



HAL
open science

Dynamique et structure d'une onde de densité de charge

Romain Danneau

► **To cite this version:**

Romain Danneau. Dynamique et structure d'une onde de densité de charge. Matière Condensée [cond-mat]. Université Joseph-Fourier - Grenoble I, 2003. Français. NNT: . tel-00004162

HAL Id: tel-00004162

<https://theses.hal.science/tel-00004162>

Submitted on 14 Jan 2004

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

THESE

pour obtenir le grade de

Docteur de l'Université Joseph Fourier
Grenoble I

Discipline : Physique

présentée et soutenue publiquement

par :

Romain Danneau

le 12 décembre 2003

Dynamique et structure d'une onde de densité de charge

Composition du jury :

R. Currat (Co-directeur)
T. Giamarchi (Rapporteur)
T. Klein (Président)
P. Monceau (Co-directeur)
S. Ravy (Rapporteur)

Thèse préparée en co-tutelle à l'Institut Laue Langevin et au
Centre de Recherches sur les Très Basses Températures CNRS - GRENOBLE

A Cyril

REMERCIEMENTS

Merci à l'Institut Laue Langevin d'avoir financé ces trois années de travail.

Je remercie Thierry Giamarchi et Sylvain Ravy d'avoir accepté la tâche laborieuse de rapporteur. Merci à Thierry Klein d'avoir présidé le jury de thèse et d'avoir répondu à mes questions sur les vortex. Merci à Roland Currat et Pierre Monceau de m'avoir donné l'opportunité de travailler sur un sujet qui m'a passionné.

Mes plus vifs remerciements à Anthony Ayari qui m'a accueilli au CRTBT et supporté (en musique !) durant deux années dans son bureau : je le remercie d'avoir consacré une partie de son temps à ma formation, d'avoir été un interlocuteur attentif dans nos discussions de physique (et autres) et de m'avoir aidé dans les moments difficiles. Encore merci.

Merci aux collègues de manip au synchrotron : merci à Herwig Requardt de m'avoir appris les rudiments du pilotage de diffractomètre et d'avoir dirigé les manip avec beaucoup d'efficacité, merci à José Emilio Lorenzo pour son cours express de repérage dans le réseau réciproque et pour ses relèves matinales, merci à Luc Ortega pour ses conseils et son aide précieuse dans la remise en état de l'anode tournante.

Un grand merci à Thierry Crozes pour son aide dans la préparation des échantillons, sa disponibilité, son efficacité et sa gentillesse. Merci à Thierry Fournier pour son aide et ses conseils avisés en micro-fabrication. Merci à Anne Gérardin pour son efficacité dans la fabrication des portes-échantillons et pour sa disponibilité dans les demandes urgentes de dernières minutes. Merci à Jean-Louis Bret pour ses conseils et sa disponibilité dans l'urgence d'une expérience au synchrotron. Enfin merci à tous les services techniques du CRTBT pour leurs coups de mains et leurs conseils.

Merci à Jacques Marcus, mon "dealer" de seringues et de colle à l'occasion : merci pour ses conseils et sa sympathie. Je remercie Rose-Marie Galera pour son aide dans la remise en état de l'anode tournante. Merci à Olivier Fruchart de m'avoir permis d'utiliser l'AFM du Laboratoire Louis Néel.

Mes meilleurs oscillations à Olivier Buisson, voisin de manip des plus agréable et conseiller en communication orale : merci encore pour ses conseils judicieux. Un grand merci à Jean-Jacques Préjean pour sa sympathie, ses discussions scientifiques et non-scientifiques et son aide pour la préparation de ma soutenance. Merci à l'équipe astro pour leur agréable compagnie lors de la pause déjeuner. Merci à mes camarades thésards Frank Balestro (et merci pour l'accueil à Delft !), Sylvain Blanchart, Julien Claudon, Thomas Didelot, Marc Faucher, Thierry Lambert, Samuel Leclercq, Erwan Lennon, Elsa Lhotel, Laurence Liard, Yan Pennec, Sylvain Pietropinto,

Thomas Prouvé, Emmanuelle Serret et Vincent Villar.

Un grand merci à Carole pour la relecture de ce manuscrit et les corrections des nombreuses fautes d'orthographe. Merci aux préparateurs de pot que sont Audrey, Aurélien, Delphine, Emeline et Régis.

Merci à mes parents, mes soeurs, ma famille et ma belle-famille pour leur soutien. Un merci tout particulier à Frédo sans qui je n'aurais sans doute pas fais de physique.

Merci à tous mes potes, de Paris, Grenoble, Selles sur Cher, Bordeaux, Toulouse, Lille et aux expatriés sénégalais ! Spéciale dédicace à tout les bébés nés durant ces trois années !

Je terminerai ces remerciements par celui qui me tient le plus à coeur : merci amoureux à Delphine, merci pour sa patience et sa confiance, son soutien sans faille et son courage. Merci de m'accompagner. Maintenant, une nouvelle vie va commencer...

TABLE DES MATIÈRES

REMERCIEMENTS	i
1 INTRODUCTION GÉNÉRALE	3
1.1 Théories	3
1.1.1 La transition de Peierls (1930)	3
1.1.2 La supraconductivité de Fröhlich (1954)	5
1.1.3 Excitations et modes collectifs	6
1.2 Les premiers modèles sur la dynamique des ODC	7
1.2.1 Le modèle de Fukuyama-Lee-Rice	7
1.2.2 Solitons et commensurabilité	9
1.3 Principaux résultats expérimentaux sur la dynamique des ODC	13
1.3.1 Dépiégeage	13
1.3.2 Bruits et interférences	16
1.3.3 Switching, métastabilité et effet de mémoire	19
1.4 Phase slip, dislocations électroniques et injection de courant	21
1.5 Conclusion	27
2 ELABORATION DES ÉCHANTILLONS	29
2.1 NbSe ₃ : un matériau type pour l'étude de la dynamique des ODC.	29
2.1.1 Propriétés structurales	30
2.1.2 Propriétés électriques	31
2.2 Echantillons adaptés aux mesures couplées de transport et de diffraction	31
2.2.1 "L'ancienne méthode"	31
2.2.2 Substrats multicontacts enterrés sur membrane de silicium	32
2.2.3 Niveau N° 1 : les croix d'alignement	33
2.2.4 Niveau N° 2 : le motif principal	35
2.2.5 Niveau N° 3 : les repères pour le faisceau RX	39
2.2.6 Niveau N° 4 : la membrane	40
2.3 Connexion et mise en place du cristal	44
2.3.1 Connexion	44
2.3.2 Selection et mise en place du cristal	45
2.4 Conclusion	46
3 TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES	47
3.1 Diffusion des RX dans les systèmes quasi-1D à ODC	47
3.1.1 Théorie	47
3.1.2 Méthodes et dispositifs expérimentaux	50
3.2 Mesure de transport dans les systèmes quasi-1D à ODC	53
3.2.1 Mesures de transport	54
3.2.2 Procédure de dépolarisation	55
3.3 Quelques résultats sur NbSe ₃	55
3.4 Autres méthodes d'investigation	57
3.5 Conclusions	59
4 COHÉRENCE D'UNE ODC EN MOUVEMENT	61
4.1 Notions de cohérence dans un système ordonné	61
4.1.1 Cohérence spatiale	61
4.1.2 Cohérence temporelle	62
4.2 Effet du désordre sur un système élastique ordonné	62

4.2.1	Propriétés statiques	63
4.2.2	Propriétés dynamiques	66
4.3	Mesures des longueurs de corrélation phase-phase d'une ODC	71
4.3.1	Longueurs de corrélation phase-phase longitudinale	72
4.3.2	Longueurs de corrélation phase-phase transverse	73
4.3.3	Discussions et réflexions sur la dynamique des systèmes électroniques organisés	74
4.3.4	Controverse?	78
4.3.5	Conclusions	80
5	DÉCOUPLAGE DYNAMIQUE DE DEUX ODC DE PÉRIODICITÉS DIFFÉRENTES	83
5.1	Rappels sur la transition incommensurable-commensurable	83
5.2	Dynamique de deux ODC de périodicités différentes	87
5.2.1	Résultats expérimentaux	87
5.2.2	Interprétations et modèle : vers un transfert de charge par découplage	91
5.3	Conclusions	96
6	CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES	97
6.1	Conclusions	97
6.2	Perspectives	99
	ANNEXE A	103
A.1	Niveau 1	103
A.2	Niveau 2	103
A.3	Niveau 3	104
A.4	Niveau 4	104
	ANNEXE B	107
	RÉFÉRENCES	113

LISTE DES FIGURES ET TABLEAUX

FIGURES

1.1	Transition de Peierls	4
1.2	Phase et mouvement d'une ODC	6
1.3	Excitations collectives	7
1.4	Piégeage fort et piégeage faible	9
1.5	Notion de commensurabilité	10
1.6	Tunneling des solitons	12
1.7	Transition sous champ électrique	14
1.8	Première courbe de dépiégeage	15
1.9	Champ seuil en fonction de la température	16
1.10	Narrow Band Noise et Mode locking	17
1.11	Analogie mécanique expliquant les phénomènes du NBN et de l'état bloqué.	18
1.12	Switching dans les ODC : courbe I-V, dynamique transitoire et état métastable d'une ODC	20
1.13	Nucléation des boucles de dislocations	22
1.14	Mesures 4 fils en configuration normale et transposée	24
2.1	Whiskers de NbSe ₃	29
2.2	Structure du NbSe ₃	30
2.3	Vue schématique d'échantillons sur saphir contacté par dépôt métallique	32
2.4	Masque utilisé pour le premier niveau.	33
2.5	Résumé schématique du niveau N°1	35
2.6	Schéma du process2.	36
2.7	Schéma du process2.	37
2.8	Résumé schématique du niveau N°2.	38
2.9	Schéma du masque permettant d'inclure des repères pour le faisceau RX.	39
2.10	Résumé schématique du niveau N°3.	41
2.11	Schéma du process2.	42
2.12	Résumé schématique du niveau N°4.	43
2.13	Schéma de l'échantillon de NbSe ₃ posé sur les multicontacts enterrés.	44
2.14	Vue au Microscope électronique à balayage d'un contact enterré et d'un cristal collé sur un substrat.	45
3.1	Variation de l'intensité diffractée en fonction de la position dans l'espace réciproque.	49
3.2	Déformations d'une ODC par injection de courant	50
3.3	Vue schématique du diffractomètre de la ligne haute brillance ID10A de l'ESRF.	52
3.4	Photographie du diffractomètre de la ligne haute brillance ID10A de l'ESRF.	53
3.5	Photographie de l'environnement de l'échantillon à l'ESRF.	54
3.6	Cliché de diffraction électronique de NbSe ₃	56
4.1	Exemple de diagramme de phase dynamique par L. Balents et M. P. A. Fisher.	66
4.2	Simulations de la dynamique d'un système ordonné	68
4.3	Réarrangement dynamique de réseaux de vortex vu par diffraction de neutrons aux petits angles	69
4.4	Cartographie 3D de la qualité d'un échantillon vue par diffraction de rayons X	71

4.5	Augmentation de la longueur de corrélation phase-phase longitudinale dans une ODC	72
4.6	Profil du pic satellite longitudinal au moment du dépiégeage	73
4.7	Diminution de la longueur de corrélation phase-phase transverse dans une ODC	74
4.8	Vue schématique du piégeage d'une ODC par les surfaces du cristal	75
4.9	Détections du NBN dans deux systèmes différents de vortex	76
4.10	Effet du réarrangement sur le pic satellite "vierge"	80
5.1	Transition incommensurable-commensurable dans $2H$ -TaSe ₂	83
5.2	Mesure du vecteur de modulation \mathbf{Q}_1 en fonction de la température	85
5.3	Etude des effets structuraux du switching et couplage dynamique	86
5.4	Schéma d'une surface de Fermi d'un système quasi 1D : emboîtement parfait et imparfait	87
5.5	Cartographie de \mathbf{Q}_1 et \mathbf{Q}_2 sous courant pour l'échantillon \mathcal{A}	89
5.6	Cartographie de \mathbf{Q}_1 et \mathbf{Q}_2 sous courant pour l'échantillon \mathcal{B}	90
5.7	Mesure des courbes de dépiégeage autour de T_{C2}	91
5.8	Mesures de dépiégeage et de BBN au dessous de T_{C2}	92
5.9	Champ seuil en fonction de la température pour l'échantillon \mathcal{B} , autour de T_{C2}	92
6.1	Shift du pic satellite longitudinal \mathbf{Q}_1 entre deux contacts enterrés séparés de 3 mm et $95 \mu\text{m}$	100
6.2	Effet de deux courants sur le shift du pic satellite	101
B.1	Schematic view of the reciprocal lattice region to be explored	108
B.2	Schematic view of the reciprocal lattice zone scanned in the first experiment	109
B.3	Schematic view of the reciprocal lattice zone scanned in the third experiment	109
B.4	Typical QL-scan (0.5, 0.25, QL)	110
B.5	Typical QL-scan (0.49, 0.245, QL)	110
B.6	typical QL-scan (0.50, 0.25, QL)	111

TABLEAUX

Dynamique et structure d'une onde de densité de charge

PRÉAMBULE

L'influence du désordre sur un système élastique organisé est un sujet de recherche développé depuis de nombreuses années aussi bien d'un point de vue théorique qu'expérimental. De l'organisation des électrons prévus dans les systèmes unidimensionnels par R. E. Peierls [149] ou bidimensionnels par E. Wigner [197] dans les années 30, aux cristaux de vortex des supraconducteurs de type II prévus par A. A. Abrikosov [1] dans les années 50, ce sujet est commun à de nombreuses disciplines de la physique. Dans le cadre des cristaux dits électroniques, nous avons étudié un système à onde de densité de charge (ODC) dans un matériau quasi-unidimensionnel. Cette phase ordonnée possède la particularité d'être la conséquence d'une transition de phase structurale du matériau qui l'abrite. Conséquence importante, car il est possible d'avoir accès à l'ordre spatial de ce système par mesure de diffraction. En effet, cette modulation de la densité des électrons est associée à une déformation du réseau cristallin de même périodicité.

Lorsque cette ODC est incommensurable avec le réseau, il est possible de la dépiéger des défauts du cristal sous-jacent et de la mettre en mouvement. C'est l'objet même de cette étude : la dynamique d'une ODC dans un potentiel désordonné. Nous allons présenter un travail mené sur un matériau déjà bien connu : NbSe_3 . Depuis la première détection de la mise en mouvement d'une ODC dans NbSe_3 par P. Monceau *et al.* [133], les connaissances théoriques et les techniques expérimentales ont beaucoup évolué. Ce matériau possède les particularités de rester métallique et d'avoir la formation d'une seconde ODC à basse température. Nous avons étudié la dynamique de ce système à haute température, *i.e.* lorsqu'il ne présente qu'une seule ODC, puis à basse température, *i.e.* lorsqu'il présente deux ODC. Pour cela nous avons combiné des mesures de transport et de diffraction de rayons X.

Ce manuscrit s'articule autour de six chapitres :

- Une première partie est consacrée à des rappels des notions de base sur les ODC, aussi bien théoriques qu'expérimentales. Les effets caractéristiques qui font la particularité de ces systèmes sont abordés, du bruit cohérent généré par la mise en mouvement de l'ODC au phénomène de saut de phase.
- La seconde partie traite d'une nouvelle technique de fabrication d'échantillon conçue pour des expériences couplées de transport et de diffraction. Après un exposé des différentes caractéristiques structurales et électriques du NbSe_3 , l'accent est mis sur la description détaillée

du procédé de fabrication¹ des échantillons.

- La troisième partie débute par un rappel sur la théorie de la diffraction de rayons X dans les systèmes quasi-unidimensionnels. Une description des différentes techniques expérimentales utilisées dans ce travail est présentée avant d'exposer quelques nouvelles techniques permettant l'étude de systèmes à ODC.
- La quatrième partie est consacrée à l'étude expérimentale de la structure spatiale d'une ODC en mouvement dans un cristal de NbSe₃. Une introduction à la physique des systèmes électroniques ordonnés est présentée avant la description et l'interprétation des résultats obtenus. Ce chapitre se termine par une discussion et une comparaison entre la dynamique des ODC et celle des autres cristaux électroniques.
- La cinquième partie aborde la problématique de la dynamique de deux ODC couplées. Un exposé des résultats des mesures est présenté suivi d'une interprétation. Un modèle préliminaire, conçu par S. Brazovskii, consacré au nouvel effet observé est proposé.
- Ce manuscrit se termine par une conclusion détaillée des résultats obtenus lors de ces trois années. Des résultats, encore préliminaires, sont proposés comme perspective d'un travail de recherche futur.

¹L'annexe A est aussi proposée en fin de manuscrit dans le but de rendre ce procédé de fabrication utilisable par le lecteur.

INTRODUCTION GÉNÉRALE

Dans ce chapitre, nous allons décrire les principales théories et résultats qui nous ont amenés à ce travail de thèse. Cette introduction est basée sur les nombreux articles de revue et ouvrages parus sur les ondes de densité de charge (ou ODC) (par exemple [149, 23, 132, 84, 85]). Nous parlerons dans un premier temps des théories élémentaires des ODC telles que la transition de Peierls, la conductivité de Fröhlich ainsi que les excitations collectives. Puis nous décrirons succinctement le modèle de Fukuyama-Lee-Rice (FLR) ainsi que la théorie des solitons dans les ODC. Ensuite, nous aborderons les principaux résultats concernant la dynamique des ODC, enfin nous introduirons le phénomène du phase slip ainsi que les différents modèles sur la conversion des porteurs dans les ODC.

1.1 Théories

1.1.1 La transition de Peierls (1930)

Partant du principe qu'à basse température, les fluctuations d'énergie thermique peuvent être considérées comme négligeables, les interactions électron-électron et électron-phonon prédominent. Dans le cas d'une chaîne linéaire (d'atomes ou de molécules), de vecteur d'espacement \mathbf{a} , à $T = 0$ et sans ces deux types d'interaction, l'état de plus basse énergie reste cette chaîne linéaire. La présence d'interaction électron-phonon modifie l'état fondamental du système : d'un point de vue énergétique, une modulation de période $\lambda = \frac{\pi}{k_F}$ (où \mathbf{k}_F est le vecteur d'onde au niveau de Fermi) de la densité atomique est alors plus favorable. La nouvelle position du $n^{ième}$ ion est alors :

$$u_n = na + u_0 \sin(n2k_F a + \varphi) \tag{1.1}$$

où l'amplitude u_0 du déplacement est de l'ordre de 1% du pas du réseau a , et φ représente la phase de la modulation.

Cette distortion du réseau a pour effet d'ouvrir un gap 2Δ au niveau de Fermi. Ce gap est proportionnel à l'amplitude de la distorsion du réseau. On est donc en présence d'une transition

métal-isolant communément appelée transition de Peierls.

Lors de cette transition, l'énergie du système est abaissée car le surcroît d'énergie élastique apportée par la distorsion de la chaîne d'atomes (qui est proportionnelle à u^2) est compensé par la perte d'énergie électronique (proportionnelle à $u^2 \ln u$).

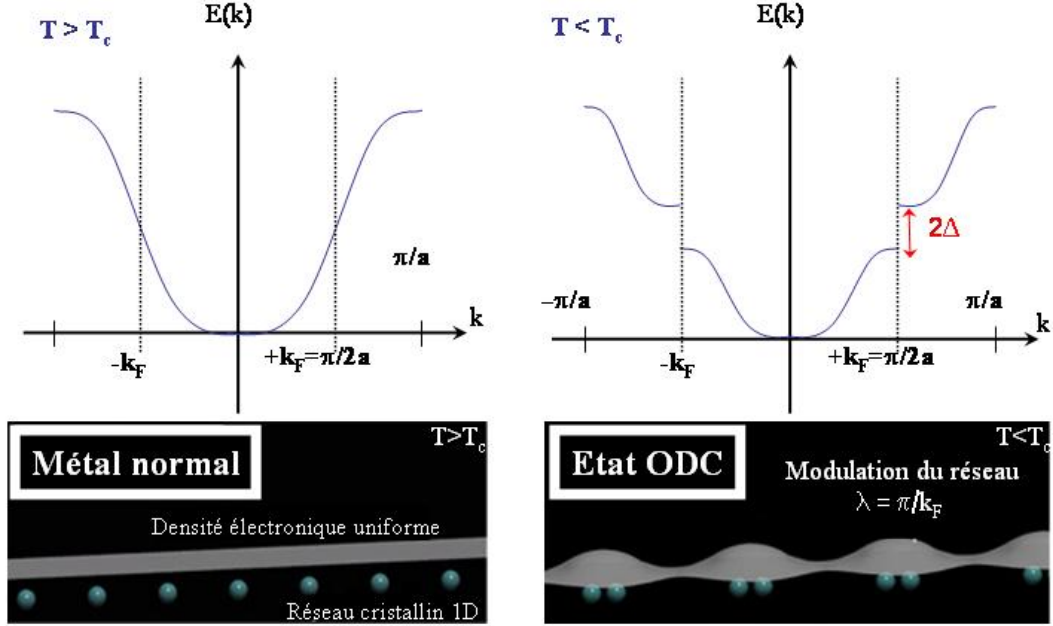


FIG. 1.1: **A gauche** : état métallique d'une chaîne linéaire d'atomes. En haut, relation de dispersion $E(k)$. En bas, schéma de la chaîne linéaire et de sa densité électronique correspondante.

