homogène à l'échelle locale [49].

5.5 Conclusion

Dans ce chapitre, la $S\mu M$ a été utilisée pour mesurer la réponse d'un échantillon soumis à deux types de perturbations variables dans le temps : un champ magnétique oscillant $H_{ac}(t)$ et un courant alternatif $I_{ac}(t)$. La technique a tout d'abord été exploitée pour des mesures macroscopiques de susceptibilité en plaçant la sonde Hall loin de la surface. La température critique T_c

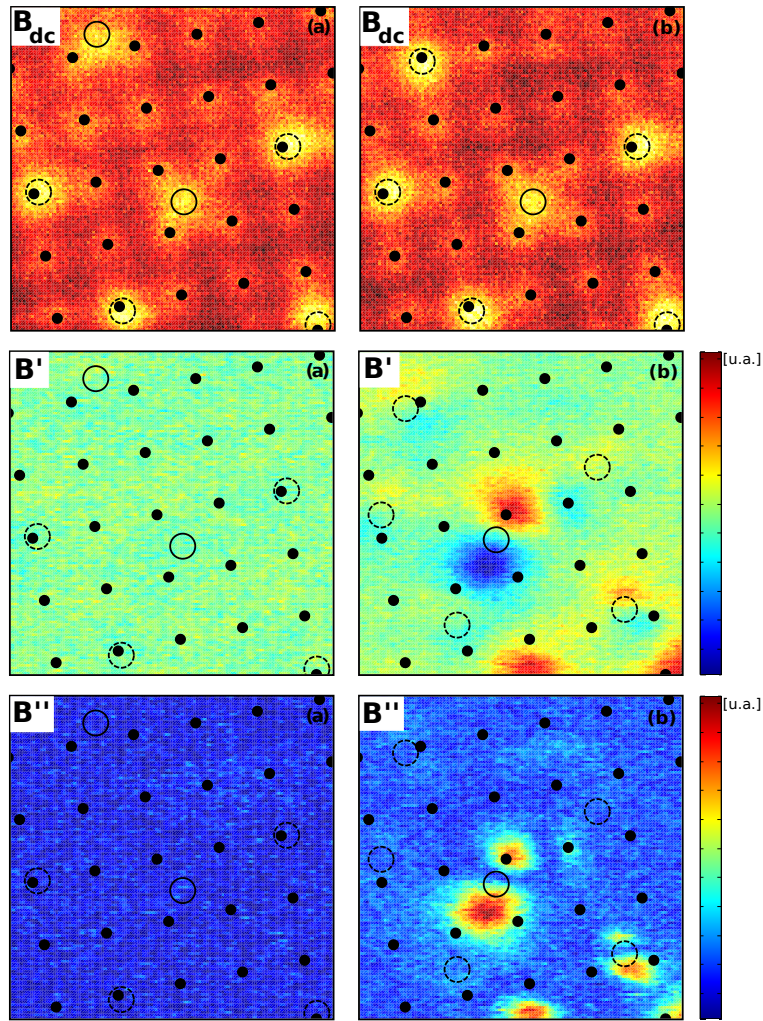


FIGURE 5.6 – Perturbation du réseau de vortex avec un courant alternatif $I_{ac}(t)$ de fréquence $f = 477.123$ Hz et d'intensité (a) 2 mA et (b) 4.6 mA. La première ligne montre le réseau figé de vortex à 4.2 K avant perturbation. Des vortex interstitiels (cercles en trait plein) et à double quanta de flux (cercles en trait pointillé) sont visibles. La deuxième ligne montre la réponse en phase $\mu'_1(x, y)$ de l'échantillon à 6.9 K. Aucune réponse n'est visible pour $I_{ac} = 2$ mA, tandis que le vortex interstitiel, et dans une moindre mesure les vortex à double quanta de flux, moins mobiles, oscillent pour $I_{ac} = 4.6$ mA. La dernière ligne représente la composante en quadrature de phase $\mu''_1(x, y)$. Le vortex interstitiel dissipe de l'énergie pour $I_{ac} = 4.6$ mA.

du ruban nanostructuré de plomb a ainsi été déterminée à partir des variations de la susceptibilité macroscopique avec la température et $T_c \simeq 7.1$ K.