A droite : état ODC d'une chaîne linéaire d'atomes. En haut, relation de dispersion $E(k)$: ouverture d'un gap au niveau de Fermi. En bas, schéma de la chaîne linéaire modulée et de sa densité électronique correspondante.

La distorsion du réseau s'accompagne d'une modulation de la densité électronique. En effet, dans l'approximation de champ moyen, le Hamiltonien d'un électron après transition s'écrit :

$$\mathcal{H} = \frac{p^2}{2m} + \Delta e^{i2k_F x} + \Delta^* e^{-i2k_F x} \quad (1.2)$$

où le premier terme représente l'énergie cinétique des électrons, $\Delta = |\Delta|e^{i\varphi}$ est le paramètre d'ordre complexe du système, avec $|\Delta|$ son amplitude et φ sa phase, et $e^{i2k_F x}$ représente la composante de Fourier en $2k_F$ du potentiel dû au réseau.

Les fonctions d'ondes électroniques s'écrivent :

$$\Psi_k(x) = |A_k|e^{-i\varphi/2}e^{ikx} + |B_k|e^{i\varphi/2}e^{i(k-2k_F)x} \quad (1.3)$$

La densité électronique est alors égale à :

$$\rho(x) = \sum_k \Psi_k^*(x)\Psi_k(x) = \rho_0 + \rho_1 \cos(2k_F x + \varphi) \quad (1.4)$$

où $\rho_0 = \frac{\pi}{k_F}$ est la densité électronique en absence d'interaction électron-phonon. La densité est donc bien modulée spatialement et possède la même période que la densité atomique.

Les transitions de phase sont impossibles dans les systèmes purement unidimensionnels, à $T \neq 0$, du fait des fluctuations thermiques qui détruisent l'ordre à longue distance. Le couplage entre les chaînes par recouvrement des fonctions d'onde électronique ou par interactions coulombiennes entre électrons de chaînes voisines, permet cette transition.

1.1.2 La supraconductivité de Fröhlich (1954)

Les ODC possèdent des propriétés très proches de la supraconductivité. La transition de Peierls peut être vue comme une condensation de Bose de paires électron-trou, similaire à la formation de paires de Cooper dans les matériaux supraconducteurs. Comme les supraconducteurs, les matériaux à ODC possèdent des propriétés de conduction remarquables.

Trois ans avant la théorie de Bardeen-Cooper-Schrieffer [20] (1957) exposant les bases des mécanismes mis en jeu dans le phénomène de la supraconductivité, H. Fröhlich [66] présenta un modèle sur la possibilité de mettre en mouvement des charges dans les systèmes unidimensionnels (sans dissipation d'énergie), malgré la présence d'un gap au niveau de Fermi. En effet, l'auteur fût le premier à prétendre qu'il était possible pour un système électronique modulé de se mouvoir, si celui-ci possédait une période incommensurable avec le réseau cristallin (*i.e.* si le rapport $\frac{\lambda}{a}$ est irrationnel). D'un point de vue énergétique, l'incommensurabilité de l'onde avec le réseau implique qu'il n'y a pas de position préférentielle de celle-ci. Il y a donc une complète invariance par translation lors de la mise en mouvement de l'ODC. La position de l'ODC dans l'espace étant directement donnée par sa phase, faire varier la phase revient à mettre en mouvement l'ODC, *i.e.* à faire varier périodiquement sa densité électronique de la quantité :

$$\Delta\rho(x, t) = \rho_0 \cos(Q(x - vt) + \varphi) \quad (1.5)$$

avec $Q = 2k_F$ la norme du vecteur de modulation de l'onde et v la vitesse limite de l'ODC proportionnelle au champ appliqué.

La position du n^{ieme} atome varie alors autour d'une position moyenne telle que :

$$\Delta u_n(t) = u_0 \sin(Q(na - vt) + \varphi) \quad (1.6)$$

Le mouvement de charge dans un système à ODC se fait par application d'un champ électrique. En théorie, un champ infiniment petit serait capable de déplacer l'ODC dans un cristal parfait. Mais la présence de défauts inhérents à tout cristal réel brise l'invariance par translation. On parle alors de piégeage de la phase de l'ODC par les impuretés¹. C'est par interaction coulombienne que l'onde se couple aux défauts.

¹Le terme impureté est ici un peu "galvaudé" : une impureté signifie un atome ou un corps étranger au sein du matériau, mais aussi une dislocation, un joint de grain...

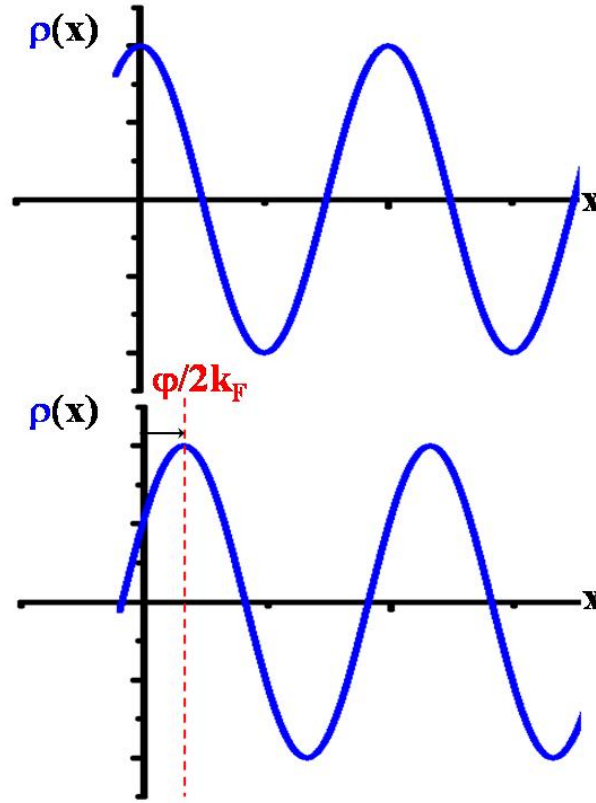


FIG. 1.2: Schéma décrivant une ODC statique possédant une phase nulle (en haut) et une phase non-nulle (en bas). La phase est donc le paramètre de position de l'ODC.

1.1.3 Excitations et modes collectifs

Basant leurs calculs sur le Hamiltonien de Fröhlich, P. A. Lee, T. M. Rice et P. W. Anderson [114] ont montré qu'il existait deux types de branche d'excitation collective appelés amplitudon (mode optique) et phason (mode acoustique) ayant respectivement pour relation de dispersion² :

$$\Omega_+ = \sqrt{\lambda\omega_{2k_F}^2 + \frac{1}{3}\frac{m}{m^*}v_F^2q^2} \quad (1.7)$$

et

$$\Omega_- = \sqrt{\frac{m}{m^*}v_Fq} \quad (1.8)$$

où $\frac{m}{m^*} = 1 + 4\frac{\Delta^2}{\lambda\omega_{2k_F}^2}$ est le rapport de la masse effective de l'électron dans la bande non distordue sur sa masse effective dans la bande distordue, λ la constante de couplage électron-phonon, v_F la vitesse des électrons au niveau de Fermi, ω_{2k_F} l'énergie d'un phonon de vecteur d'onde $\mathbf{Q} = 2\mathbf{k}_F$.

Ces équations ne sont valables que pour de grandes longueurs d'onde et pour des températures très inférieures à la température de transition. Les amplitudons correspondent à des oscillations

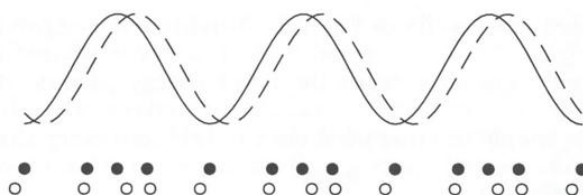
²A. J. Berlinsky [23] rappelle que E. Eisenriegler en 1976 a montré que le facteur $\frac{4}{3}$ apparaissant dans l'expression de Ω_+ du papier originel était faux et valait $\frac{1}{3}$.

d'amplitude de Δ alors que les phasons correspondent à des translations continues de la densité électronique accompagnées par un mouvement harmonique des atomes (voir Fig. 1.3).

a) Réseau non distordu



b) Phason



c) Amplitudon

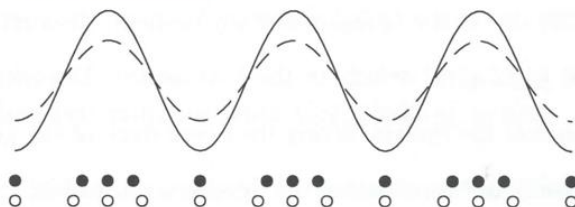


FIG. 1.3: Illustration d'un phason et d'un amplitudon pour $k = 0$. a) la ligne représente la densité uniforme du gaz d'électrons à l'état métallique, les atomes sont représentés par des cercles. b) le mode phason est représenté par la densité électronique et la position des atomes à deux moments successifs (ligne et cercles pleins, ligne en pointillé et cercles vides). c) le mode amplitudon est illustré de la même manière (d'après [85]).

Les amplitudons possédant une énergie plus grande que $k_B T$, la dynamique des ODC à basse température est dominée par les phasons : ceux-ci se couplent au champ électrique appliqué et donnent naissance à un transport collectif de charge, qui s'ajoute au processus de transport des charges non condensées lié aux porteurs libres. Ces équations ne tiennent pas compte du désordre présent dans tout cristal.

1.2 Les premiers modèles sur la dynamique des ODC

1.2.1 Le modèle de Fukuyama-Lee-Rice

Dans ce modèle, H. Fukuyama, P. A. Lee et T. M. Rice (le modèle FLR [69, 111, 112]) considèrent une ODC incommensurable comme un milieu continu et élastique. Conséquence du modèle LRA, les auteurs ont négligé les variations d'amplitude du paramètre d'ordre. La phase de l'ODC, qui représente la position de l'onde par rapport au réseau cristallin, interagit avec le potentiel aléatoire créé par les défauts du cristal et est piégée par ce potentiel : l'application d'une force extérieure, ici un champ électrique, peut dépiéger l'ODC des impuretés. Il y a alors

compétition entre plusieurs énergies :

- l'énergie élastique favorise l'uniformité de la phase. Le Hamiltonien correspondant s'écrit alors :

$$\mathcal{H}_{elas} = \frac{1}{2} \int K \left(\frac{\partial \varphi(x)}{\partial x} \right)^2 dx \quad (1.9)$$

où K est la rigidité de l'onde et le gradient de la phase représente l'élongation de la période de l'ODC par rapport à sa période en $2\mathbf{k}_F$.

- l'énergie d'interaction locale entre l'ODC et le potentiel d'impureté qui favorise la distorsion de la phase. Le Hamiltonien correspondant s'écrit alors :

$$\begin{aligned} \mathcal{H}_{imp} &= - \int V_{imp}(x) \rho(x) dx \approx - \sum_i \int V_{imp}(x) \delta(x - x_i) \cos(2\mathbf{k}_F x + \varphi(x)) dx \\ &\approx - \sum_i V_{imp}(x_i) \cos(2\mathbf{k}_F x_i + \varphi(x_i)) \end{aligned} \quad (1.10)$$

où $V_{imp}(x_i)$ est le potentiel des impuretés situé sur les sites x_i .

- l'énergie électrique due à l'interaction du champ électrique appliqué et l'ODC. Le Hamiltonien correspondant s'écrit alors :

$$\mathcal{H}_{elec} = \frac{en_c}{Q} \int \varphi(x) E dx \quad (1.11)$$

où $-e$ est la charge de l'électron, n_c correspond au nombre de porteurs de charge condensés en ODC, $Q=2\mathbf{k}_F$ est la norme du vecteur d'onde au niveau de Fermi et E est le champ électrique appliqué.

Partant de ces interactions, on obtient une équation du mouvement en ajoutant les frottements de type fluide de coefficient γ traduisant la dissipation dans l'ODC et en négligeant les effets inertiels :

$$\begin{aligned} \gamma \frac{\partial \varphi(x, t)}{\partial t} &= \frac{\partial \{ \mathcal{H}_{elas} + \mathcal{H}_{imp} + \mathcal{H}_{elec} \}}{\partial \varphi} \\ &= \frac{en_c}{Q} E + K \frac{\partial^2 \varphi(x, t)}{\partial x^2} + \sum_i V_{imp}(x_i) \sin(2\mathbf{k}_F x_i + \varphi(x_i, t)) \end{aligned} \quad (1.12)$$

Les auteurs introduisent deux types de piégeage : le piégeage fort et le piégeage faible. C'est à partir du paramètre $\varepsilon = \frac{V_{imp}}{n_i} K$, où n_i est la concentration en impuretés, qu'il est possible d'identifier le mode de piégeage de la phase de l'onde. Pour $\varepsilon \gg 1$, le piégeage est fort, c'est à dire que la phase est ajustée à chaque impureté. La longueur de corrélation phase-phase, définie comme la distance suivant laquelle la phase de l'ODC varie de 2π , est alors égale à la distance

moyenne entre deux impuretés $\xi = \frac{1}{n_i}$ (le cas a) sur la Fig.1.4). Dans le cas où $\varepsilon \ll 1$, le piégeage est faible, *i.e.* que l'énergie d'interaction entre l'ODC et les impuretés est trop faible pour piéger localement la phase : celle-ci est donc déformée sur une distance $\xi = \left(\frac{4K}{3V_{imp}}\right)^2 \frac{1}{n_i}$ contenant un grand nombre d'impuretés (le cas b) sur la Fig.1.4). Cette valeur de ξ est obtenue en minimisant le Hamiltonien $\mathcal{H}_{elas} + \mathcal{H}_{imp}$.

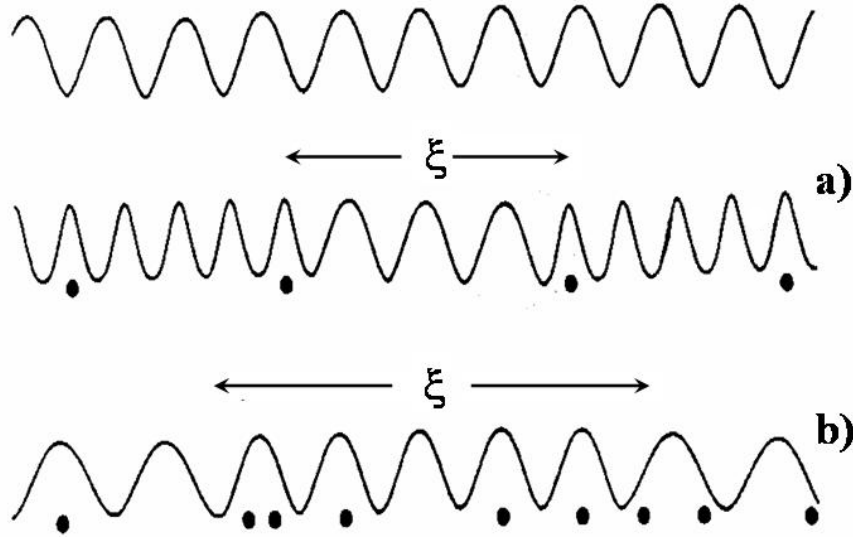


FIG. 1.4: Déformation de l'ODC par les impuretés : a) Ici nous sommes dans le cas du piégeage fort où la phase est imposée à chaque impureté. b) C'est le cas du piégeage faible où la phase varie de 2π sur une distance ξ contenant un grand nombre d'impuretés.

Ce modèle explique qualitativement les principales propriétés expérimentales des ODC, à savoir l'existence d'un champ seuil E_T au-dessus duquel l'ODC se met en mouvement et dont la valeur est proportionnelle au taux d'impuretés dans l'échantillon, et la génération d'une tension alternative par l'application d'un courant continu (phénomène appelé Narrow Band Noise).

1.2.2 Solitons et commensurabilité

Un soliton³ est une onde solitaire qui se propage sans dispersion de l'énergie : celui-ci est capable, s'il est suffisamment intense, d'exciter un effet non-linéaire qui va créer un puits de potentiel dans son milieu de propagation. Ce puits piège l'énergie et l'empêche de se disperser. D'un point de vue plus mathématique, les solitons sont des solutions particulières d'équations différentielles non-linéaires uni-dimensionnelles. On les retrouve dans de très nombreux domaines de la physique⁴ (optique, magnétisme, mécanique des fluides...).

³Ce phénomène existe dans la nature : par exemple, le phénomène de mascaret, très apprécié des surfers, observable dans certaines conditions, est une vague qui provient de l'océan et remonte les fleuves sur plusieurs kilomètres.

⁴Pour en savoir plus sur les solitons voir référence [71].

Dans les ODC⁵, on peut définir un soliton comme la formation d'un défaut non-linéaire de la phase. Le système est considéré comme une succession de parties commensurables séparées par des solitons : on a donc un réseau de solitons de phase⁶. A chaque défaut, la phase varie rapidement : elle est comprimée ou étirée, suivant si l'incommensurabilité a une valeur plus grande ou plus petite que la valeur de la commensurabilité.

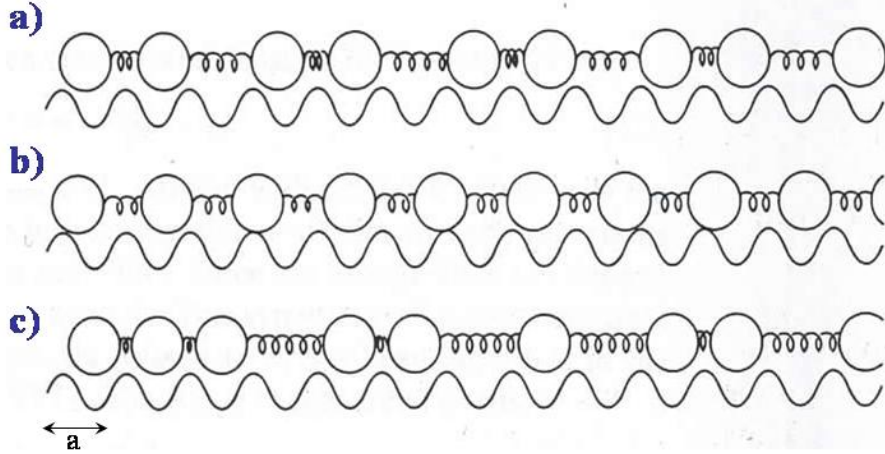


FIG. 1.5: Représentation schématique de la notion de commensurabilité dans un système unidimensionnel. Les ressorts représentent les interactions entre les atomes et la ligne ondulée représente un potentiel périodique. a) : une structure commensurable, b) : une structure incommensurable, c) : une structure chaotique (d'après [14]).

P. A. Lee, T. M. Rice et P. W. Anderson [113] ont montré qu'il existait deux types d'énergie de piégeage : le premier dû au potentiel d'impuretés et le second dû à la commensurabilité. Lorsque la structure électronique est presque commensurable avec le réseau, ce qui est très fréquent dans les systèmes à ODC, une énergie supplémentaire intervient. Dans ce cas, considérons \mathbf{G} un vecteur du réseau réciproque du cristal ; on a alors :

$$\mathbf{G} = \mathcal{M}(\mathbf{Q} + \mathbf{q}) \quad (1.13)$$

où \mathcal{M} est un entier qui représente le degré de commensurabilité, $\mathbf{Q} = 2\mathbf{k}_F$, avec $|\mathbf{q}| \ll \mathbf{Q}$.

L'énergie de l'état fondamental commensurable du système devient une fonction périodique de la phase. L'état fondamental est dégénéré : il est donné par une fonction en escalier [128] :

$$\varphi = 0, \pm \frac{2\pi}{\mathcal{M}}, \pm \frac{4\pi}{\mathcal{M}}, \dots \quad (1.14)$$

Le spectre des phasons s'écrit alors :

$$\omega_{\mathcal{M}} = \omega_Q \left(\frac{\Delta}{E_F} \right)^{\mathcal{M}-2} \quad (1.15)$$

⁵Pour une revue complète des solitons dans les ODC se référer au chapitre de K. Maki de [132] p. 147.

⁶Le terme de discommensuration est aussi employé.

où E_F est l'énergie au niveau de Fermi, ω_Q est la fréquence du phonon à $\mathbf{Q} = 2\mathbf{k}_F$. Le gap créé dans le mode phason par le potentiel de commensurabilité est donc proportionnel à $(\frac{\Delta}{E_F})^{\mathcal{M}-2}$.

Pour $|\mathbf{q}|=0$, on peut écrire l'équation du mouvement :

$$\frac{\partial^2 \varphi(x, t)}{\partial t^2} - c_0^2 \frac{\partial^2 \varphi(x, t)}{\partial x^2} + \frac{\omega_{\mathcal{M}}}{\mathcal{M}} \sin \mathcal{M} \varphi(x, t) = 0 \quad (1.16)$$

où $c_0 = v_F \sqrt{\frac{m}{m^*}}$ est la vitesse du phason. Elle est appelée l'équation Sine-Gordon, équation non linéaire d'une onde "relativiste". Elle a pour solutions particulières un soliton (+) et un antisoliton (-) pouvant s'écrire :

$$\varphi_{\pm}(x, t) = \frac{4}{\mathcal{M}} \arctan \left\{ \exp \pm \frac{\omega_{\mathcal{M}} \Gamma (x - vt)}{d} \right\} \quad (1.17)$$

où $\Gamma = \frac{1}{\sqrt{1 - (\frac{v}{c_0})^2}}$ est le terme "relativiste" et $d = \frac{c_0}{\omega_{\mathcal{M}}}$ est la largeur du soliton. Ces solutions correspondent à des sauts de phase de $\pm 2\pi$. Le soliton se déplace à la vitesse $\pm v$ et possède la charge :

$$Q_{soliton} = \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{\partial \varphi(x, t)}{\partial x} dx = \frac{2e}{\mathcal{M}} \quad (1.18)$$

On peut remarquer que la charge du soliton est fractionnaire pour $\mathcal{M} \geq 3$.

L'énergie du soliton est :

$$\mathcal{E}_{soliton} = \frac{8}{\mathcal{M}^2} N_0 c_0 \omega_{\mathcal{M}} \Gamma \quad (1.19)$$

où $N_0 = \frac{n_c m^*}{Q^2}$, avec n_c le nombre de porteurs condensés en ODC. L'énergie du soliton $\mathcal{E}_{soliton}$ est généralement plus petite que le gap Δ .

M. J. Rice *et al.* [160] ont été les premiers à prédire que, dans le cas du piégeage faible, les solitons de phase pouvaient dominer la conductivité à basse température dans les systèmes quasi-1D tel que le TTF-TCNQ et le KCP. Activés thermiquement, les solitons peuvent engendrer localement un courant de densité $j_{\pm} = \mp \frac{2n_c e v}{nL}$ où n est le nombre de porteurs total et L la longueur du système.

K. Maki [124], à partir du modèle de M. J. Rice *et al.* [160], a développé un nouveau modèle en utilisant une technique de calcul issue de la théorie quantique des champs. Un champ électrique \mathbf{E} est ajouté au système. L'auteur part d'un potentiel de piégeage (par la commensurabilité) du type $\mathcal{V}(\varphi) = \frac{1 - \cos \mathcal{M} \varphi}{\mathcal{M}^2}$. L'application du champ \mathbf{E} va entraîner l'inclinaison du potentiel. Une différence de potentiel de $\Delta E = 2e \frac{n_c}{n} \frac{2\pi}{\mathcal{M}} E$ va s'instaurer entre deux minima successifs entre φ_0 et φ_{-1} . Une paire de soliton-antisoliton est alors créée par effet tunnel lors du passage de la barrière de potentiel afin d'aller de l'état φ_0 vers l'état φ_{-1} de plus basse énergie (voir Fig. 1.6).

Une fois en régime stationnaire, *i.e.* lorsque la production de solitons est continue, les paires se relaxent en phases. Cependant, ce modèle étant basé sur l'effet tunnel quantique, il ne devrait pas y avoir de dépendance en température du champ seuil E_T : ce qui n'est pas vérifié expérimentalement puisque celui-ci est thermiquement activé. De plus, dans NbSe_3 , les températures mises en jeu étant élevées, le tunneling des solitons est masqué par la création de solitons thermiquement activés.

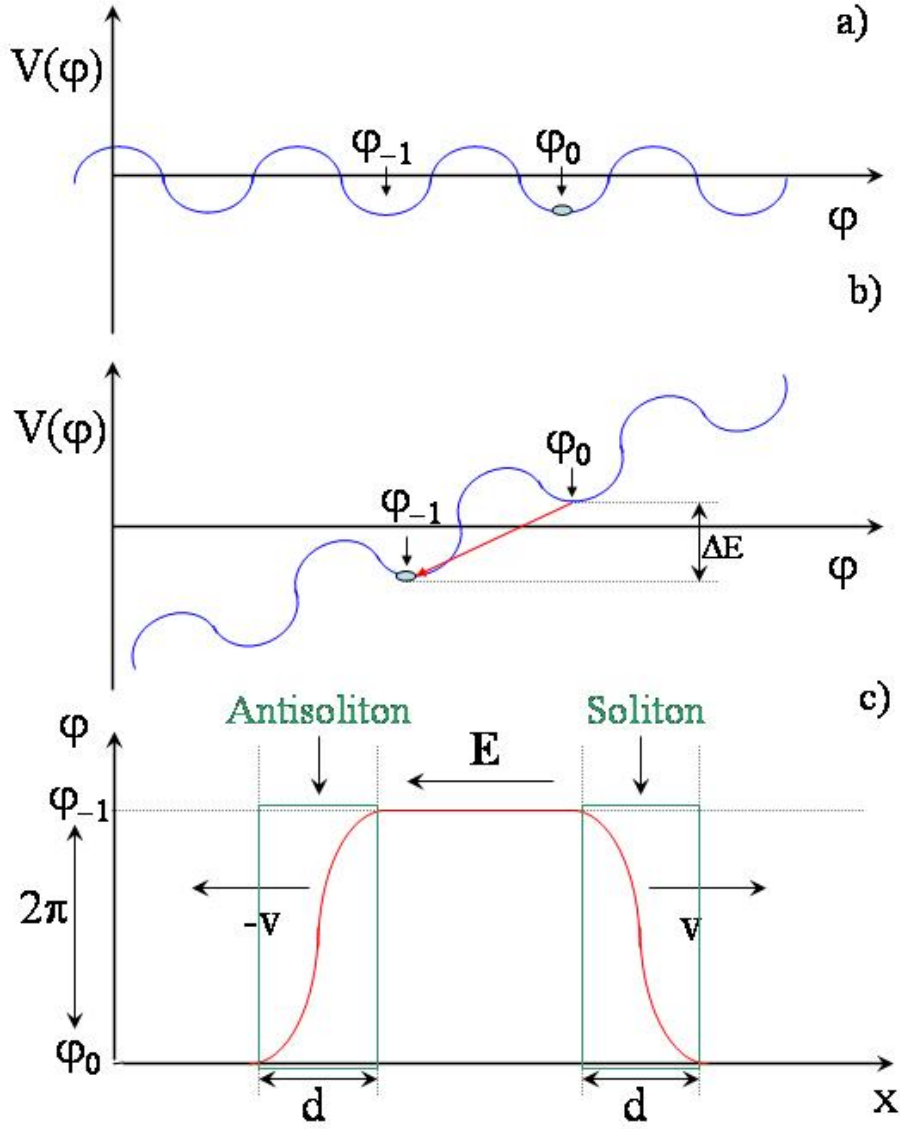


FIG. 1.6: Représentation schématique du tunneling des solitons selon K. Maki [124]. a) : le potentiel piège la phase du condensat à la valeur φ_0 , b) : l'application du champ E incline le potentiel, l'état φ_0 n'est plus l'état de plus basse énergie du système, l'ODC passe de la phase φ_0 à φ_{-1} en générant une paire soliton-antisoliton, c) : création et mouvement de la paire soliton-antisoliton sous l'application du champ électrique E (selon [23]).

A. I. Larkin et P. A. Lee [109] ont rajouté un terme couplant l'ODC avec des impuretés aléatoirement réparties. Ils ont étudié la probabilité de tunneling des solitons à travers chaque impureté et montré que le comportement de la conductivité était différent suivant que l'on se

place dans le cas du piégeage fort et du piégeage faible. Quant à P. Bak [15], il considère que le réseau de solitons est piégé par le potentiel des impuretés : ce n'est que lorsque le réseau de solitons s'affranchit des forces de piégeage que les effets non-linéaires apparaissent. L'auteur associe sa théorie microscopique de mouvement du réseau de solitons au bruit périodique (NBN) mesuré dans des composés uni-dimensionnel.

De nombreux autres modèles sur la dynamique des ODC ont été proposés : notons que J. Bardeen [19] a proposé un modèle quantique en considérant que la phase du paramètre d'ordre était une variable macroscopique quantique. Il considère que la fonction d'onde de la phase "tunnel" à travers le gap pour passer à la bande d'énergie supérieure : l'onde est ainsi dépiégée. Mais ce modèle n'explique pas le phénomène de mémoire et d'hystérésis dans les ODC (voir [12] pour une étude plus poussée du modèle).

1.3 Principaux résultats expérimentaux sur la dynamique des ODC

1.3.1 Dépiégeage

C'est en 1976, dans NbSe_3 , que le premier dépiégeage d'une ODC a été observé par P. Monceau *et al.* [133]. Cette découverte a ouvert un nouveau champ d'investigation pour de nombreux chercheurs et NbSe_3 reste un des matériaux, dit quasi-unidimensionnel⁷, les plus étudiés ces vingt-cinq dernières années.

La Fig. 1.7 montre les deux transitions de phase que subit NbSe_3 : en effet, on peut distinguer deux anomalies, *i.e.* les deux "bosses" dans la courbe, dans le comportement en température de la résistivité de ce matériau. Ces deux anomalies correspondent à l'apparition de deux phases ODC, donc à deux transitions de Peierls. On peut remarquer que le système reste métallique après ces deux transitions : on explique cet état métallique par le fait que les deux plans gondolés formant la surface de Fermi ne s'emboîtent pas parfaitement⁸ : on parle de nesting imparfait⁹. On peut préciser aussi que sur les trois types de chaîne de NbSe_3 , un type de chaîne ne subit pas de modulation (voir le chapitre 2 et [194]). Si le nesting est parfait, l'échantillon est isolant sous la température de transition.

P. Monceau *et al.* [133] ont observé que l'application d'un champ électrique aux bornes de l'échantillon réduisait l'amplitude des "bosses" (voir Fig. 1.7). Ils déduisirent de cette observation que l'accroissement du champ électrique appliqué induisait un tunneling Zenner au travers du gap de l'ODC et que celle-ci était dépiégée [133, 143].

⁷Ce reporter au chapitre 2 pour obtenir les caractéristiques du NbSe_3 .

⁸Dans un système parfaitement 1D, la surface de Fermi est composée de deux plans parallèles. Ici, le couplage entre les chaînes fait que des électrons peuvent passer d'une chaîne à l'autre et que la surface de Fermi se gondole.

⁹Se référer à l'article très récent sur des mesures ARPES sur NbSe_3 à basse température par J. Schäfer *et al.* [173].

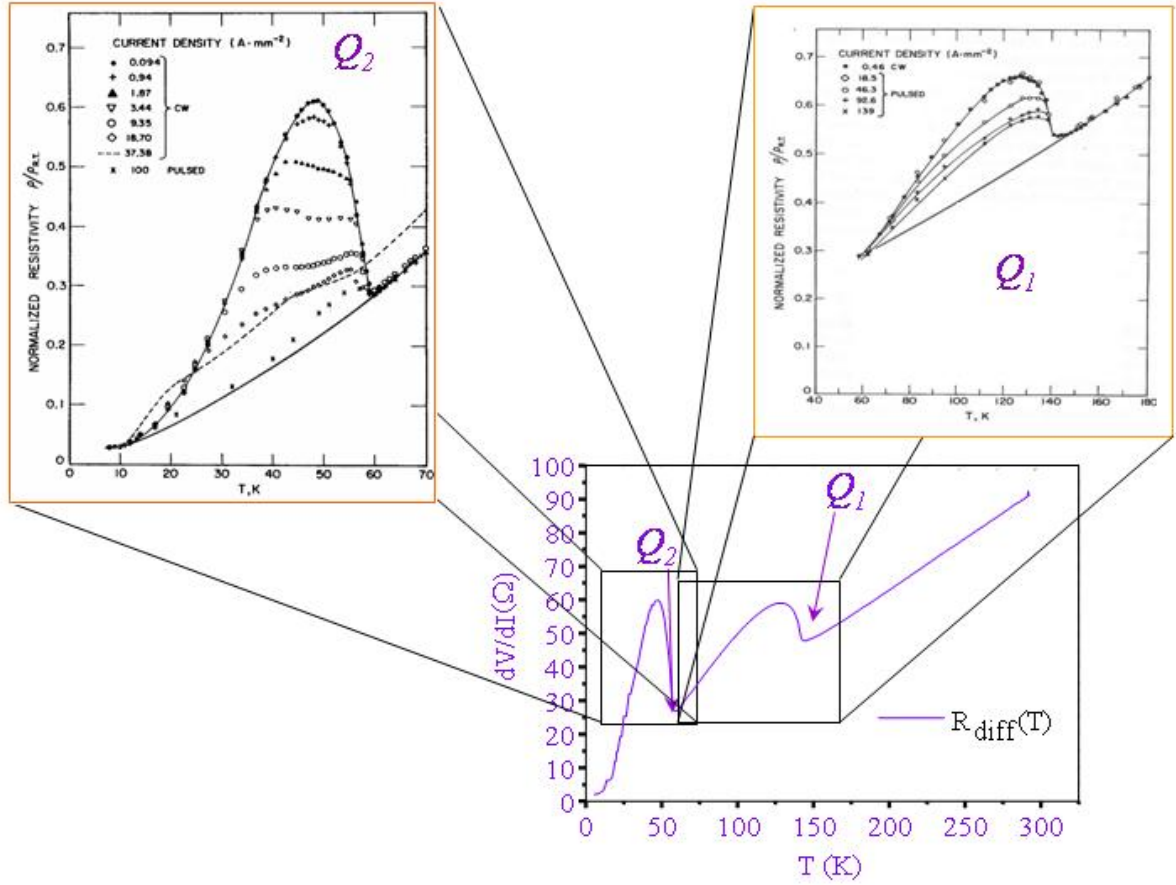


FIG. 1.7: Variation de la résistance d'un échantillon de NbSe₃ en fonction de la température : on peut observer les deux anomalies dues aux deux modulations Q_1 et Q_2 . Les deux zooms représentent l'effet d'un champ électrique sur ces deux transitions (d'après [133]).

C'est à R. M. Fleming et C. C. Grimes [61] que l'on doit la première observation du champ seuil : ils sont les premiers à réellement interpréter la non-linéarité de la conductivité au dessus d'un certain champ seuil E_T , dans NbSe₃, comme le dépiégeage d'une ODC des impuretés du réseau sous-jacent. La conductivité est alors de la forme :

$$\begin{cases} \sigma(E) = \sigma_a & (E < E_T) \\ \sigma(E) = \sigma_a + \sigma_b e^{-\frac{E_0}{E-E_T}} & (E > E_T) \end{cases} \quad (1.20)$$

où σ_a est la conductivité à bas champ (*i.e.* sous le champ seuil) et $\sigma_a + \sigma_b$ est la conductivité sans ODC.

R. M. Fleming et C. C. Grimes ont pu observer ce champ seuil en traçant la courbe de la résistance différentielle $\frac{dV}{dI}$ en fonction du champ appliqué (voir Fig. 1.8).

La mise en mouvement de l'onde entraîne la non-linéarité de la conductivité du NbSe₃ sous la température de transition et une densité de courant supplémentaire due aux porteurs condensés

s'ajoute au courant transporté par les porteurs normaux :

$$\mathbf{J}_{\text{tot}} = \mathbf{J}_n + \mathbf{J}_{\text{ODC}} \quad (1.21)$$

où \mathbf{J}_{tot} est la densité de courant total, \mathbf{J}_n est la densité de courant due aux porteurs normaux et $\mathbf{J}_{\text{ODC}} = n_c e v$ est la densité de courant due aux porteurs condensés avec n_c le nombre de porteurs condensés et v la vitesse de l'ODC (d'après [6]).

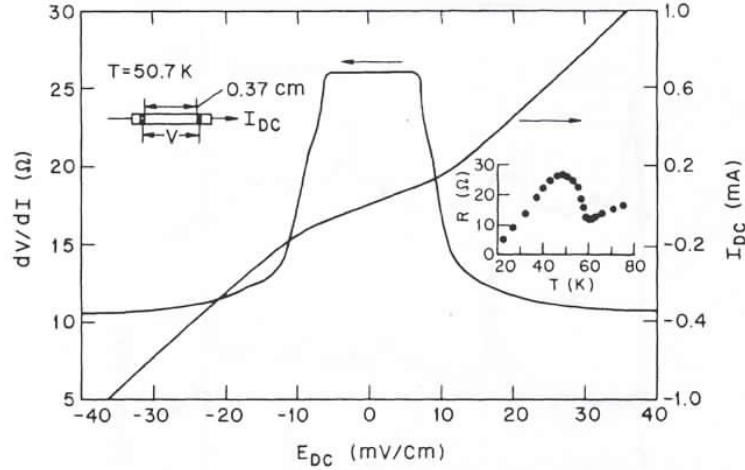


FIG. 1.8: Première courbe de dépiégeage à $T = 50,7$ K par R. M. Fleming et C. C. Grimes [61] : on observe un comportement non-linéaire de la conductivité à partir d'un certain seuil : les auteurs en ont déduit que l'onde se dépiégeait du réseau sous-jacent.

T. M. Rice *et al.* [161] a estimé que la variation de la densité électronique due à la déformation de l'onde était proportionnelle au gradient de la phase de l'ODC.

NbSe_3 possédant deux transitions de Peierls, le comportement du champ seuil en fonction de la température est tout à fait singulier : R. M. Fleming [58] a étudié celui-ci et a pu distinguer deux champs seuils pour les ODC haute et basse température. A partir de la température T_{C2} , *i.e.* la seconde transition de Peierls dans NbSe_3 , le champ seuil est difficilement mesurable directement sur la courbe de dépiégeage, il n'est alors détectable, sur une certaine plage, que par des mesures de bruit.

Les impuretés ont pour effet d'augmenter le champ seuil : dans le cadre de la théorie FLR, P. A. Lee et T. M. Rice [112] ont montré qu'il y avait une différence entre les impuretés isoélectriques¹⁰ et non isoélectriques : lorsque les impuretés sont isoélectriques avec les atomes qu'elles remplacent (comme le tantale pour le niobium dans NbSe_3), elles sont alors non chargées, donc des centres de piégeage faible. Lorsque les impuretés ne sont pas isoélectriques avec les atomes

¹⁰Deux atomes sont dit isoélectriques lorsqu'ils possèdent le même nombre d'électrons sur leurs couches électroniques les plus externes.

qu'elles remplacent (comme le titane pour le niobium dans NbSe_3), elles sont alors chargées, donc des centres de piégeage fort. Les résultats expérimentaux comme ceux de N. P. Ong *et al.* [142] ont montré que la transition de Peierls était dégradée plus par le titane que par le tantale. L'influence du tantale (*i.e.* des impuretés non chargées) sur le champ seuil correspond bien à un piégeage faible ([142, 35, 50, 136]). Le cas du titane est beaucoup plus controversé, il n'y a pas vraiment de résultat net sur l'influence de la charge de l'impureté sur le champ de dépiégeage dans NbSe_3 ([35, 136]). Des études similaires sur la dépendance du champ seuil et de la transition en fonction de la concentration de défauts d'irradiation ont été faites, notamment par W. W. Fuller *et al.* [70] : le champ seuil varie linéairement avec la concentration de défaut (ce qui indiquerait un piégeage fort).

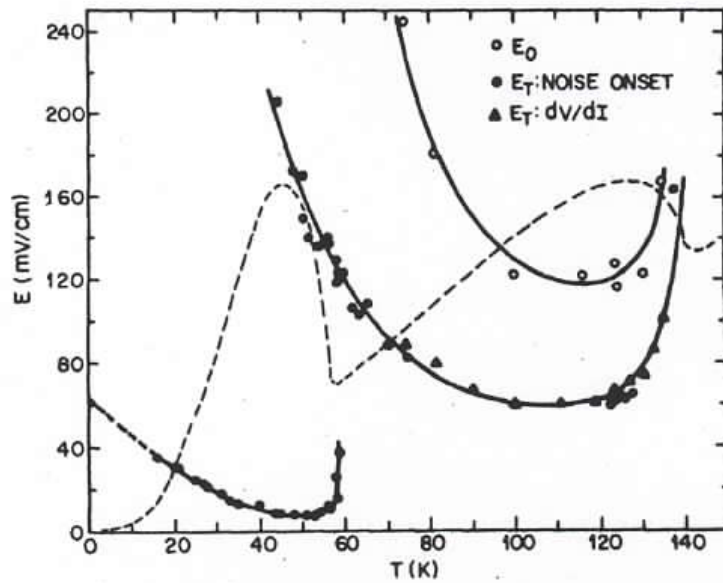


FIG. 1.9: Champ seuil en fonction de la température : on peut voir les deux champs seuils différents correspondant aux deux ODC. E_{T1} , le champ seuil de la première ODC diverge à basse température et n'est mesurable qu'entre 42 et 59 K. Dans cet intervalle, il est possible de distinguer les deux champs E_{T1} et E_{T2} . E_0 est un paramètre de l'équation 1.20.