Ensuite, le potentiel d'ancrage local a été caractérisé à l'aide de la $S\mu M$ avec une résolution spatiale de l'ordre de la taille des vortex. Dans un premier temps, des mesures prises au bord de l'échantillon plongé dans $H_{ac}(t)$ ont permis de visualiser les courants d'écrantage, non dissipatifs et en phase avec $H_{ac}(t)$. Nous avons aussi montré que les vortex interstitiels sont beaucoup plus mobiles que les vortex ancrés dans les trous carrés et qu'ils dissipent de l'énergie. En effet, le puits de potentiel dans lequel ils sont piégés est moins profond. Dans un second temps, un courant $I_{ac}(t)$ a été injecté dans le ruban supraconducteur et nous avons mesuré le champ magnétique au centre de l'échantillon. Nous avons mis en évidence, en plus de la dissipation des vortex interstitiels, une faible réponse des vortex à double quanta de flux à la perturbation.

Nous avons ainsi montré pour la première fois qu'il est possible d'utiliser un courant alternatif pour perturber les vortex et étudier l'ancrage dans les supraconducteurs nanostructurés.

Conclusion et perspectives

Le déplacement des quanta de flux magnétique détruit la conductivité parfaite au sein des supraconducteurs : le matériau devient résistif. Pour retarder l'apparition de ce phénomène dissipatif limitant les applications technologiques, le potentiel perçu par les vortex est modulé en structurant le supraconducteur à l'échelle nanométrique. Ainsi, l'introduction d'un réseau de trous crée des minima locaux d'énergie qui maintiennent les vortex en place.

Pour contrôler effectivement la forme du potentiel, il est nécessaire de nous assurer que l'ancrage artificiel domine l'ancrage intrinsèque aléatoire dans les films minces nanostructurés de plomb utilisés dans ce travail. Ainsi, nous avons tout d'abord voulu vérifier la faible influence de l'ancrage intrinsèque aléatoire en tentant de visualiser le réseau triangulaire de vortex dans un film plein. La décoration de Bitter est une technique idéale pour cela, car elle permet d'étudier l'ensemble de l'échantillon en une seule expérience et elle met en évidence la position des vortex via le dépôt de particules magnétiques sur la surface. Malheureusement, le manque de reproductibilité et les difficultés expérimentales rencontrées nous ont empêché de visualiser clairement le réseau triangulaire. Nous avons cependant pu établir sa présence en analysant les images et ce malgré la présence d'importantes déformations.

Ensuite, afin d'étendre l'étude de l'ancrage aux films supraconducteurs nanostructurés, nous avons décidé d'employer la microscopie à sonde Hall à balayage (SHPM). Cette technique fiable et non invasive permet de mesurer le champ magnétique localement à l'aide d'une sonde Hall qui balaie la surface. Nous avons présenté des développements originaux qui fournissent une estimation de la longueur de pénétration et de la distance entre la sonde Hall et l'échantillon dans l'état Meissner¹⁰ (ZFC). Pour des champs appliqués égaux au champ commensurable et à certains champs fractionnaires (FC), nous avons montré que les vortex sont situés sur les trous carrés et s'organisent en réseaux périodiques. Ces structures statiques indiquent que le potentiel d'ancrage est efficacement contrôlé par la nanostructure sous-jacente. Au-delà de l'intensité du champ commensurable, les vortex interstitiels et à double quanta de flux ont été observés avec une résolution sans précédent.

Enfin, après avoir montré que le potentiel d'ancrage est essentiellement déterminé par le réseau périodique de trous carrés, nous avons abordé la problématique centrale de ce mémoire, à savoir la visualisation de la dynamique des vortex. Lorsque l'échantillon est perturbé périodiquement, la réponse magnétique fournit des renseignements sur la dissipation d'énergie. Nous utilisons ici une modification de la SHPM, appelée la microscopie de susceptibilité AC à balayage $S\mu M$, pour mesurer les variations locales de la susceptibilité magnétique. Contrairement aux mesures macro-

10. Cette partie pourrait prochainement faire l'objet d'une publication.

scopiques traditionnelles qui enregistrent la réponse moyenne de milliers de vortex, cette technique récente rend possible la visualisation du mouvement individuel de chaque vortex. Dans un premier temps, nous avons perturbé le film nanostructuré de plomb avec un champ magnétique oscillant. Nous avons ainsi visualisé le déplacement des vortex interstitiels et nous avons montré qu'ils sont beaucoup plus mobiles que les vortex ancrés dans les trous. Dans un second temps, nous avons rempli l'objectif principal du mémoire qui consistait à étendre la $S\mu M$ à un second type de perturbation, un courant alternatif injecté dans le film de plomb. En effet, nous avons montré pour la première fois qu'il est possible de perturber la distribution de vortex avec un courant. Nous avons observé une réponse des vortex interstitiels et une faible réponse des vortex à double quanta de flux, prouvant ainsi que ces derniers sont plus mobiles que les vortex à un seul quantum. Des résultats similaires obtenus avec une sonde SQUID ont été présentés récemment par Zeldov¹¹, indiquant que ce sujet d'actualité retient également l'attention d'autres groupes de recherche dans le monde.

De nombreuses pistes de recherche restent à explorer à l'avenir. Tout d'abord, il serait intéressant d'examiner l'influence de la température et de l'intensité du courant alternatif sur l'amplitude des déplacements des vortex. Des analyses plus approfondies donneraient ainsi accès à des informations quantitatives sur la réponse du supraconducteur aux perturbations. Ensuite, la caractérisation du comportement des vortex dans le régime non linéaire, c'est-à-dire pour des perturbations de grande amplitude, permettrait d'obtenir des informations sur les phénomènes microscopiques en jeu lors du désancrage. De plus, les harmoniques supérieures ($n > 1$) du développement en série du champ magnétique n'ont pas été considérées ici et elles pourraient faire l'objet d'une étude complémentaire. Enfin, nous avons uniquement exploité une perturbation avec le courant oscillant selon l'axe principal du ruban supraconducteur de plomb. Il serait intéressant d'approfondir l'influence de la direction de perturbation sur les déplacements des vortex.

11. lors de l'« International Workshop on Vortex Matter in Superconductors » de Nanjing, 21-28 mai 2013.

Bibliographie

- [1] H. K. Onnes, Comm. Phys. Lab. Univ. Leiden **122**, 124 (1911).
- [2] D. B. Fischbach, Phys. Rev. **123**, 1613 (1961).
- [3] Georgia State University, Magnetic Properties of Solids, HyperPhysics, <http://hyperphysics.phy-astr.gsu.edu/Hbase/tables/magprop.html>, en ligne, consulté le 24 février 2013.
- [4] W. Meissner et R. Ochsenfeld, Naturwissenschaften **21**, 787 (1933).
- [5] F. London et H. London, Proc. Roy. Soc. **A149**, 71 (1935).
- [6] V. L. Ginzburg et L. D. Landau, J. Exptl. Theoret. Phys. (U.S.S.R.) **20**, 1064 (1950).
- [7] L. P. Gor'kov, Sov. Phys. JETP **9**, 1364 (1959).
- [8] A. N. Lykov, Adv. Phys. **42**, 263 (1993).
- [9] A. A. Abrikosov, Sov. Phys. JETP **5** (1957).
- [10] J. Bardeen, L. N. Cooper, et J. R. Schrieffer, Phys. Rev. **108**, 1175 (1957).
- [11] L. N. Cooper, Phys. Rev. **104**, 1189 (1956).
- [12] H. Fröhlich, Phys. Rev. **79**, 845 (1950).
- [13] E. Maxwell, Phys. Rev. **78**, 477 (1950).
- [14] M. Tinkham, *Introduction to superconductivity* (McGraw-Hill New York, 1975).
- [15] P. G. de Gennes, *Superconductivity of metals and alloys* (Addison-Wesley New York, 1989).
- [16] A. Abrikosov, **86**, 489 (1952).
- [17] D.-X. Chen, J. J. Moreno, A. Hernando, A. Sanchez, et B.-Z. Li, Phys. Rev. B **57**, 5059 (1998).
- [18] J. Pearl, Appl. Phys. Lett. **5**, 65 (1964).
- [19] R. A. Wilson et H. A. Bullen, *Atomic Force Microscopy* (Northern Kentucky University, 2007).
- [20] S. J. Bending, Adv. Phys. **48**, 449 (1999).
- [21] A. Finkler *et al.*, Nano letters **10**, 1046 (2010).
- [22] F. Bitter, Phys. Rev. **38**, 1903 (1931).
- [23] B. Balashova et Y. V. Sharvin, Sov. Phys. JETP **4** (1957).
- [24] R. Hutchinson, P. Lavin, et J. Moon, J. Sci. Instrum. **42**, 885 (1965).
- [25] H. Träuble et U. Essmann, Phys. Status Solidi (b) **18**, 813 (1966).
- [26] B. Letellier, Rev. Phys. Appl. (Paris) **8**, 421 (1973).
- [27] Y. Fasano, thèse de doctorat, Universidad Nacional de Cuyo, 2003.