P. J. Yetman et J. C. Gill [202] ont montré que le champ seuil était inversement proportionnel à l'épaisseur de l'échantillon. Ils en ont déduit que ce phénomène était dû à l'accrochage des fronts d'onde par les surfaces de l'échantillon. Cette interprétation a été confirmée par les mesures de champ seuil de J. C. McCarten *et al.* [129] ainsi que par nos mesures de longueur de corrélation phase-phase du chapitre 4 [45].

1.3.2 Bruits et interférences

Nous avons vu que l'application d'un champ électrique permet de mettre en mouvement l'ODC. Ce mouvement s'accompagne d'un bruit périodique à bande étroite appelé Narrow Band Noise

(NBN) et d'un bruit électronique large bande appelé Broad Band Noise (BBN). R. M. Fleming et C. C. Grimes [61] ont été les premiers à mesurer ce phénomène dans les systèmes à ODC.

L'origine du NBN n'est pas encore complètement prouvée. Deux théories s'opposent :

- Le NBN proviendrait de la conversion des fronts d'onde de l'ODC au niveau des contacts (voir [145]).
- Le NBN proviendrait de l'interaction périodique de l'ODC avec les défauts sous-jacents du cristal (voir [139]).

La fréquence du fondamental du NBN est proportionnelle à la vitesse moyenne de l'ODC : il est généralement considéré que $f_{\text{NBN}} = \frac{\langle v \rangle}{a}$ où $\langle v \rangle$ est la vitesse de l'ODC et a la périodicité de l'onde (d'après [135]).

Le spectre du signal peut comporter de nombreuses harmoniques (voir Fig. 1.10 gauche). La fréquence du NBN augmente linéairement avec le courant d'ODC [135]. Son amplitude est de l'ordre de quelques dizaines de microvolts. Une période de ces oscillations cohérentes correspond à une translation d'une longueur d'onde de l'ODC.

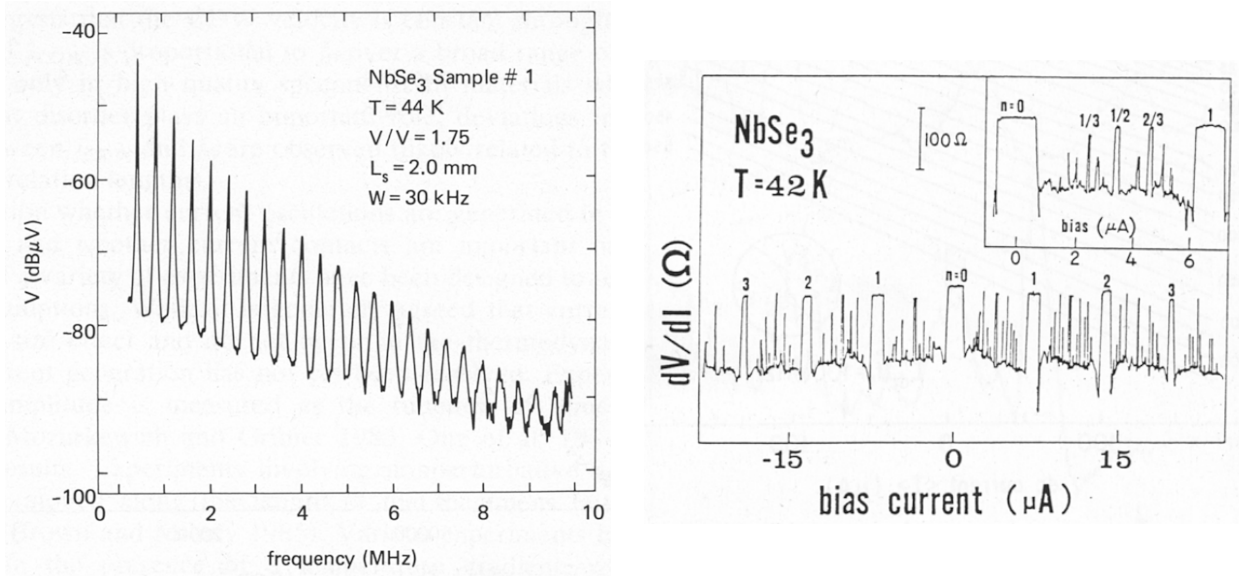


FIG. 1.10: **A gauche** : spectre de Fourier du signal $V(t)$ à $T = 44$ K dans NbSe_3 : on peut observer quelques vingt-trois harmoniques suivant le fondamental du NBN (d'après [190]). **A droite** : variation de la résistance différentielle en fonction du courant appliqué lorsqu'un champ rf est ajouté à $T = 42$ K dans NbSe_3 : on peut observer des pics et plateaux lorsque $\frac{f_{\text{NBN}}}{f_{\text{rf}}} = \frac{p}{q}$ (d'après [89]).

Le NBN définit la cohérence temporelle de l'ODC [139, 27], *i.e.* la corrélation vitesse-vitesse des fronts d'onde (voir chapitre 4.1.2). Plus les fronts d'onde avancent à la même vitesse, plus le pic du fondamental est fin et de grande amplitude. L'ODC n'étant pas un système parfait, le pic du fondamental possède une largeur finie due à la présence de défauts qui désorganisent le cristal électronique. On peut alors définir le facteur de qualité $Q = \frac{\nu}{\Delta\nu}$ représentant de manière quantitative la cohérence temporelle du système. La présence de BBN, qui est un bruit en $f^{-\alpha}$

détectable lorsque l'onde est dépiégée [163], montre bien que le système n'est pas parfait et possède une composante désordonnée.

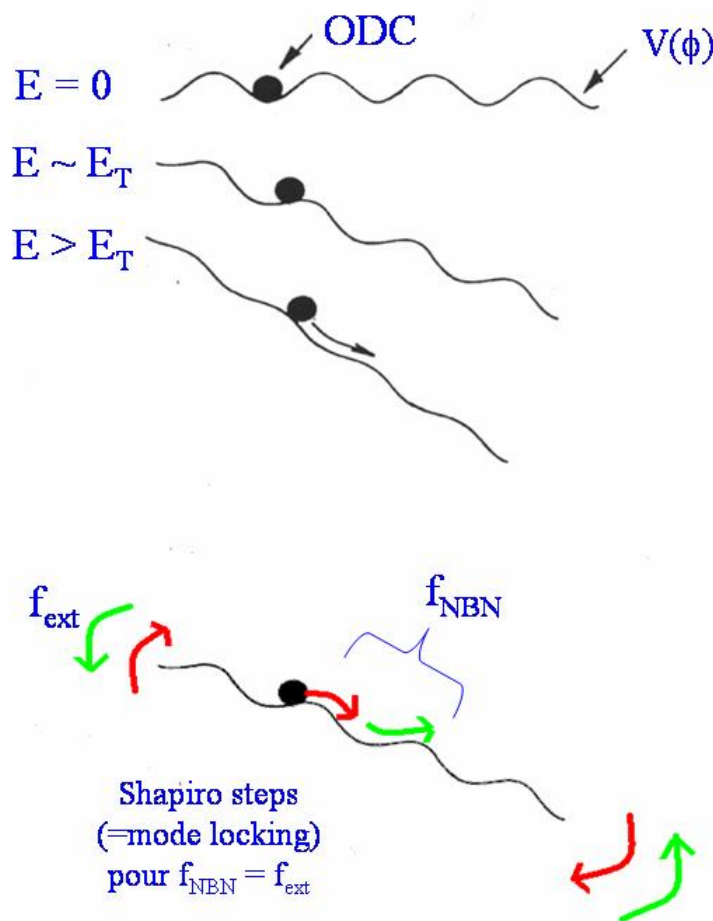


FIG. 1.11: Schéma représentant l'analogie mécanique expliquant les phénomènes du NBN et de l'état bloqué. En haut, le cas du dépiégeage avec les différentes étapes définies par la valeur du courant appliqué. En bas, l'effet d'un champ rf ajouté au champ dc sur le mouvement de la particule dans un potentiel périodique [86, 84].

Il est possible de représenter le système par le modèle de la tôle ondulée plus communément appelé "washboard". Ce modèle a été mis en équation par G. Grüner *et al.* [86, 84]. L'ODC est matérialisée par une particule prisonnière d'un plan ondulé représentant le potentiel de piégeage (voir Fig. 1.11). Le plan ondulé ou washboard est horizontal pour $E = 0$, la particule représentant l'ODC est dans l'état de plus basse énergie. L'application d'un champ extérieur va incliner la washboard : la particule ne bouge pas tant que $E < E_T$. Pour $E > E_T$, la washboard est suffisamment inclinée pour que la particule bouge dans le potentiel de piégeage périodique ; l'ODC est alors en mouvement et passe de minimum de potentiel en minimum de potentiel à la fréquence de la washboard : c'est la fréquence du fondamental du NBN.

A la manière de S. Shapiro [178] dans les jonctions Josephson, P. Monceau *et al.* [135] ont fait interférer un champ radio-fréquence (rf) de type $J_{\text{ac}} \cos(2\pi ft)$ avec l'ODC mise en mouvement

par le courant de densité J . Il est alors possible d'observer des plateaux¹¹ dans la caractéristique $J_{\text{ODC}} - V$ où J_{ODC} est constante sur une plage finie de J . Si on trace la courbe $\frac{dV}{dI} - I$, ces plateaux, où J_{ODC} est constante, deviennent des régions où la résistance différentielle $\frac{dV}{dI}$ devient égale à la valeur de celle-ci sans courant $\frac{dV(I=0)}{dI}$ (voir Fig. 1.10 à droite). On dit que l'onde est dans un état bloqué (mode locked state). La résistance des porteurs condensés est donnée par la résistance dans l'état piégé : ceci implique que dans l'état bloqué une augmentation du courant J_{tot} ne change la tension que par l'intermédiaire des porteurs non-condensés [12, 13].

L'ajout de ce champ rf dans le modèle de la tôle ondulée a pour conséquence de faire osciller la washboard à la fréquence du champ rf appliqué. On est dans un état bloqué lorsque $\frac{f_{\text{NBN}}}{f_{\text{rf}}} = \frac{p}{q}$ avec p et q deux entiers.

S. Bhattacharya *et al.* [27] ont prouvé que le condensat était plus cohérent temporellement¹² et R. E. Thorne *et al.* [189] ont montré que l'amplitude intégrée du pic du NBN était inchangée dans l'état bloqué, impliquant que le nombre de porteurs condensés reste inchangé.

1.3.3 Switching, métastabilité et effet de mémoire

A. Zettl et G. Grüner [204] ont été les premiers à mettre en évidence le phénomène de switching dans les systèmes à ODC (dans NbSe_3). Le switching intervient à basse température et a pour principal effet de rendre le dépiégeage de l'ODC plus brutal. Le champ seuil E_T est plus grand lors de la montée en champ que lors de la descente : on observe alors une hystérésis dans un cycle de champ (voir Fig. 1.12 et [204, 88, 90, 117]).

R. P. Hall *et al.* [87, 88] ont mesuré le dépiégeage d'une ODC dans NbSe_3 à basse température (sous la deuxième transition) à l'aide d'électrodes de tension métalliques et mobiles : ils ont pu montrer que cet effet provenait de zones inférieures à $20 \mu\text{m}$. Ils ont, de plus, mesuré des échantillons dopés en fer (*i.e.* que l'échantillon possède des centres de piégeage fort) et ils ont pu observer que, dans ces échantillons, l'effet du switching apparaissait à plus hautes températures. Ils ont donc attribué cet effet à des centres de piégeage fort, non détectables en microscopie (optique et électronique à balayage). Il est à noter que la probabilité d'avoir un échantillon "à switching" augmente lorsque celui-ci possède une section petite¹³. M. Inui *et al.* [95] ont mis au point un modèle sur la dynamique d'un système à ODC possédant des centres de piégeage fort : ce modèle reproduit bien les effets d'hystérésis lors d'un cycle en champ. Cependant, les expériences de S. G. Lemay *et al.* [116, 115] ont mis en évidence l'existence d'un "creep"¹⁴ collectif, *i.e.* un

¹¹Ces plateaux sont souvent appelés Shapiro steps [178].

¹²ainsi que M. S. Sherwin *et al.* [179] qui ont vérifié cette propriété à basse température dans le cadre du switching (voir chapitre suivant).

¹³R. P. Hall *et al.* [87, 88] ont obtenu leurs résultats sur des échantillons de très petite section ($2 \mu\text{m} \times 3 \mu\text{m}$).

¹⁴Signifie avancer lentement en anglais.

mouvement lent de l'ODC par petits sauts entre deux champs seuils E_T et E_T^* ¹⁵ : une transition de phase du premier ordre lors du passage du "creep" au mouvement à grande vitesse de l'ODC serait la cause de ce switching.

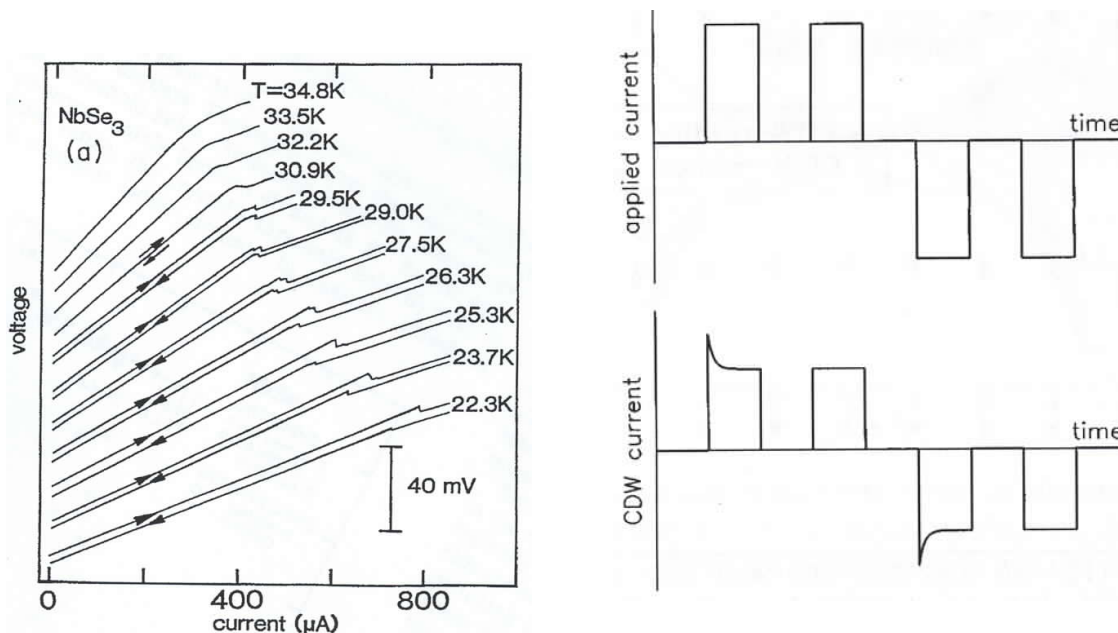


FIG. 1.12: **A gauche** : Mesure I-V dans un échantillon de NbSe₃ à basse température : on observe une hystérésis dans la courbe I-V (d'après [204]). **A droite** : Ce schéma représente l'effet d'un pulse bipolaire sur un système à ODC à basse température. Le courant d'ODC mesuré est plus grand que la valeur du régime permanent lorsque le pulse précédent le pulse appliqué est de signe différent (figure tirée de T. L. Adelman *et al.* [3]).

J. C. Gill [79] a mis en évidence un autre effet à basse température dit d'"overshoot" : il étudia la réponse dans le régime transitoire du système à ODC lorsqu'un pulse de courant est appliqué, et que le pulse précédent est du même signe, le courant dû au mouvement de l'ODC suit normalement le courant appliqué. Lorsque le pulse précédent est de signe opposé, le courant initial d'ODC est plus grand que cet état permanent ("steady state" en anglais). L'effet du pulse dépend donc de la façon dont a été précédemment polarisé l'échantillon : il y a donc un effet de mémoire. Le pulse a pour effet d'entraîner le système dans un état métastable¹⁶ et celui-ci, un peu à la manière des systèmes désordonnés tel que les verres de spin¹⁷, relaxe vers une succession d'états métastables et ce, dans un temps très long (plusieurs heures) indépendamment de la durée du pulse¹⁸.

¹⁵Nous reviendrons plus en détail sur ce résultat dans le chapitre 5.

¹⁶Un état métastable est un état où le système se retrouve dans un minimum local ne correspondant pas au minimum d'énergie de l'état fondamental du système.

¹⁷Voir par exemple E. Vincent *et al.* p. 184 dans [170].

¹⁸J. C. Gill [79] a réalisé des mesures avec des pulses de durées comprises entre 3 μ sec et 25 minutes !

1.4 Phase slip, dislocations électroniques et injection de courant

Nous avons vu que le mouvement des solitons est étroitement lié au comportement électrique singulier de certains matériaux à ODC. Nous avons décrit l'ODC comme un système périodique, continu, élastique, et pouvant être mis en mouvement lorsqu'un champ électrique supérieur à un champ seuil est appliqué. Nous avons vu que le condensat électronique formé par l'ODC interagit avec les défauts inhérents au cristal. Donc sous certaines conditions, l'ODC va être amenée à se déformer. Nous allons voir que les théories sur le phénomène du phase slip et la formation de dislocations électroniques ont été élaborées afin d'expliquer le phénomène d'injection de courant.

P. W. Anderson [7] a été le premier à employer le terme de phase slip dans son étude sur la dynamique de l'hélium superfluide à travers de petites ouvertures. Il a calculé que des sauts de phase de 2π peuvent apparaître dans le paramètre d'ordre du système et annuler celui-ci localement par la nucléation de vortex. J. S. Langer et V. Ambegaokar [107] ont montré que seule la présence de centres de phase-slip permet de maintenir un système stable sans discontinuité de la phase du paramètre d'ordre lorsqu'un courant traverse un fil supraconducteur uni-dimensionnel.

L. P. Gor'kov [83] et N. P. Ong, G. Verma et K. Maki [144, 145] ont mis au point simultanément un modèle basé sur le même principe que celui de J. S. Langer et V. Ambegaokar [107] mais pour le cas des ODC (voir Fig. 1.4). Lors de l'application d'un champ électrique supérieur au champ seuil, l'ODC se met en mouvement, allant d'un contact à un autre. L'ODC est alors comprimée à un contact et étirée à l'autre. Plus précisément, l'ODC est comprimée à l'électrode d'éjection des électrons I_+ , là où l'ODC se convertit en électrons normaux : ceci implique que sa période diminue localement, donc que la valeur du vecteur de modulation \mathbf{Q} augmente. L'ODC est étirée à l'électrode d'injection des électrons I_- , là où les électrons normaux se convertissent en ODC : sa période augmente localement ce qui implique une diminution de la valeur du vecteur de modulation \mathbf{Q} . Il en résulte une contrainte au niveau des contacts décrite par l'équation suivante :

$$\varepsilon(x) = \frac{1}{\mathbf{Q}(x)} \frac{\partial \varphi(x)}{\partial x} \quad (1.22)$$

Lorsque la contrainte $\varepsilon(x)$ est trop élevée, celle-ci peut se relaxer par la formation de vortex ou boucles de dislocations électroniques. Ce phénomène permet donc d'éviter les discontinuités de la phase. Le paramètre d'ordre est annulé localement au niveau du centre de phase slip : le phase slip est un saut de 2π de la phase du paramètre d'ordre de l'ODC. Ce modèle a été présenté comme l'explication de l'apparition du NBN dans les systèmes à ODC : les oscillations de la tension sont attribuées à la nucléation et à la destruction des vortex ou boucles de dislocations au niveau des électrodes. On peut représenter le phase slip par l'ajout d'un plan d'onde par l'intermédiaire d'une dislocation coin électronique lors de la conversion électrons \rightleftharpoons porteurs condensés et le retrait d'un plan d'onde par l'intermédiaire d'une boucle de dislocation électronique lors de la

conversion porteurs condensés \Rightarrow électrons (voir Fig. 1.13). On voit donc que la notion de phase slip est indissociable de celle de conversion de porteurs dans les ODC.