- [28] Georgia State University, Mean Free Path, HyperPhysics, <http://hyperphysics.phy-astr.gsu.edu/hbase/kinetic/menfre.html>, en ligne, consulté le 17 novembre 2012.
- [29] W. Gong, H. Li, Z. Zhao, et J. Chen, *J. Appl. Phys.* **69**, 5119 (1991).
- [30] J. Martin, M. Velez, A. Hoffmann, I. K. Schuller, et J. Vicent, *Phys. Rev. B* **62**, 9110 (2000).
- [31] A. Tasaki, S. Tomiyama, S. Iida, N. Wada, et R. Uyeda, *Jap. J. Appl. Phys.* **4**, 707 (1965).
- [32] R. Tadmor, *J. Phys. : Condens. Matter* **13**, L195 (2001).
- [33] H. Hamaker, *Physica* **4**, 1058 (1937).
- [34] H. Hess, C. Murray, et J. Waszczak, *Phys. Rev. Lett.* **69**, 2138 (1992).
- [35] C. P. Poole, H. A. Farach, R. J. Creswick, et R. Prozorov, *Superconductivity* (Academic Press, 2007).
- [36] Y. Fasano *et al.*, *Phys. Rev. B* **60**, R15047 (1999).
- [37] H. Kronick, *IBM Journal of Research and Development* **2**, 252 (1958).
- [38] R. Broom et E. Rhoderick, *Proceedings of the Physical Society* **79**, 586 (1962).
- [39] R. Dingle, H. Stormer, A. Gossard, et W. Wiegmann, *Appl. Phys. Lett.* **33**, 665 (1978).
- [40] M. DeFeo et M. Marchevsky, *Phys. Rev. B* **73**, 184409 (2006).
- [41] NSM Archive, Physical properties of semiconductors, <http://www.ioffe.ru/SVA/NSM>, en ligne, consulté le 12 mai 2013.
- [42] P. Mooney, *J. Appl. Phys.* **67**, R1 (1990).
- [43] D. J. Chadi et K. J. Chang, *Phys. Rev. Lett.* **61**, 873 (1988).
- [44] W. Versnel, *J. Appl. Phys.* **52**, 4659 (1981).
- [45] F. Peeters et X. Q. Li, *Appl. Phys. Lett.* **72**, 572 (1998).
- [46] K. Vervaeke, thèse de doctorat, Katholieke Universiteit Leuven, 2007.
- [47] E. H. Brandt, *Phys. Rev. B* **49**, 9024 (1994).
- [48] B. Plourde *et al.*, *Phys. Rev. B* **64**, 014503 (2001).
- [49] O.-A. Adami *et al.*, *Appl. Phys. Lett.* **102**, 052603 (2013).
- [50] M. Marchevsky, P. Kes, et J. Aarts, *Physica C* **282**, 2083 (1997).
- [51] C. Reichhardt et N. Grønbech-Jensen, *Phys. Rev. B* **63**, 054510 (2001).
- [52] G. Mkrtchyan et V. Shmidt, *Sov. Phys. JETP* **34**, 195 (1972).
- [53] H. Nordborg et V. Vinokur, *Phys. Rev. B* **62**, 12408 (2000).
- [54] M. M. Doria et G. F. Zebende, *Phys. Rev. B* **66**, 064519 (2002).
- [55] I. Khalfin et B. Y. Shapiro, *Physica C* **207**, 359 (1993).
- [56] A. M. Fox, *Optical properties of solids* (Oxford university press, 2001).
- [57] F. Gömöry, *Thermochimica Acta* **174**, 299 (1991).
- [58] J. Bardeen et M. Stephen, *Phys. Rev* **140**, 1197 (1965).
- [59] E. Sonin, *Phys. Rev. B* **55**, 485 (1997).
- [60] P. Fulde, L. Pietronero, W. Schneider, et S. Strässler, *Phys. Rev. Lett.* **35**, 1776 (1975).
- [61] J. I. Gittleman et B. Rosenblum, *Phys. Rev. Lett.* **16**, 734 (1966).
- [62] R. Labusch, *physica status solidi (b)* **32**, 439 (1969).

-
- [63] D. Golubchik, E. Polturak, et G. Koren, Phys. Rev. B **85**, 060504 (2012).
- [64] M. W. Coffey et J. R. Clem, Physical Rev. Lett. **67**, 386 (1991).
- [65] A. Awad *et al.*, Phys. Rev. B **84**, 224511 (2011).
- [66] B. Raes *et al.*, Phys. Rev. B **86**, 064522 (2012).
- [67] P. Hänggi, P. Talkner, et M. Borkovec, Rev. Mod. Phys. **62**, 251 (1990).
- [68] A. Campbell et J. Evetts, Adv. Phys. **21**, 199 (1972).
- [69] I. V. Grigorieva, Supercond. Sci. Technol. **7**, 161 (1994).
- [70] F. Bitter, Phys. Rev. **41**, 507 (1932).
- [71] C. Duran, P. Gammel, R. Miller, et D. Bishop, Phys. Rev. B **52**, 75 (1995).
- [72] G. Carneiro et E. H. Brandt, Phys. Rev. B **61**, 6370 (2000).
- [73] J. W. Guikema, thèse de doctorat, Stanford University, 2004.
- [74] J. Van de Vondel, thèse de doctorat, Katholieke Universiteit Leuven, 2007.
- [75] M. Lu-Dac, thèse de doctorat, Jožef Stefan International Postgraduate School, 2011.
- [76] W. Vinckx, thèse de doctorat, Katholieke Universiteit Leuven, 2007.
- [77] J. Fritzsche, thèse de doctorat, Katholieke Universiteit Leuven, 2008.
- [78] S. Raedts, thèse de doctorat, Katholieke Universiteit Leuven, 2004.
- [79] S. J. Blundell, *Superconductivity : a very short introduction* (OUP Oxford, 2009).

Annexe A

Détermination du courant optimal dans la sonde Hall

Deux grandeurs sont définies pour caractériser l'amplitude de la réponse d'une sonde Hall. D'une part, pour un courant I donné, la sensibilité absolue S_A est définie par

$$S_A(I) \equiv \left| \frac{dV_H}{dB} \right|_I. \quad (\text{A.1})$$

Cependant, cette grandeur est fonction du courant injecté dans la sonde et il est préférable de définir une autre quantité qui n'en dépend pas, appelée la sensibilité relative S_I :