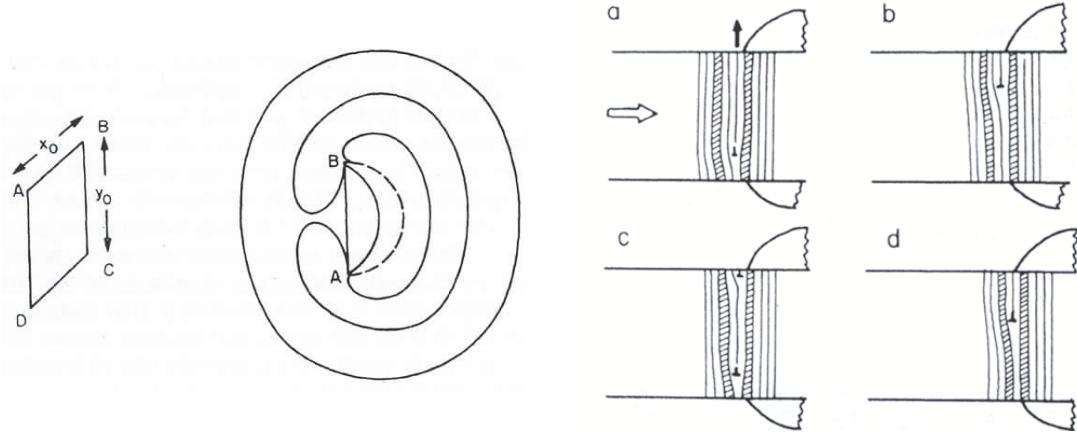


FIG. 1.13: **A gauche** : schéma de la nucléation, à partir d'une source de Frank et Read, ici définie par les points A et B, d'une boucle de dislocation dans le plan (x,y) . Si la boucle de dislocation ne dépasse pas la ligne en pointillé alors celle-ci reste instable et ne croît pas par la force élastique de Peach-Koehler. **A droite** : Représentation schématique de la disparition d'un front d'onde, représentant l'ODC, par nucléation, mouvement et disparition successive de boucles de dislocations coins (d'après [145]).

D. Feinberg et J. Friedel ([55] et [174] p. 407) ont mis au point une théorie sur les déformations d'une ODC soumise à un champ électrique, se basant sur les travaux préliminaires de J. Dumas et D. Feinberg¹⁹ sur l'analogie entre le dépiégeage d'une ODC et les déformations induites par une contrainte dans un cristal [52]. Leur modèle présente une ODC comme un véritable cristal électronique, en considérant les effets d'anisotropie et les effets de taille finie : ils développent toute une théorie sur les dislocations électroniques permettant de déformer la phase de l'ODC, en se basant sur la théorie des dislocations dans les solides. En partant du modèle LRA [113], les auteurs montrent que sous l'application d'un champ électrique, la phase de l'ODC subit une déformation élastique. L'ODC subit alors un petit déplacement local le long des chaînes de la valeur $\mathbf{u} = -\frac{\varphi}{Q}\mathbf{i}$ avec φ la phase, $Q = \frac{2\pi}{\lambda}$ la norme du vecteur de modulation de l'ODC, et \mathbf{i} le vecteur unitaire suivant la direction x . Les éléments non-nuls du tenseur des déformations $[\varepsilon]$ correspondant à ce petit déplacement sont alors définis tel que :

$$\varepsilon_{xx} = -\frac{1}{Q} \frac{\partial \varphi}{\partial x}; \quad \varepsilon_{xy} = \varepsilon_{yx} = -\frac{1}{2Q} \frac{\partial \varphi}{\partial y}; \quad \varepsilon_{xz} = \varepsilon_{zx} = -\frac{1}{2Q} \frac{\partial \varphi}{\partial z} \quad (1.23)$$

où $\varepsilon_{xx} = \frac{\delta\lambda}{\lambda}$ est une compression ou une dilatation le long des chaînes (*i.e.* suivant x), tandis que ε_{xy} et ε_{xz} correspondent à un cisaillement de l'ODC.

La charge produite par la déformation sur la phase est alors égale à :

¹⁹Les auteurs partent des modèles considérant les systèmes à ODC comme un ensemble de domaines, de longueur de corrélation phase-phase donnée par le modèle FLR, séparés par un réseau de solitons ou discommensurations.

$$\rho_c = \frac{en_c}{Q} \frac{\partial \varphi}{\partial x} = -(en_c) \varepsilon_{xx} \quad (1.24)$$

On peut alors calculer le tenseur des contraintes $[\sigma]$ connaissant les constantes élastiques K_x, K_y et K_z de l'ODC²⁰ :

$$\sigma_{xx} = Q^2 K_x \varepsilon_{xx}; \quad \sigma_{xy} = \sigma_{yx} = Q^2 K_y \varepsilon_{xy}; \quad \sigma_{xz} = \sigma_{zx} = Q^2 K_z \varepsilon_{xz} \quad (1.25)$$

L'énergie élastique par unité de volume est alors définie par $\mathcal{E}_{elas} = \frac{1}{2}[\sigma][\varepsilon]$ (en considérant $|\Psi| = 1$). Il est énergétiquement favorable que des boucles de dislocations apparaissent lorsque l'énergie gagnée par le relâchement de la contrainte devient supérieure à l'énergie minimum nécessaire à la nucléation d'une boucle de dislocation d'un diamètre de l'ordre de la longueur de corrélation d'amplitude du paramètre d'ordre. La boucle de dislocation nucléée entre deux points du vortex, telle une source de Frank et Read [67], croît sous l'effet de la force élastique interne de Peach-Koehler²¹ [148] jusqu'à une certaine taille où elle devient stable, à travers le condensat piégé (voir Fig. 1.13 à gauche, schéma de la croissance de la boucle de dislocation, et [112]). L'énergie de la dislocation est inversement proportionnelle à la composante σ_{xx} du tenseur des contraintes.

D. Feinberg et J. Friedel ont alors décrit trois zones de piégeage de l'onde où la nucléation de boucles de dislocations a lieu, ainsi que les différents seuils de dépiégeage de l'ODC pour ces trois cas, en reprenant l'équation 1.12 pour différentes valeurs des forces de piégeage. Ils considèrent donc trois zones au niveau :

- des contacts où il y a un processus de phase slip pendant la conversion porteurs normaux \rightleftharpoons porteurs condensés.
- d'un défaut où la phase est piégée, le phase slip sert à éviter les discontinuités de la phase du paramètre d'ordre.
- des surfaces : en effet, la rugosité de surface distord les fronts d'onde et donc donne lieu à des centres de nucléation de boucles de dislocations.

Pour chaque cas, une valeur du champ seuil, caractérisant la force de piégeage, est définie. Dans le cas du piégeage par les contacts, ce champ seuil est inversement proportionnel à la distance entre les électrodes. Dans le cas du piégeage par les surfaces, le champ seuil est inversement proportionnel à l'épaisseur de l'échantillon. Nous verrons que les contraintes imposées par ces trois centres de piégeage sur l'ODC sous champ sont détectables par nos mesures couplées de transport et de diffraction.

S. Ramakrishna *et al.* [156, 157] se sont basés sur les mesures de J. C. Gill [80, 81] afin d'élaborer

²⁰ K_x, K_y et K_z sont proportionnels aux longueurs de corrélation phase-phase ξ_x, ξ_y et ξ_z .

²¹ La force de Peach-Koehler est définie telle que $\mathcal{F}_{PK}(x) = \sigma_{xx} \frac{x}{Q}$.

et d'expliquer l'existence du phase slip dans les ODC. J. C. Gill a été le premier à observer une différence dans les valeurs de tension mesurées dans la position transposée V_T et les valeurs de tension mesurées dans la position normale V_N (voir Fig. 1.14) : il attribua cette différence à la tension créée par la nucléation des boucles de dislocations lorsque le champ appliqué est supérieur au seuil permettant le mouvement de l'onde.

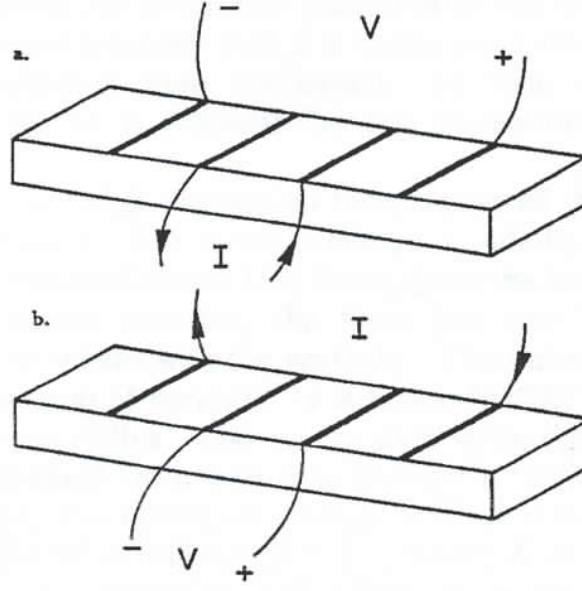


FIG. 1.14: a) Configuration dite transposée de la mesure de tension. b) Configuration dite normale de la mesure de tension (d'après [157]).

Cette tension de phase slip est alors égale à $V_{PS} = V_T - V_N$. Partant du modèle des déformations dans les ODC de [55] et du modèle FLR, S. Ramakrishna *et al.* déterminent une loi thermiquement activée régissant le taux de nucléation des boucles de dislocation \mathcal{R} définie par :

$$\mathcal{R}_{PS}(x) = -sgn[\varepsilon(x)]\mathcal{R}_0 e^{-\frac{V_a}{2Q\bar{K}|\varepsilon(x)|}} \quad (1.26)$$

où $V_a = C(\frac{\pi^2 Q}{en_c})(\frac{\bar{K}}{k_B T})$, $\bar{K} = \frac{[\sqrt{K_x K} + \sqrt{K_y K}]}{2}$ est la constante élastique normalisée, K est la constante élastique longitudinale, \mathcal{R}_0 est un taux d'essai (difficile à estimer) et C est une constante.

Les auteurs en déduisent une valeur du courant d'ODC :

$$I_{ODC}(x) = 2\pi \frac{Q}{e\rho_c} \mathcal{A} \mathcal{R}_{PS}(x) \frac{V_{PS}}{V_a} \quad (1.27)$$

avec ρ_c la densité de charge supplémentaire créée par la déformation et \mathcal{A} la section de l'échantillon.

S. Ramakrishna *et al.* [156, 157] n'ont pu considérer que le phase slip à proximité des électrodes : leurs calculs prévoient une contrainte linéaire, avec une certaine pente due au phase slip au niveau

des électrodes. Si la validité de ce modèle fût confirmée par les mesures de D. DiCarlo *et al.* [49], ce modèle est en désaccord avec les dernières mesures précises de la contrainte que subit l'ODC par la conversion des porteurs [159, 32].

T. L. Adelman *et al.* [4, 3] ont présenté un modèle phénoménologique de la conversion des porteurs, basé sur celui de S. Ramakrishna *et al.* [156, 157], à partir de leur expérience sur la réponse spatio-temporelle de l'ODC (dans NbSe₃) à un courant bi-polaire pulsé. Dans ce modèle, le phase slip est modélisé par le taux de nucléation de boucles de dislocation $\mathcal{R}_{\text{PS}}(x, t)$, fonction de la contrainte locale $\varepsilon(x)$. L'équation du mouvement s'écrit alors :

$$\frac{\partial \phi(x, t)}{\partial t} = \left(\frac{Q}{en_c} \right) J_{\text{ODC}}(x, t) + \int_{-\infty}^x \mathcal{R}_{\text{PS}}(\phi(x', t)) dx' \quad (1.28)$$

où la densité de courant d'ODC $J_{\text{ODC}}(x, t)$ vaut :

$$J_{\text{ODC}}(x, t) = \frac{1}{\rho_s + \rho_c} \left[\rho_s j_{\text{tot}}(x, t) - \mathcal{F}_{\text{pin}}(J_{\text{ODC}}) + \left(\frac{Q^2}{en_c} \right) K \frac{\partial \varepsilon(x, t)}{\partial x} \right] \quad (1.29)$$

avec $j_{\text{tot}}(x, t)$ la densité de courant totale, ρ_s et ρ_c respectivement résistivité due aux porteurs non-condensés et condensés, $\mathcal{F}_{\text{pin}}(J_{\text{ODC}})$ modélise la force de piégeage due aux impuretés et K la constante de raideur de l'onde.

Ici, $\phi(x, t)$ est définie par l'expression de la densité d'électrons condensés et la contrainte élastique seulement en présence de phase slip. La définition de $\phi(x, t)$ diffère de celle, conventionnelle, de la phase de l'ODC φ qui peut être définie par la relation $J_{\text{ODC}} \propto \frac{\partial \varphi}{\partial t}$, car elle prend en compte le fait qu'il y ait une réponse transitoire du système. La condition pour avoir l'état permanent de l'ODC glissante est $\frac{\partial \varphi}{\partial t} = 0$. La nouvelle phase $\phi(x, t)$ est alors redéfinie par :

$$\phi(x, t) = \varphi(x, t) + \int_{-\infty}^t \int_{-\infty}^x \mathcal{R}_{\text{PS}}(x', t') dx' dt' \quad (1.30)$$

Le modèle sur l'injection des porteurs dans les systèmes 1D à ODC le plus en adéquation avec les résultats expérimentaux les plus récents est certainement celui de S. Brazovskii *et al.* [32]. Ce modèle a été conçu pour expliquer les mesures des déformations d'une ODC proche d'une électrode de H. Requardt *et al.* [159]. Il est basé sur les nombreux travaux théoriques de S. Brazovskii [29, 30] sur les excitations électroniques dans les systèmes à ODC et de S. Brazovskii et S. Matveenko [34, 33] sur la conversion des porteurs par l'intermédiaire de solitons et des dislocations. D'après S. Brazovskii, chaque électron ou trou possédant une énergie \mathcal{E} suffisante, développe spontanément des solitons d'amplitude. Ce processus prend un temps défini par $\omega_{ph}^{-1} \sim 10^{-11}$ s (où ω_{ph} est la fréquence du phonon pour le vecteur d'onde $\mathbf{Q} = 2\mathbf{k}_F$) et coûte une énergie de $\simeq 0.3\Delta$. Pour l'auteur, l'aggrégation des deux solitons d'amplitude donne naissance à un soliton de phase qui permet la nucléation d'une boucle de dislocation [34]. On voit que ce phénomène crée un nouveau gap d'excitation du système, lié à l'énergie de création de ces boucles de dislocations.

S. Brazovskii *et al.* [159, 32] se basent sur les mesures des déformations d'une ODC sous courant par mesures couplées de transport et de diffraction RX. D. DiCarlo *et al.* [49] ont mesuré ces contraintes le long d'un échantillon de NbSe₃ de 4,5 mm à l'aide d'un faisceau de 0,8 mm et les ont comparées au modèle de S. Ramakrishna *et al.* [156, 157]; H. Requardt *et al.* [159] ont repris ces mesures avec un faisceau de 30 μm : ils ont mesuré un profil de déformation, non pas linéaire comme D. DiCarlo *et al.* [49], mais en exponentielle décroissante du type $\exp\left(-\frac{x}{\lambda_{\text{PS}}}\right)$ avec x la position du faisceau RX par rapport au contact et λ_{PS} la longueur de phase slip. S. Brazovskii dans [31] a montré qu'il était nécessaire de décrire le système par deux types de porteurs normaux différents :

- Les porteurs intrinsèques dus aux excitations thermiques au dessus du gap de l'ODC, aux poches d'électrons dues au nesting imparfait de la surface de Fermi et aux transitions optiques à travers le gap de l'ODC.
- Les porteurs extrinsèques qui proviennent des bandes non affectées par l'ODC ou par les bandes affectées par l'ODC mais dont le vecteur d'onde est assez éloigné de $\pm\mathbf{k}_F$ ²².

Le modèle développé par S. Brazovskii *et al.* [159, 32] est donc basé sur ces considérations. Il a pour but d'expliquer les résultats de l'expérience de H. Requardt *et al.* [159]. Les auteurs partent du principe que le phase slip est possible loin des contacts d'injection et que les déformations dans l'ODC proviennent du déséquilibre entre le potentiel chimique des différents porteurs, *i.e.* condensés, intrinsèques et extrinsèques. Ils considèrent que des déformations (*i.e.* que $q = \frac{\partial\varphi(x,t)}{\partial x} \neq 0$ loin des contacts) sont possibles grâce à la présence de dislocations au sein du cristal électronique formé par l'ODC. Lorsqu'un champ extérieur est appliqué, les boucles de dislocations sont présentes ou sont nucléées et peuvent se mouvoir car elles comportent des électrons normaux. L'effet des différents types de porteurs sur le comportement dynamique de l'ODC est analysé. S. Brazovskii *et al.* [32] tiennent compte de la variation des porteurs intrinsèques par rapport à l'équilibre et considèrent que les déformations de l'ODC²³ sont couplées à la dynamique de ces porteurs. Les auteurs considèrent que la variation des porteurs normaux (donc intrinsèques plus extrinsèques) écrantent les déformations de l'ODC. Il en résulte que le système s'équilibre.

La condition d'électroneutralité implique que :

$$\delta n_n = -\delta n_c = -\frac{\pi}{q} \quad (1.31)$$

où $\delta n_n = \delta n_i + \delta n_e$ est la variation des porteurs normaux, δn_c est la variation des porteurs condensés et q la valeur de la déformation de l'ODC qui peut s'exprimer par :

$$q \propto \mu_n - U \equiv \eta \quad (1.32)$$

²²*i.e.* la position dans la zone de Brillouin où l'anomalie de Kohn se produit dans le spectre des phonons à la transition [104].

²³*i.e.* les solitons d'amplitude ou de phase.

avec

$$\eta = -\frac{j_{\text{tot}}}{\sigma_n} \lambda_{\text{PS}} \frac{\sinh x/\lambda_{\text{PS}}}{\cosh a/\lambda_{\text{PS}}} \quad (1.33)$$

où j_{tot} est la densité de courant total, σ_n la conductivité des porteurs normaux, λ_{PS} la longueur de phase slip, $\pm a$ la position des contacts, μ_n le potentiel chimique des porteurs normaux et U le potentiel électrochimique des boucles de dislocations de phase.

Ils en déduisent que les porteurs intrinsèques influent sur la valeur de la constante d'énergie élastique K . La conversion des porteurs normaux est alors possible dans tout l'échantillon puisque des charges peuvent être transportées par les boucles de dislocations électroniques originellement présentes dans l'ODC.

La relation entre le courant d'ODC j_{ODC} et le taux de nucléation des boucles de dislocations \mathcal{R} vaut :

$$\frac{\partial j_{\text{ODC}}}{\partial x} = 2\mathcal{R}(\eta, j_{\text{ODC}}) \quad (1.34)$$

Ils aboutissent à une relation permettant d'ajuster les points expérimentaux de la déformation par rapport à la position des contacts $\pm a$ sur l'échantillon :

$$q = \pi \frac{J\lambda_{\text{PS}}}{g\sigma_n l} \left[\exp\left(-\frac{|x+a|}{\lambda_{\text{PS}}}\right) - \exp\left(-\frac{|x-a|}{\lambda_{\text{PS}}}\right) \right] \quad (1.35)$$

où J est la densité de courant appliquée, g est la constante élastique normalisée et l est la longueur d'écrantage des porteurs normaux.

En conclusion, si ce modèle est certainement celui qui explique et ajuste le mieux les résultats expérimentaux à l'heure actuelle, il ne donne pas de relation directe permettant de déduire le taux de nucléation des boucles de dislocations des mesures du courant d'ODC et des déformations de l'ODC près des contacts.

1.5 Conclusion

Nous avons posé les bases théoriques et expérimentales permettant d'aborder le travail de cette thèse. Le choix des modèles présentés n'est en rien exhaustif, de même que la présentation des résultats expérimentaux sur la dynamique des ODC, mais il n'est pas anodin. Nous nous sommes restreint à présenter des résultats expérimentaux uniquement sur NbSe₃, les résultats sur ce matériau étant particulièrement conséquents. De plus tous les effets caractérisant les ODC ont d'abord été observés dans ce matériau²⁴. Ce chapitre va nous permettre de mieux appréhender les résultats obtenus pendant ces trois dernières années.

²⁴Deux autres matériaux quasi 1D que sont le KCP et le TTF-TCNQ ont été beaucoup étudié au début des années 70 mais seulement d'un point de vue transition de phase statique. Les études sur les ODC dans le bronze ont été faites majoritairement pendant les années 80.

ELABORATION DES ÉCHANTILLONS

Une grande partie de ce travail de thèse a nécessité sur la mise au point d'un nouveau procédé de fabrication d'échantillons permettant des mesures couplées de transport et de diffraction RX. En effet, la précédente méthode de fabrication avait le défaut d'endommager localement le cristal de NbSe_3 au niveau des contacts, perturbant et rendant difficile l'étude de l'injection de porteurs dans la structure à ODC. De plus elle permettait tout au plus d'effectuer des mesures quatre fils. La nouvelle méthode a pour effet de rendre les contacts électriques sur l'échantillon *non-perturbatifs*, de pouvoir en placer un nombre important et de permettre la réduction de la distance entre ceux-ci, multipliant ainsi les possibilités d'expériences. Ces échantillons ont pu être réalisés grâce au service Nanofab du CRTBT et à sa salle blanche. Nous débuterons ce chapitre par la présentation des caractéristiques structurales et physiques du NbSe_3 , puis nous aborderons l'ancienne technique de préparation d'échantillons et nous détaillerons le nouveau procédé de fabrication des échantillons.

2.1 NbSe_3 : un matériau type pour l'étude de la dynamique des ODC.



FIG. 2.1: Photographies de whiskers de NbSe_3 synthétisé par CVT.