$$S_I \equiv \frac{dS_A}{dI}. \quad (\text{A.2})$$

À partir de ces relations, il est possible de déterminer le courant optimal à injecter dans la sonde Hall, c'est-à-dire celui pour lequel la limite de détection du champ magnétique est la plus basse. Le champ magnétique minimal détectable B_{\min} dépend du rapport entre le bruit δV_H sur la mesure de V_H et la sensibilité du dispositif :

$$B_{\min} = \frac{\delta V_H}{IS_I}. \quad (\text{A.3})$$

Des mesures de V_H en fonction de B sont prises pour des valeurs de I comprises entre $+10$ et $+30 \mu\text{A}$. Le résultat se trouve à la figure A.1. La réponse de la sonde est linéaire dans cette gamme de champs et S_A est déterminée selon la relation (A.1) en calculant la pente de chaque courbe par régression linéaire. L'écart-type des données par rapport à l'ajustement fournit les valeurs de $\delta V_H(I)$. Les valeurs de S_A en fonction de I sont reprises à la figure A.2. Par une nouvelle régression linéaire, la sensibilité relative S_I est déterminée conformément à la relation (A.2) et à partir de là, $B_{\min}(I)$ est calculé. La figure A.3 montre que la limite de détection est la plus basse pour $I = 20 \mu\text{A}$. Par conséquent, les intensités du courant injecté dans la sonde Hall seront généralement proches de cette valeur.

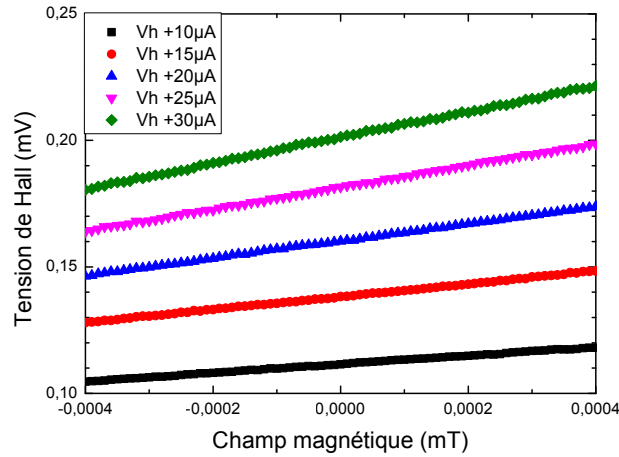


FIGURE A.1 – (a) Tension de Hall V_H mesurée en fonction du champ magnétique B appliqué pour différentes intensités I du courant injecté dans la sonde Hall. La sensibilité absolue $S_A(I)$ est donnée par la pente des droites et augmente avec I . L'écart-type de l'ajustement par rapport aux mesures est égal au bruit δV_H sur la mesure de V_H .

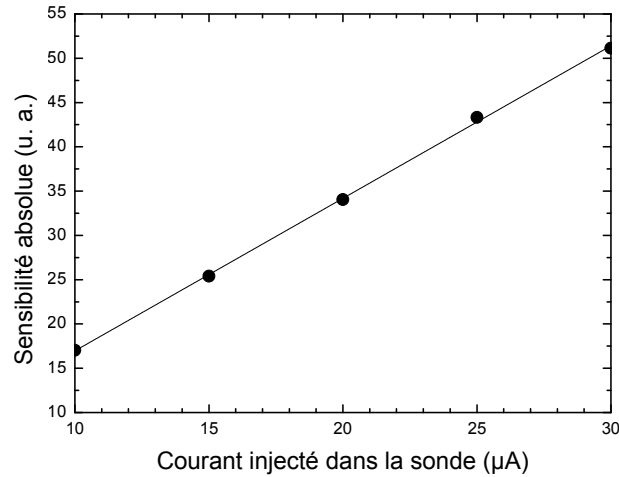


FIGURE A.2 – Sensibilité absolue $S_A(I)$ en fonction du courant I injecté dans la sonde Hall. S_A augmente linéairement avec I et la pente de la droite donne la sensibilité relative S_I .

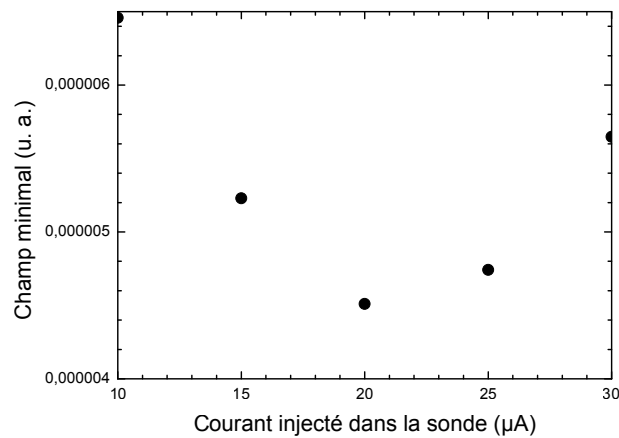


FIGURE A.3 – Champ magnétique minimal B_{\min} détectable et distinguable du bruit de mesure en fonction du courant I injecté dans la sonde Hall. Le courant optimal pour lequel le rapport entre le bruit et la sensibilité est le plus bas est $I = 20 \mu\text{m}$.

Annexe B

Compléments sur le champ magnétique au bord du ruban

Dans cette annexe, nous allons montrer que l'influence de la largeur du ruban de plomb et de la taille de la sonde Hall sur le profil du champ magnétique au bord de l'échantillon est négligeable.

La variation du profil du champ magnétique en fonction de la demi-largeur a est représentée à la figure B.1. Lorsque a augmente, le champ magnétique effectif au bord de l'échantillon est plus intense, car le champ magnétique est repoussé par une plus grande surface supraconductrice. L'amplitude du pic est donc plus grande. L'influence des fluctuations de a sur l'amplitude du pic est en moyenne de $(7.80 - 6.60)/(100 \mu\text{m}) = 0.012 \mu\text{m}^{-1}$ autour de $a = 300 \mu\text{m}$. Ceci correspond à une variation relative d'amplitude de 0.15% par μm . Vu l'influence relativement faible de a , il est raisonnable de le fixer, d'autant plus que la largeur de l'échantillon est parfaitement maîtrisée lors de la fabrication du ruban.

L'influence de la convolution par la taille s de la région active de la sonde Hall est visible à la figure B.2. La valeur de $s = 1 \mu\text{m}$ est délibérément choisie plus grande que celles de l'expérience (autour de 300 nm), afin de maximiser les effets de la convolution. Ces derniers n'ont de l'importance qu'aux endroits où le champ varie rapidement en fonction de x , c'est-à-dire à proximité du pic. Pour une hauteur $z = 0.4 \mu\text{m}$ largement inférieure à celles auxquelles les mesures ont été prises, la convolution diminue la hauteur du pic de 6.1% par rapport à sa valeur initiale. Pour $z = 1.2, 2.0$ et $2.8 \mu\text{m}$, l'influence de la convolution est minime et la variation relative du pic est respectivement de 1.1%, 0.4% et 0.2%. En fixant $s = 450 \text{ nm}$, la convolution pour $z = 1.2 \mu\text{m}$ engendre une variation relative de la hauteur du pic de 0.25%, qui décroît davantage lorsque la hauteur augmente. Il est donc légitime de fixer s . Par ailleurs, d'après l'analyse menée ci-dessus, les effets de convolution par la taille de la sonde Hall sont négligeables pour les hauteurs de mesure dans notre expérience.

Bien que n'intervenant pas dans la relation (4.20), il est nécessaire de tenir compte de s , car la taille finie de la sonde a un effet de convolution sur le champ magnétique réel. En effet, au lieu de mesurer $B_z(x, z)$, le champ mesuré est donné par la relation (4.9). La fonction de transfert G est supposée constante sur toute la surface active de la sonde et $B_z(x, z)$ est considéré comme indépendant du temps. En pratique, le produit de convolution est calculé numériquement en moyennant l'amplitude du champ sur un nombre de pixels voisins correspondant à s .