2.1.1 Propriétés structurales

NbSe_3 fait partie de la famille des chalcogénures de métaux de transition (de formule MX_n). Sa première synthétisation est due à A. Meerschaut et J. Rouxel en 1975 [130]. Il se présente sous forme de rubans ou whiskers (voir photographie Fig. 2.1) : sa synthèse se fait par transport de vapeur chimique (Chemical Vapor Transport) dans des tubes à essais. La nucléation des cristaux se fait en différents points du tube, cristaux qui croissent suivant la direction b sur plusieurs millimètres. La section typique d'un cristal est de quelques dizaines de microns de largeur par quelques microns d'épaisseur. Les chaînes moléculaires qui forment le cristal ne sont maintenues entre elles que par les forces de van der Waals. La maille du NbSe_3 est monoclinique. Son groupe d'espace est $\text{P2}_1/m$ et il possède les paramètres de maille suivants : $a = 10.006 \text{ \AA}$; $b = 3.478 \text{ \AA}$; $c = 15.626 \text{ \AA}$; $\beta = 109.30^\circ$ (b est parallèle aux chaînes). Il est composé de trois types de chaînes (voir Fig. 2.2) : la chaîne III subit la première transition de Peierls à $T = 145 \text{ K}$, la chaîne I subit la seconde transition de Peierls à $T = 59 \text{ K}$, alors que la chaîne II ne subit aucune modulation, même à très basse température [194].

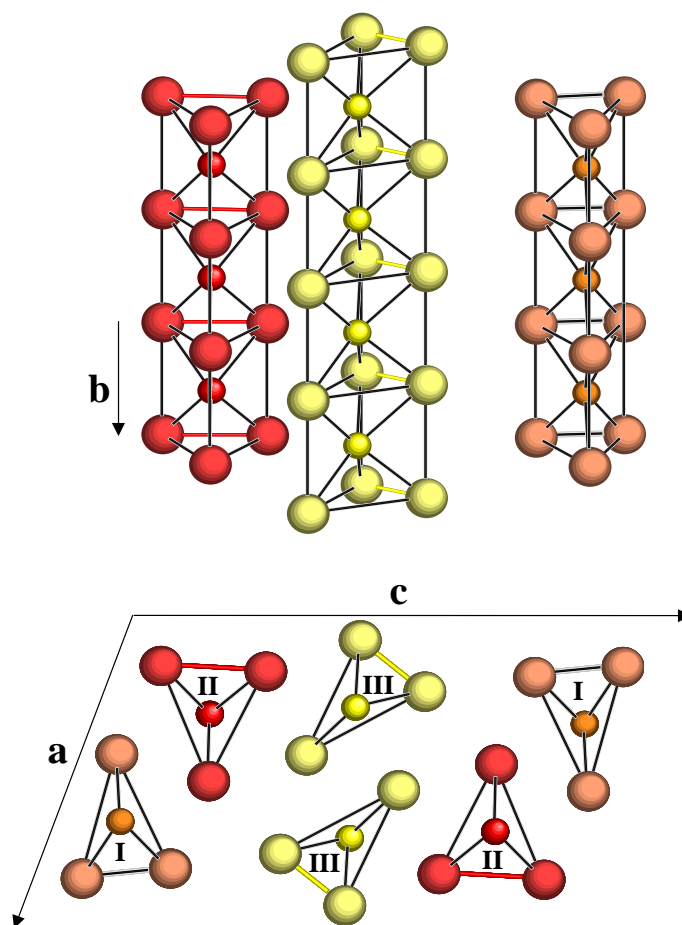


FIG. 2.2: Structure du NbSe_3 .

NbSe₃ n'est pour l'instant synthétisable que sous forme de whiskers monocristallins. Malgré les efforts conjugués de l'équipe de R. E. Thorne de l'université de Cornell, USA, afin de synthétiser NbSe₃ par ablation laser et de H. S. J. van der Zant de l'université de Delft, Pays-Bas, afin de synthétiser Rb_{0.30}MoO₃, composé semi-conducteur à ODC [126, 181, 125]), personne n'est encore arrivé à faire croître un composé monocristallin, non maclé, quasi-1D à ODC sous forme de couches minces. C'est une des raisons pour lesquelles il est difficile d'étudier les propriétés mésoscopiques dans ce genre de système. En effet, la réduction des dimensions d'un monocristal, sans endommager ses qualités physiques reste périlleuse malgré les progrès dans le développement des technologies de lithographie ([125, 12]).

2.1.2 Propriétés électriques

Si NbSe₃ possède les qualités requises pour une étude sur la dynamique des ODC, c'est grâce à ses propriétés électriques : celui-ci reste métallique même après avoir subi une transition de Peierls (il est alors dans l'état semi-métallique), ce qui lui confère des champs de dépiégeage faible (inférieurs au V/cm). NbSe₃ possède une conductivité faiblement anisotrope : $10 < \frac{\sigma_b}{\sigma_c} < 20$ (d'après [141]). Sa résistivité selon l'axe des chaînes est de l'ordre de $\rho_b \approx 3000 \Omega \cdot \text{cm}^{-1}$. Il devient supraconducteur sous pression à basse température (T_c augmente avec la pression, d'après [134]). Ces propriétés de transport (non-linéarité de la conductivité, NBN et BBN) sont décrites dans le chapitre 1.

2.2 Echantillons adaptés aux mesures couplées de transport et de diffraction

2.2.1 "L'ancienne méthode"

Les premiers échantillons pour ce type d'expérience ont été réalisés sur la base des travaux de D. DiCarlo *et al.*[49, 50](voir Fig. 2.3 a)). Les cristaux de NbSe₃ sont placés sur des substrats de saphir (Al₂O₃) d'épaisseur égale à 300 μm munis d'un trou de quelques millimètres. Le saphir est utilisé pour son excellente conductivité thermique. Deux électrodes de 2 μm d'or sont déposées de part et d'autre du trou. Le trou permet au faisceau RX de ne pas être absorbé par le substrat, ainsi un maximum d'intensité diffractée atteint le détecteur. De plus, l'absence de saphir au niveau de l'échantillon évite l'excitation d'une raie de Bragg "parasite" du saphir qui pourrait malencontreusement se trouver aux mêmes angles que la raie du NbSe₃ étudiée. Ce type de montage possède plusieurs inconvénients : il est impossible d'étudier l'injection des porteurs proche des électrodes, celles-ci se trouvant sur le saphir de 300 μm d'épaisseur, le signal diffracté se trouve presque totalement absorbé. Le cristal a tendance à se courber au niveau du trou, donc à se déformer et à créer des défauts. Nous pouvons ajouter qu'il est délicat de placer quatre contacts sur ce type d'échantillon.

Le second type d'échantillon est fait à partir d'un substrat de saphir, sans trou, mais d'épaisseur

de $100\mu\text{m}$. Le cristal est déposé sur le substrat et deux (ou quatre) électrodes de $2\mu\text{m}$ d'or sont évaporées. Le substrat est suffisamment fin pour laisser passer un signal diffracté mesurable (mais 50% du signal est tout de même absorbé par le substrat). Sans trou, le cristal n'est pas déformé, mais les électrodes peuvent l'endommager. On peut même imaginer qu'une partie de l'or des contacts diffuse dans le cristal.

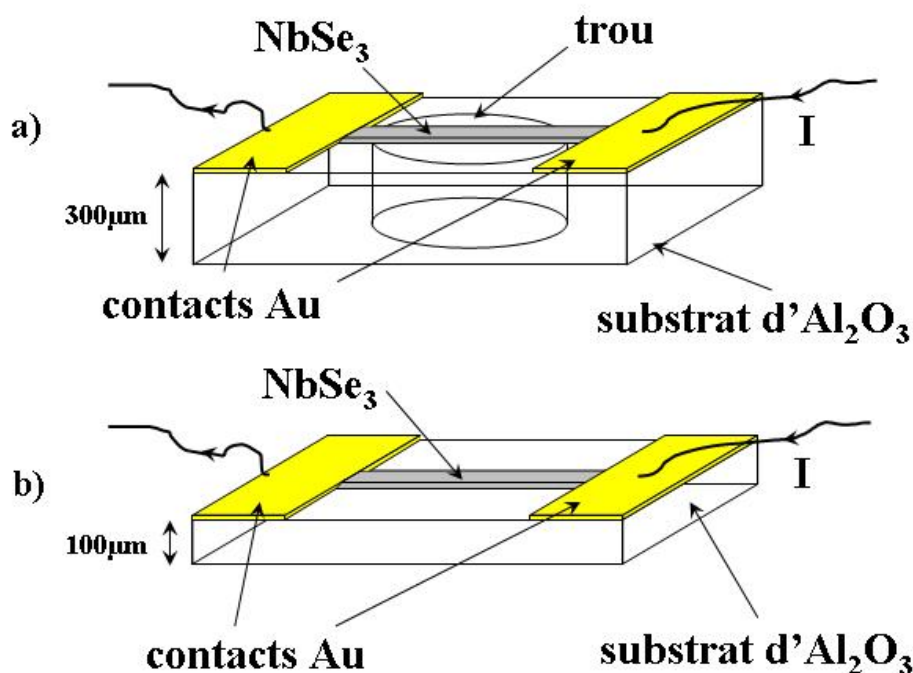


FIG. 2.3: a) Schéma d'un whisker de NbSe₃ déposé sur un substrat de saphir de $300\mu\text{m}$ "à trou". b) Schéma d'un whisker de NbSe₃ déposé sur un substrat de saphir de $100\mu\text{m}$.

Le grand avantage de ces deux méthodes provient de la sélection et de la mise en place du cristal. En effet, le cristal une fois sélectionné est placé sur le substrat, collé à ses deux extrémités grâce à une colle polymérique (le collodion, voir chapitre suivant pour la recette). Ensuite le cristal est testé cristallographiquement sur toute sa longueur. On sélectionne une partie qui semble bonne (au moins sur trois millimètres), on la masque mécaniquement (typiquement par un masque de capton) et on dépose $2\mu\text{m}$ d'or. Lors du retrait du masque, le cristal risque d'être distordu ou les contacts arrachés par le capton. Mais le contact électrique est sûr, ce qui est loin d'être le cas de la méthode multicontacts enterrés sur membrane de silicium !

2.2.2 Substrats multicontacts enterrés sur membrane de silicium

Afin de palier aux défauts des échantillons posés sur saphir et de pouvoir réaliser de nouvelles expériences nécessitant une taille de contact réduite et/ou un plus grand nombre de contacts, nous avons mis au point une nouvelle technique d'élaboration de substrat à base de silicium. Le but est de pouvoir utiliser une technique d'élaboration reproductible et modulable (forme, disposition et

nombre de contacts), sachant que les contacts ne doivent pas déformer le cristal et le substrat doit absorber le faisceau RX le moins possible. Le choix du substrat de silicium s'est imposé comme celui le plus évident, son utilisation et les techniques d'usinage étant bien connues dans l'industrie de la microélectronique ainsi que dans la recherche (aussi bien fondamentale qu'appliquée). Le choix d'enterrer les contacts d'or dans la silice est simplement dû au fait que le cristal posé sur le substrat peut être de mauvaise qualité, que ce soit cristallographiquement ou électriquement. Il faut alors le remplacer, donc nettoyer le substrat : si les contacts affleurant de 50nm de la surface ne sont pas enterrés, ceux-ci seront en partie ou complètement détruits par le nettoyage du substrat.

Le procédé de fabrication du substrat a beaucoup évolué au cours de ces trois années : nous décrirons ici la solution la mieux optimisée permettant d'obtenir 24 substrats à partir d'un wafer de silicium (111) (de deux pouces) de $300\ \mu\text{m}$ d'épaisseur, muni d'une couche d'oxide de $5000\ \text{\AA}$.

La fabrication du substrat se fait en quatre niveaux¹ successifs que nous allons décrire ci-dessous. Les données techniques du procédé sont données dans l'annexe I.

2.2.3 Niveau N° 1 : les croix d'alignement

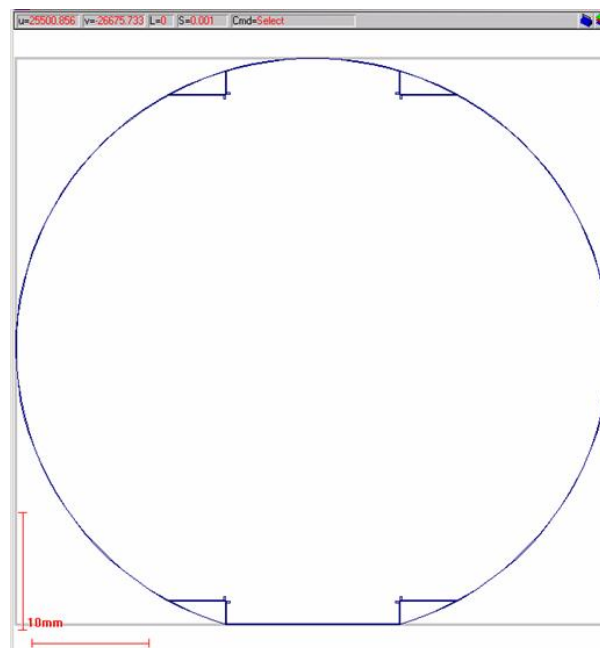


FIG. 2.4: Masque utilisé pour le premier niveau. Les croix d'alignement sont placées de part et d'autre du mé-plat (en bas du wafer) et symétriquement dans la partie "haute du wafer".

Avant de débuter, il est nécessaire de vérifier l'orientation du wafer de silicium : en effet, nous

¹Dans le jargon de la microfabrication, un niveau correspond à une étape de lithographie plus diverses étapes de dépôt/lift-off...

avons calculé quelle était la "meilleure" orientation afin qu'aucune réflexion de Bragg du silicium ne corresponde à la position d'un pic du NbSe_3 dans l'espace réciproque. Pour ce faire, il faut placer les motifs de façon à ce que le cristal soit parallèle au méplat² du wafer.

Ce premier niveau a pour but de réaliser des croix d'alignement sur la face avant du wafer (*i.e.* la face oxydée) : ces croix servent de repère pour les différentes étapes de lithographie (aussi bien optique qu'électronique) des trois niveaux suivants. La première étape consiste à étaler une couche de résine afin de procéder à la première lithographie. Ici nous travaillons avec une résine négative³ (Ui 310), uniquement par souci d'alignement du masque sur le wafer encore *vierge* de tout motif. La résine est étalée sur tout le wafer (préalablement nettoyé à l'acétone puis éthanol et séché à la soufflette à azote) par centrifugation sur une tournette, puis recuite. Il est fortement conseillé d'utiliser de la résine récente, car celle-ci a une durée de vie limitée et ses propriétés se détériorent avec le temps. A la vue des dimensions du motif, nous avons utilisé la lithographie optique (la résolution maximale du motif est théoriquement donnée par le critère de Rayleigh $\frac{\lambda}{4}$, mais la résine possède aussi sa propre résolution) : celle-ci a pour avantage d'être rapide et simple, mais elle est plus limitée en résolution que la lithographie électronique et peu souple (il faut fabriquer un masque par niveau de lithographie, ce qui peut coûter cher si le masque est réalisé en quartz/chrome par exemple).

Le masque est dessiné à partir d'un logiciel prévu à cet effet et le fichier est envoyé à une société extérieure qui produit le masque sur un film transparent. Le masque est ensuite collé sur une plaque de verre, puis il est placé dans l'aligneur (nous avons utilisé l'aligneur UV profond ou Deep UV Karl Suss MJB3 du CRTBT) et plaqué côté "encre" sur la résine. N'ayant aucun repère optique précis, il faut utiliser le méplat du wafer afin de placer le masque le plus précisément possible. Le temps d'insolation dépend du type de résine, de la longueur d'onde utilisée, de la taille du motif et de la qualité du masque. Après révélation, vient l'étape du dépôt métallique. Nous déposons par effet joule du titane (100 Å) et de l'or (1000 Å) (Ti pour une bonne adhérence de l'or et Au pour faciliter l'observation). Le contrôle du dépôt se fait grâce à un quartz dont la fréquence de résonance varie en fonction de l'épaisseur du dépôt. La dernière étape de ce niveau est le lift-off : l'échantillon est trempé dans une solution (remover LDD56W) chauffée à 70°C. La résine se dissout dans la solution, il ne reste plus que les parties du dépôt Ti/Au dessinées par le motif (voir Fig. 2.4). On peut arroser l'échantillon à l'aide d'une pipette afin d'accélérer le processus. Cette étape peut s'avérer délicate, mieux vaut prendre son temps.

²Terme désignant la partie plate de (quelques millimètres) d'un wafer.

³Pour une résine négative, la partie insolée ne se fait pas dissoudre lors de la révélation, alors que pour les résines positives, c'est la partie insolée qui se fait dissoudre. Les résines négatives ont une moins bonne résolution, mais étant donné la taille de nos motifs (plusieurs dizaines de microns), cela ne nous pose aucun problème.

1^{er} niveau

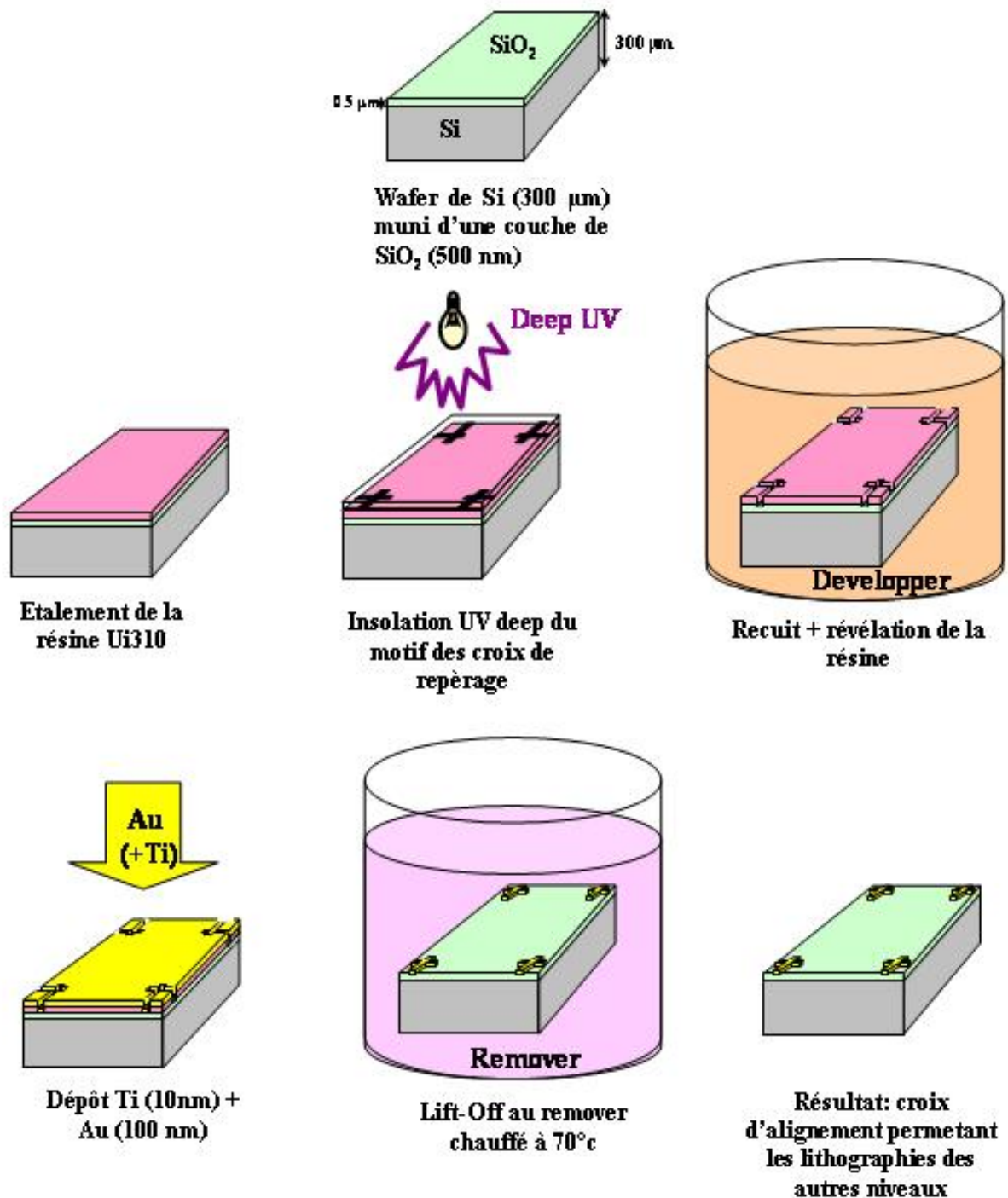


FIG. 2.5: Résumé schématique du niveau N°1.

2.2.4 Niveau N° 2 : le motif principal

Dans ce niveau, nous avons utilisé la plupart du temps la lithographie électronique. Celle-ci permet d'atteindre des tailles de motif bien inférieures à la lithographie optique⁴. Première étape,

⁴Il existe aussi la lithographie RX, fonctionnant sur le même principe que l'optique. Les RX étant très pénétrants, cette technique est surtout utilisée dans la fabrication d'objets à grand rapport de forme. Les problèmes

comme au niveau 1, c'est l'étalement de la résine : celle-ci est positive. Nous avons utilisé l'UV3 plus une couche de "primer"⁵. L'étape de lithographie se fait à l'aide d'un Microscope Electronique à Balayage (MEB), dans notre cas grace au MEB à effet de champ LEO1530 du CRTBT (au début de ce travail, nous utilisons le "vieux" MEB stereoscan 240 Cambridge Instrument du CRTBT) . Le faisceau d'électrons (accélérés à plusieurs keV) dessine le motif à insoler sur la résine. Les chaînes de polymère composant la résine sont cassées par le faisceau d'électrons : la partie insolée est dissoute à la révélation. L'étape de lithographie électronique dure une douzaine d'heures, la durée variant selon les motifs (voir exemple de motif Fig.2.6).

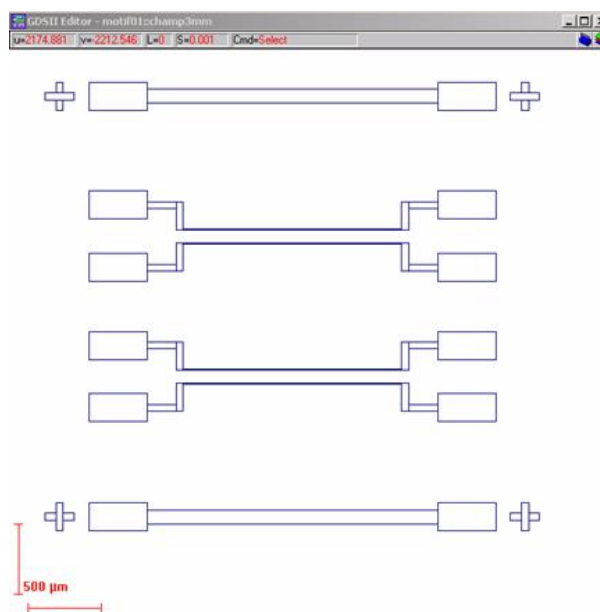


FIG. 2.6: Exemple de motif dupliqué 24 fois sur tout un wafer de deux pouces.

L'étape de lithographie électronique peut s'avérer trop longue : une solution plus simple et plus rapide est l'insolation par UV profond pour des tailles de motifs allant de 5 à 0,5 μm . C'est l'option que nous avons choisie pour les substrats aux motifs complexes de l'expérience de mesure du taux de nucléation des boucles de dislocation (voir motif Fig.2.11).

L'étape suivante est la gravure du motif dans la couche de silice. Une fois le motif révélé, le wafer est trempé dans une solution tamponnée de NH_4HF : le produit étant particulièrement dangereux, même dilué, il est fortement conseillé de suivre les consignes de sécurité préconisées lors de l'utilisation de cet acide. Cette solution permet de creuser la couche de SiO_2 afin d'enterrer nos contacts. Le choix de la gravure humide n'est pas anodin : celle-ci permet un excellent contrôle de la profondeur de gravure⁶, une très bonne sélectivité de gravure (entre le masque et ce qui se

de cette technique sont qu'il faut des masques spéciaux et chers, mais surtout qu'il est nécessaire d'avoir un synchrotron.

⁵Celle-ci permet une meilleure adhésion de l'UV3.

⁶Contrairement aux gravures plasma : lors de l'allumage du plasma, celui-ci est très instable durant quelques

fait graver) et d'excellents états de surface. La gravure humide est isotrope⁷. Une fois gravé, il est impossible de vérifier la profondeur de gravure, car la résine, qui sert de masque ici, empêche toute mesure précise du trou creusé. La solution de NH_4HF doit donc être étalonée avant utilisation. Dans notre cas, l'échantillon est plongé trois minutes dans l'acide fluoridrique. Avec une vitesse de gravure de $800 \text{ \AA}/\text{min}$, la profondeur gravée est de 2400 \AA .

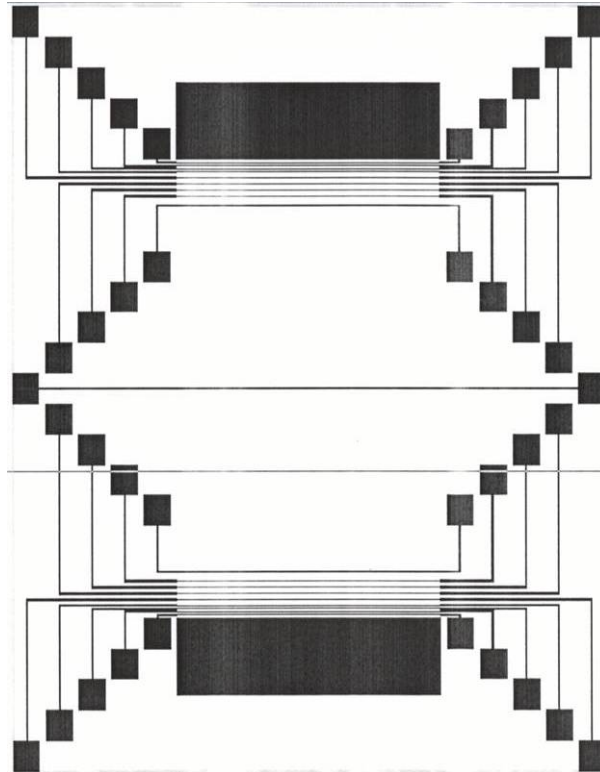


FIG. 2.7: Motif des contacts de l'expérience de mesure du taux de nucléation des boucles de dislocation dans NbSe_3

Le dépôt des contacts se fait par effet joule sous un vide de $\approx 10^{-7}$ mbar. Une couche de titane (100 \AA) est d'abord déposée, puis une épaisseur d'or 4N^8 (2800 \AA). Pour un meilleur contrôle, il est conseillé de nettoyer le quartz qui sert à mesurer *in situ* l'épaisseur déposée. La dernière étape est le lift-off. L'échantillon est cette fois trempé dans un bain d'acétone chauffée à 60°C : le procédé n'étant pas bi ou tri-couche⁹, "l'enterrement" des contacts suffit au lift-off (qui peut s'avérer tout de même assez long).

Il est alors enfin possible de contrôler de combien les contacts d'Or dépassent de la surface

secondes, ne permettant aucune reproductibilité pour des temps de gravure très court.

⁷Ainsi que la gravure chimique par plasma : les ions n'étant pas accélérés au niveau de l'échantillon, la gravure se fait uniquement par réaction chimique avec la surface.

⁸*i.e.* 99,9999% d'Or.

⁹Technique permettant, en déposant deux couches (bi-couche, tri-couche si une couche de conducteur est déposée dans le cas d'une lithographie sur un isolant) de résine ne possédant pas les mêmes propriétés face à l'insolation, d'obtenir un surplomb ou casquette (par rétrodiffusion des électrons secondaires dans la couche de résine la plus profonde) : il n'y a donc pas raccordement entre le dépôt sur la résine et le dépôt dans le motif, ce qui permet le lift-off sans risque d'endommagement des motifs.

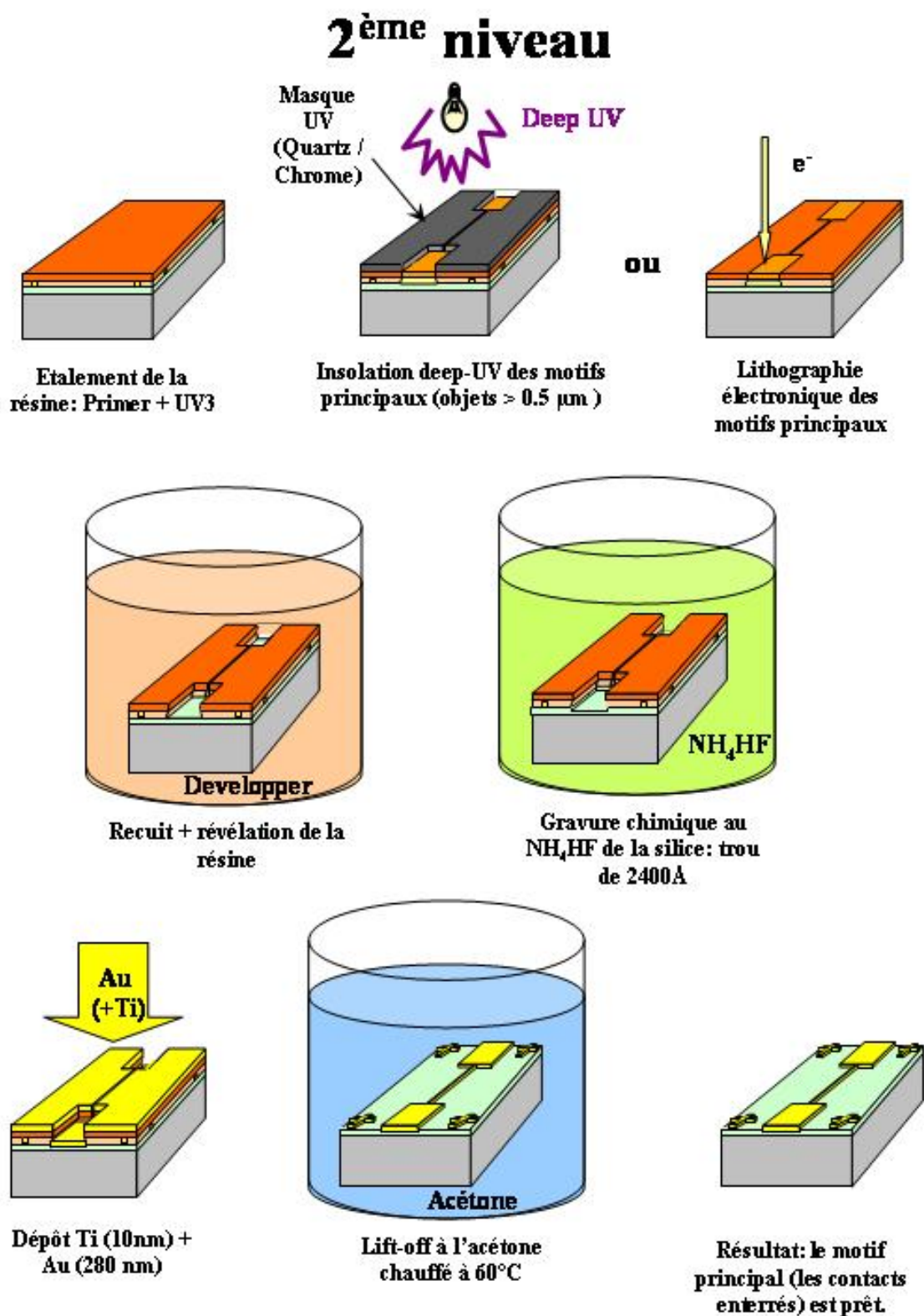


FIG. 2.8: Résumé schématique du niveau N°2.

(grâce à un profilomètre, MEB ou Microscope à Force Atomique). Si l'épaisseur qui dépasse est trop faible (< 20 nm, ce qui peut arriver, car le contrôle du dépôt est délicat), la probabilité

d'avoir contact avec le cristal est très faible : on peut alors rétablir la situation en regravant le wafer dans la solution de NH_4HF , le temps nécessaire pour obtenir des contacts affleurant à environ 50 nm de la surface. Des trous de quelques dizaines de nanomètres de profondeur sur une distance d'une centaine de nanomètres apparaissent de part et d'autre du contact. Ces trous dus à l'isotropie de la gravure chimique n'affectent pas la qualité du contact et ne déforment pas le cristal.

Tout ceci pourrait s'arrêter là, ou presque, si le but était d'effectuer "uniquement" des mesures de transport. Mais nos mesures de diffraction nécessitent des échantillons munis de repères visualisables par absorption du faisceau RX.

2.2.5 Niveau N° 3 : les repères pour le faisceau RX

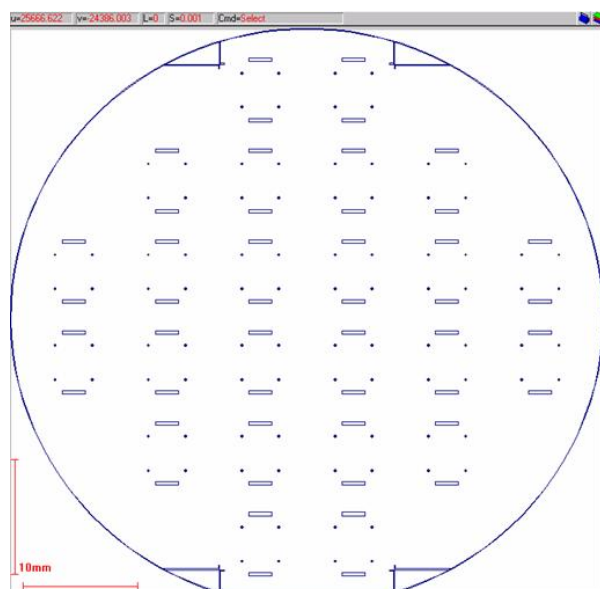


FIG. 2.9: Schéma du masque permettant d'inclure des repères pour le faisceau RX

Le but de ce niveau est d'inclure des plots d'or dans le motif permettant un repérage précis de la position du faisceau RX par rapport à l'échantillon (voir Fig. 2.9). Pour se faire, une étape de lithographie est nécessaire, puis un dépôt d'or de l'ordre du micron, épaisseur suffisante pour être détectée par absorption du faisceau RX.

Comme au premier niveau nous utilisons une résine négative (Ui310) pour faciliter l'alignement des motifs (nous avons utilisé l'aligneur UV profond ou Deep UV Karl Suss MJB3 du CRTBT). Des croix présentes sur le motif du niveau 2 plus les croix du niveau 1 permettent cet alignement. Ces deux plots de repérage sont disposés de part et d'autre des contacts d'injection de courant. Après révélation, il est nécessaire d'enterrer ces repères car le dépôt étant épais, des problèmes au cours du lift-off peuvent intervenir (arrachage des plots). De même qu'au niveau 2, nous utilisons

une solution tamponnée de NH_4HF pour graver la couche de silice.

Comme pour les deux niveaux précédents, l'étape suivante est celle du dépôt $\text{Ti}(100 \text{ \AA})/\text{Au}$ (le plus épais possible). Nous utilisons le pouvoir très absorbant de l'or pour avoir la position la plus précise du faisceau RX sur l'échantillon : nous avons tout de même besoin d'un dépôt de l'ordre du micron d'or, afin d'avoir un signal bien net lors d'un scan en transmission. Le lift-off se fait avec du remover chauffé à 70°C : en cas de résistance de la résine due à la taille du dépôt, mieux vaut laisser tremper plusieurs heures et arroser de temps en temps le wafer à la pipette que d'utiliser un bain à ultrason, certes efficace, mais souvent destructeur de contact à trop forte dose.

A ce niveau, toute la face avant du substrat est prête : il ne reste plus qu'à amincir localement le substrat au niveau des contacts.

2.2.6 Niveau N° 4 : la membrane

Le dernier niveau de ce procédé de fabrication est l'amincissement local de la face arrière du substrat. Le wafer de Si/SiO_2 faisant une épaisseur de $300 \mu\text{m}$, la totalité du faisceau RX serait absorbée. Nous avons mis au point un procédé permettant d'amincir le wafer sous les 24 motifs lithographiés.

Avant d'entamer le travail sur la face arrière du wafer, il est préférable, voire fortement recommandé, de protéger la face avant avec une couche de résine (S1818).

Afin de pouvoir creuser profondément dans le wafer au niveau de l'échantillon, donc des contacts, il faut non seulement un masque qui soit le plus résistant possible à une attaque par plasma réactif (Reactive Ion Etching), mais aussi que la membrane soit la mieux alignée possible avec les motifs de la face avant. Nous avons choisi de déposer et de lithographier un masque d'aluminium : ce matériau est très souvent employé comme masque car il est résistant et qu'il est réactif avec certaines solutions chimiques (donc pratique à utiliser). De plus, il nous est possible de le déposer en grande quantité dans le bâti de dépôt magnétron (dépôt par pulvérisation¹⁰ d'une cible par un plasma.). Deux microns d'aluminium sont donc déposés sur la face arrière du wafer.

L'élaboration du masque d'aluminium se fait par lithographie optique. Comme le niveau 1 et 3 nous avons opté pour une résine négative pour faciliter l'alignement. Le méplat sert de repère. Une marque faite au stylo à cliver visible sur les faces avant et arrière rend plus facile cet alignement "à l'aveugle". Pour cet étape nous avons utilisé l'aligneur UV profond (Karl Suss MJB3 du CRTBT). Après révélation, des rectangles sont dessinés dans la résine constituant la partie destinée à devenir la membrane. Nous avons dessiné des lignes de préclivage entre chaque échantillon¹¹. La gravure

¹⁰Le terme anglais de sputtering est souvent usité.

¹¹24 échantillons par wafer.

3^{ème} niveau

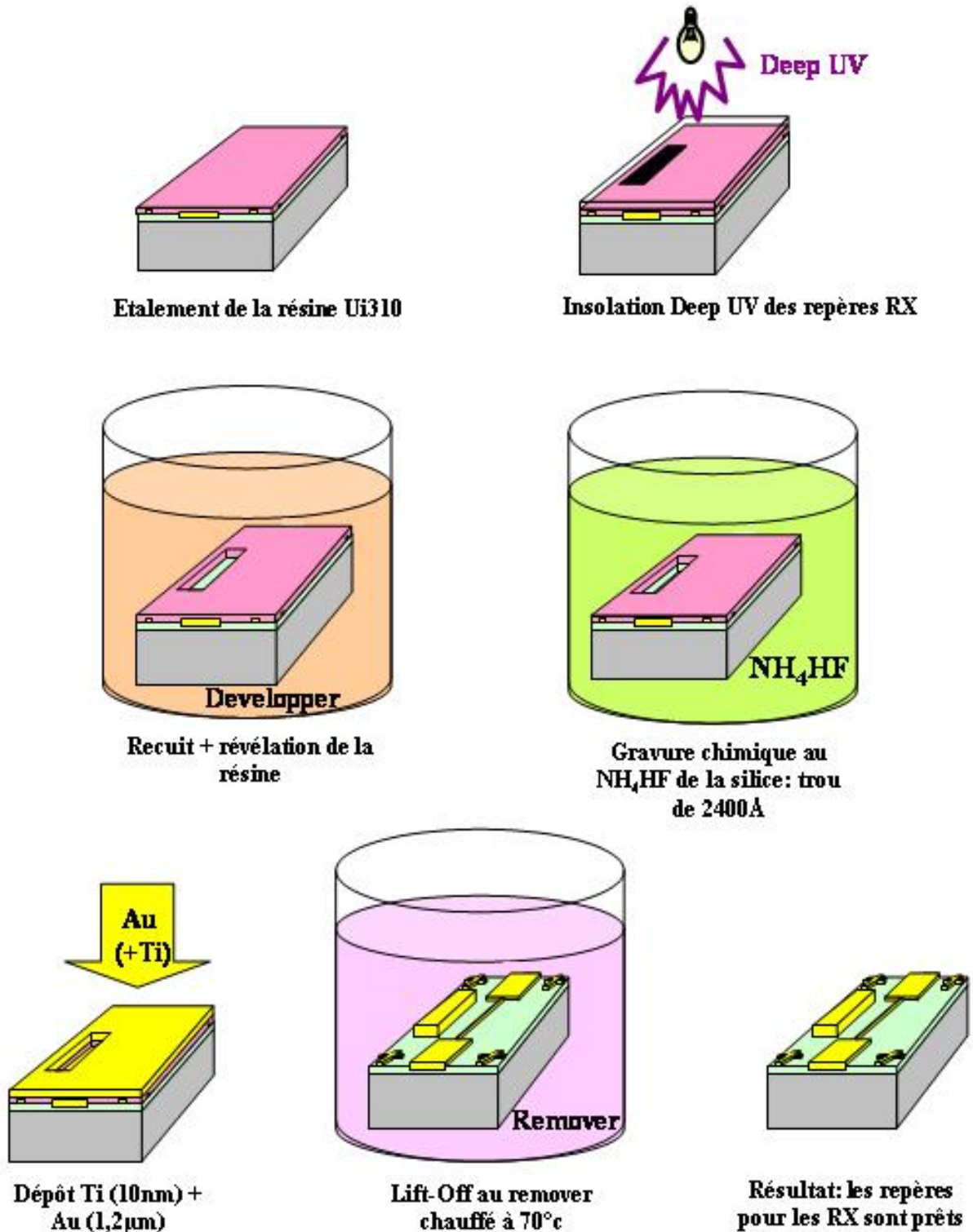


FIG. 2.10: Résumé schématique du niveau N°3.

du masque se fait chimiquement grâce au développeur MF319 sous binoculaire¹². La durée de la gravure est d'environ une heure. La couche de résine ne tenant pas la totalité de la gravure, il est important de re-protéger la face avant par de la résine (S1818) avant de graver la membrane.