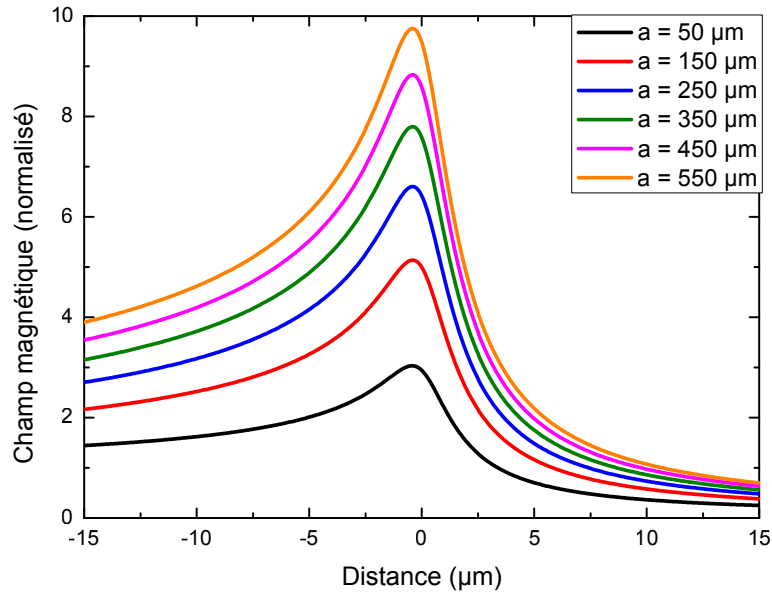


FIGURE B.1 – Influence de la largeur $2a$ du ruban sur le profil du champ magnétique au bord du ruban dans l'état Meissner. Les paramètres sont fixés à $z = 1.2 \mu\text{m}$ et $\lambda_{\perp} = 1.2 \mu\text{m}$. Lorsque a augmente, les effets de désaimantation sont accrus et le pic est plus intense.

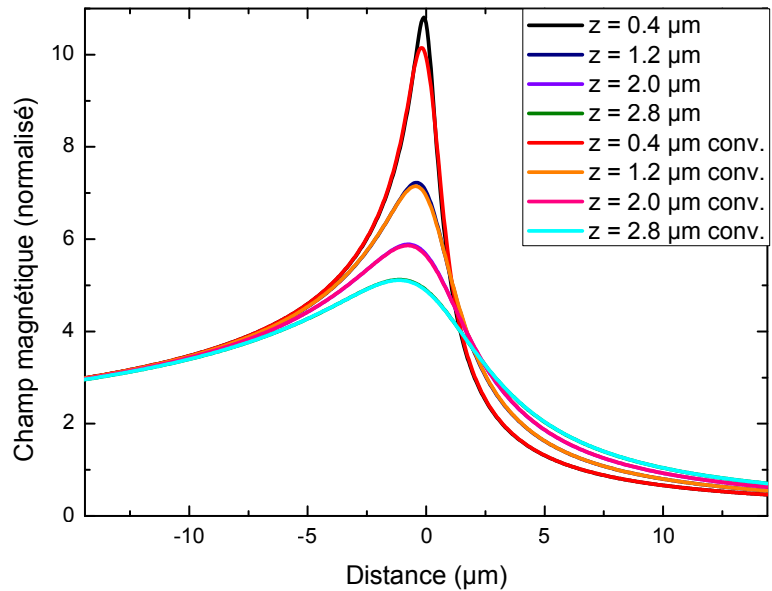


FIGURE B.2 – Influence de la taille s de la sonde Hall sur le profil du champ magnétique au bord du ruban dans l'état Meissner. Les paramètres sont fixés à $\lambda_{\perp} = 1.2 \mu\text{m}$, $a = 300 \mu\text{m}$ et $s = 1 \mu\text{m}$. Les courbes sont convoluées par s pour différentes hauteurs z de la sonde. L'influence de la convolution n'est visible qu'au niveau du pic et pour z faible. Pour les valeurs de $z \gtrsim 1 \mu\text{m}$ de l'expérience, la convolution est négligeable.