La gravure ionique réactive (Reactive Ion Etching) par plasma fluoré est le seul moyen que nous avons trouvé afin de réduire l'épaisseur du wafer de $300\ \mu\text{m}$ à $40\ \mu\text{m} < e < 80\ \mu\text{m}$ ¹³. Cette technique de gravure est dite sèche. Elle combine deux types de gravure : la gravure par un gaz chimiquement réactif (pour nous le SF_6 qui réagit avec le silicium) ionisé par décharge RF (13,6 MHz) et des radicaux libres avec la surface de l'échantillon, et la gravure par pulvérisation (éjection des atomes de la surface par impact ionique). Suivant les conditions du procédé, il est possible de privilégier l'une ou l'autre des gravures. Par exemple plus le plasma est puissant, plus la pulvérisation est privilégiée. C'est l'option que nous avons choisi. L'opération étant très lente (entre 12 et 20 heures !) et la méthode assez violente, il est nécessaire d'utiliser le système de refroidissement (vers 4°C) sous peine de voir détruire toute la face avant du wafer¹⁴. Le procédé RIE se fait par étapes de deux heures entrecoupées de pauses de dix minutes : il est fortement conseillé de vérifier de temps en temps l'épaisseur gravée, surtout en fin de procédé, car la vitesse de gravure augmente avec la diminution de l'épaisseur du wafer.

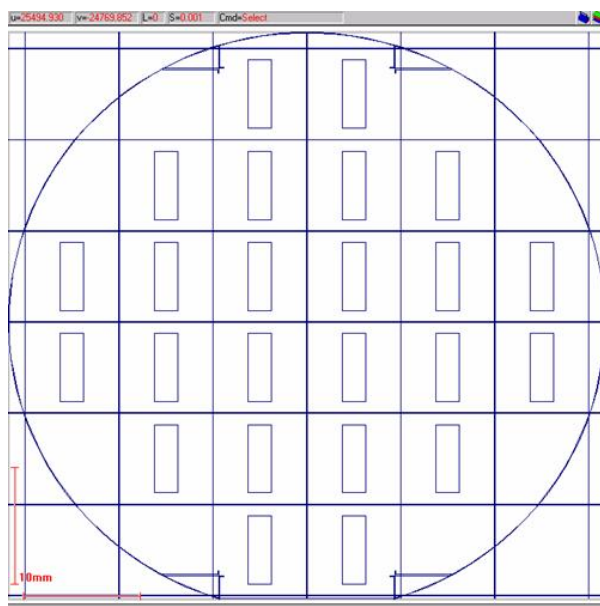


FIG. 2.11: Masque du 4^{ieme} niveau : on peut reconnaître les rectangles constituant la membrane ainsi que des lignes de préclivage.

Une fois le procédé de gravure terminé, la vérification de l'épaisseur gravée se fait grâce au microscope optique haute résolution Leica DMRM du CRTBT. La dernière étape est le retrait

¹²Afin de contrôler la gravure.

¹³ $80\ \mu\text{m}$ de silicium absorbe autant que $100\ \mu\text{m}$ de saphir.

¹⁴Si proche du but ce serait dommage !

4^{ème} niveau

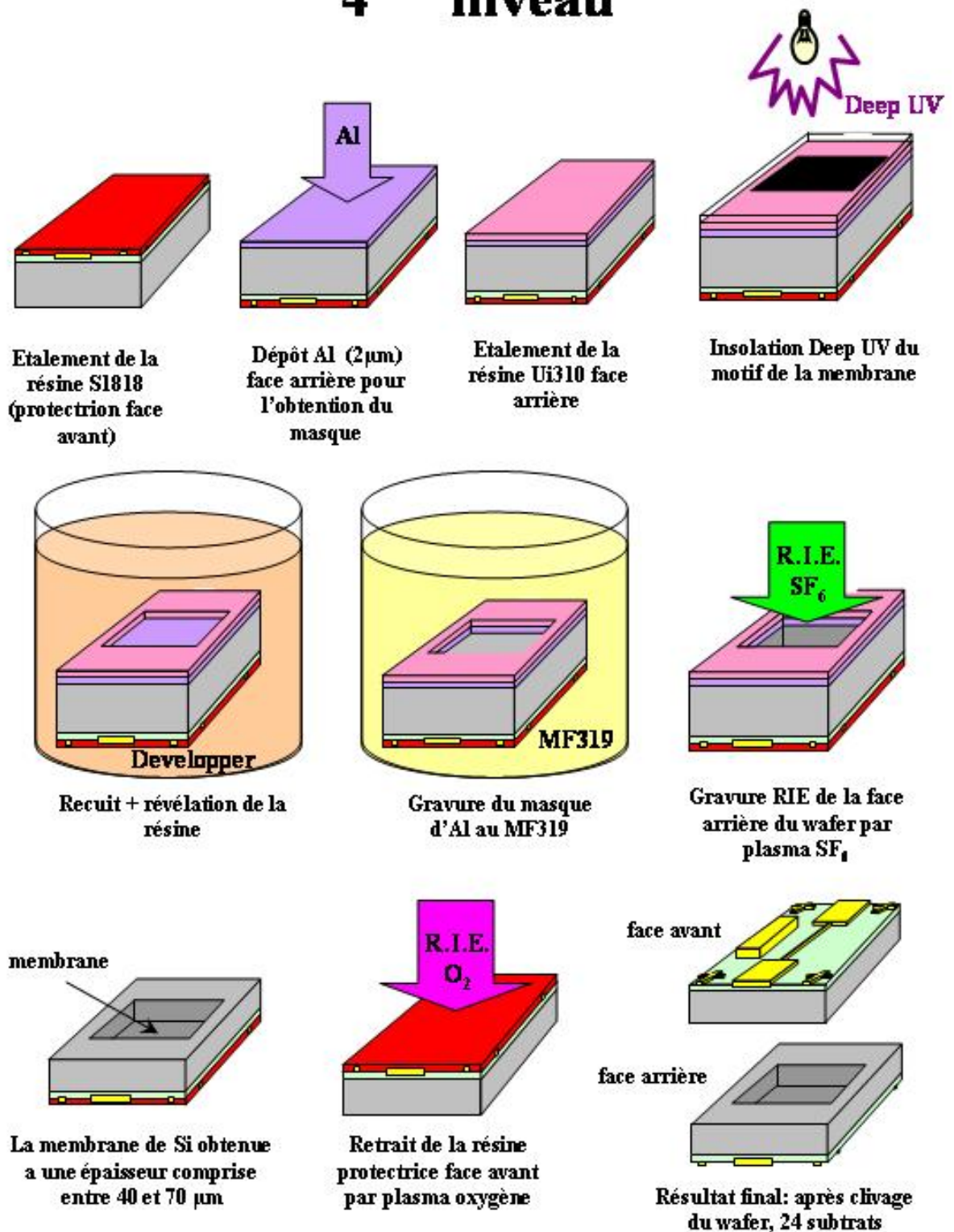


FIG. 2.12: Résumé schématique du niveau N°4.

de la couche de résine protectrice de la face avant par un plasma oxygène¹⁵. Il ne reste plus

¹⁵On parle aussi de décollage.

ensuite qu'à cliver le wafer : si la présence de membranes fragilise celui-ci, la présence de lignes de préclivage facilite grandement cette opération.

Si tout s'est bien passé, le procédé nous a permis d'obtenir 24 substrats munis de contacts électriques lithographiés enterrés sur une membrane de silicium.

2.3 Connexion et mise en place du cristal

Dans le chapitre précédent, nous avons exposé la procédure que nous avons mise au point afin d'obtenir des substrats possédant des contacts lithographiés non-perturbatifs. Ce chapitre a pour but de présenter la mise en place et la connectique particulière de l'échantillon.

2.3.1 Connexion

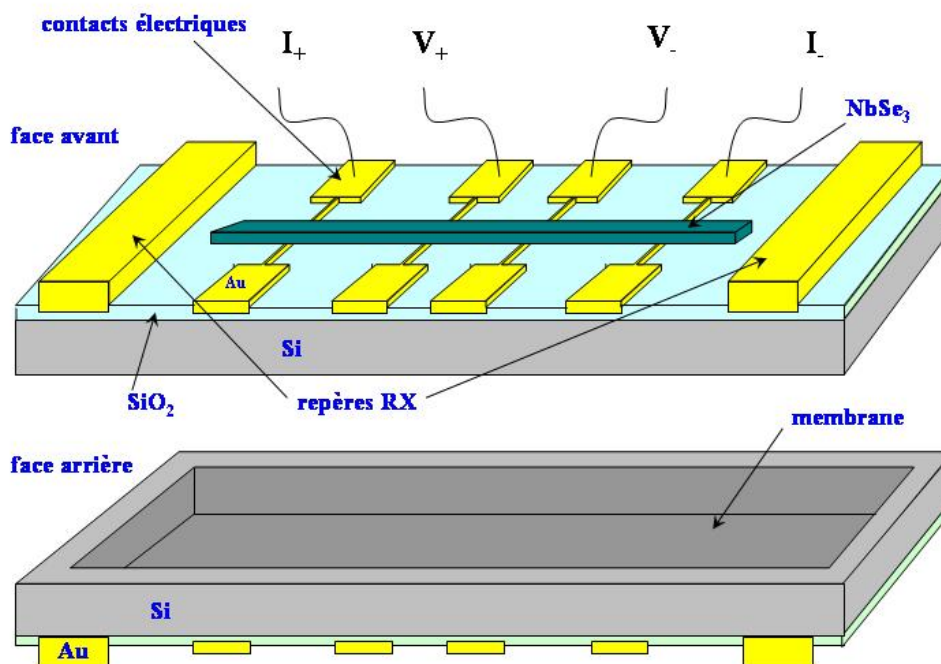


FIG. 2.13: Schéma de l'échantillon de NbSe_3 posé sur les multicontacts enterrés.

Avant de sélectionner, poser le cristal et le coller, le substrat est collé¹⁶ sur une plaquette de cuivre (2 mm d'épaisseur, 24 mm x 17 mm) munie d'un trou (2 mm x 7 mm) en son centre afin de laisser passer le faisceau RX. La plaquette de cuivre est préalablement équipée de petites bandes de capton/cuivre servant pour la connexion. Les pistes de cuivre sont connectées au substrat par des fils d'aluminium de 40 μm microsoudés¹⁷. Une fois toutes les connexions effectuées, il ne reste

¹⁶Colle Cléopâtre liquide de Jacques Markus du LEPES/Grenoble : celle-ci a la propriété de tenir à basse température et de se dissoudre à l'eau.

¹⁷Grâce à la microsoudreuse à ultrasons du CRTBT.

plus qu'à sélectionner le cristal, le couper, le placer sur les contacts et le coller.

2.3.2 Selection et mise en place du cristal

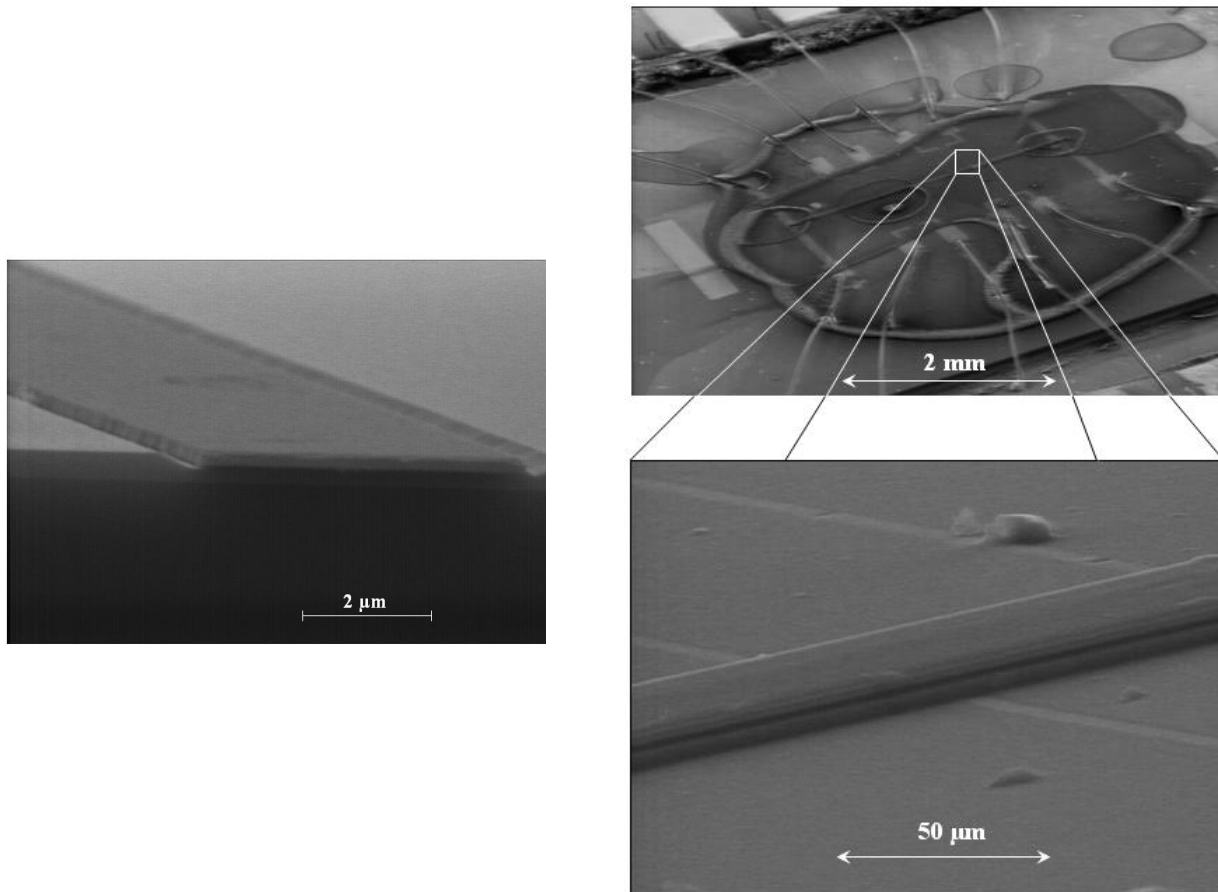


FIG. 2.14: Vue au Microscope électronique à balayage d'un contact enterré et d'un cristal collé sur un substrat. Les deux trous de part et d'autre du contact sont dus à la réutilisation du NH_4HF pour compenser un dépôt de Ti/Au "trop juste". Le contact reste cependant mécaniquement non perturbatif.

Nous travaillons à partir d'un monocristal de NbSe_3 . Celui-ci doit être le plus parfait possible, c'est à dire sans marche visible, avec la meilleure qualité cristallographique possible, avec le plus grand rapport de résistivité possible¹⁸ et le plus petit champ seuil possible. Toute cette opération se fait sous binoculaire. L'échantillon est sélectionné parmi une "touffe" ou batch de NbSe_3 : cette opération doit être réalisée avec le plus grand soin sous peine d'endommager le cristal. Nous utilisons des lames de rasoir mécanique commerciales pour la découpe de celui-ci : il est fortement déconseillé d'utiliser une pince pour prendre le cristal. Il est préférable d'utiliser un instrument métallique très effilé et de prendre l'échantillon par électricité statique. L'autre difficulté réside dans le placement du cristal perpendiculairement aux contacts sans le tordre. Une fois en place, il ne reste plus qu'à le coller grâce à une solution d'éthyl cellulose et d'éthyl acétate¹⁹ appelée

¹⁸*i.e.* le RRR (Residual Resistance Ratio) qui est en fait la résistivité de l'échantillon à 300 K divisée par sa résistivité à 4,2 K.

¹⁹0,05 g d'éthyl cellulose pour 25 mg éthyl acétate.

collodion. Nous utilisons de petites seringues à insuline (0,3 ml) pour le collage.

Cette opération peut prendre du temps²⁰. Des problèmes peuvent être rencontrés : en effet la colle peut faire bouger le cristal (*i.e.* il "surfe" sur la colle) ou bien la colle peut se placer entre le cristal et le contact auquel cas la résistance de contact est bien trop élevée pour nos mesures électriques. Chaque échantillon est testé électriquement et cristallographiquement. Lorsque le cristal n'est pas apte à passer l'épreuve du synchrotron, il est possible de ré-utiliser le substrat en nettoyant celui-ci, d'abord à l'acétone, puis à l'éthanol à l'aide d'un coton-tige de salle blanche. Les contacts se trouvant enterrés dans la silice, le nettoyage du substrat peut se faire sans endommager ceux-ci. La seule chance d'obtenir un bon candidat pour le synchrotron est de répéter cette procédure de sélection/pose du cristal jusqu'à trouver la perle rare. Le cristal peut être bon, mais il faut également que les contacts électriques soient optimaux pour la réussite d'une expérience.

2.4 Conclusion

Dans ce chapitre technique, nous avons présenté la réalisation de nouveaux échantillons permettant l'étude de monocristaux unidimensionnels par mesures couplées de transport et de diffraction. Pour y parvenir, nous avons utilisé les techniques de lithographie disponibles à l'heure actuelle. La grande différence avec les anciennes méthodes réside dans la non déformation du cristal par les contacts enterrés. Grâce à cette nouvelle technique, il est possible de réaliser des expériences en transport plus complexes couplées à des mesures de diffractions. Mais de nouvelles contraintes sont imposées par cette technique : le contact électrique n'est pas du tout assuré et très dépendant des caprices du collodion (notamment lors des descentes en température!). Il est dorénavant beaucoup plus difficile d'obtenir un bon échantillon car une fois placé, celui-ci ne peut plus être déplacé tout comme les contacts enterrés. Si un défaut est présent entre deux contacts, il n'y a pas d'autre solution que celle de retirer le cristal et d'en placer un nouveau.

²⁰Une heure en moyenne par échantillon pour toute la procédure.

Nous présentons dans ce chapitre, les différentes techniques que nous avons utilisées lors de cette étude, à savoir les mesures de transport et de diffraction dans un système quasi-unidimensionnel. Nous aborderons d'abord la diffraction, d'un point de vue théorique puis expérimental : nous donnerons les détails des procédures de mesures que nous avons utilisées systématiquement lors de nos expériences au synchrotron. Puis nous exposerons les différentes techniques de mesures de transport employées dans ce travail¹.

3.1 Diffusion des RX dans les systèmes quasi-1D à ODC

3.1.1 Théorie

C'est à partir des travaux théoriques de A. W. Overhauser ([146, 147]), que des investigations expérimentales dans le domaine de la diffusion² dans les matériaux quasi-1D ont pu être menées. Ce chapitre est directement inspiré de ces travaux.

Ici, on se place dans le cadre théorique d'un monocristal cubique monoatomique. Comme nous l'avons vu au chapitre 1, une ODC est un état de la matière où la densité électronique est modulée spatialement et accompagnée d'une distorsion du réseau cristallin. Au-dessus de la température critique, dite de Peierls, le réseau est classiquement défini par :

$$\mathbf{R}_{uvw} = u\mathbf{a} + v\mathbf{b} + w\mathbf{c} \quad (3.1)$$

avec u, v et w entiers relatifs et \mathbf{a}, \mathbf{b} et \mathbf{c} vecteurs de l'espace direct du cristal.

On définit alors la densité électronique du cristal pour un atome à la position \mathbf{R}_{uvw} :

$$\rho(\mathbf{r}) = \sum_{u,v,w} \delta(\mathbf{r} - \mathbf{R}_{uvw}) \quad (3.2)$$

Au-dessous de la température de transition, le réseau devient modulé spatialement : la nouvelle position des atomes est alors définie par :

¹*in situ* et *ex situ*.

²Lorsque toutes les ondes du faisceau diffusées par les mailles du cristal sont en phase, on parle de diffraction.

$$\mathbf{U}_{uvw} = \mathbf{R}_{uvw} + \mathbf{t} \sin(\mathbf{Q} \cdot \mathbf{R}_{uvw} + \varphi) \quad (3.3)$$

où \mathbf{t} est le vecteur de déplacement maximal des atomes dans l'espace direct, $\mathbf{Q} = 2\mathbf{k}_F$ est le vecteur de modulation dans l'espace réciproque et φ est la phase de l'ODC.

L'ODC ayant pour effet de déplacer les atomes de leurs positions d'équilibre, il en découle une nouvelle densité électronique de charge définie par :

$$\rho(\mathbf{r}) = \sum_{u,v,w} \delta(\mathbf{r} - \mathbf{R}_{u,v,w} - \mathbf{t} \sin(\mathbf{Q} \cdot \mathbf{R}_{uvw} + \varphi)) \quad (3.4)$$

La transformée de Fourier spatiale de la densité électronique donne l'expression de la figure de diffraction dans le réseau réciproque :

$$\rho(\mathbf{K}) = \int \rho(\mathbf{r}) e^{i\mathbf{K} \cdot \mathbf{r}} d\mathbf{r} \quad (3.5)$$

Après substitution de (3.4) dans (3.5) et intégration, on obtient :

$$\rho(\mathbf{K}) = \sum_{\mathbf{R}_{u,v,w}} e^{i\mathbf{K} \cdot (\mathbf{R}_{uvw} + \mathbf{t} \sin(\mathbf{Q} \cdot \mathbf{R}_{uvw}))} d\mathbf{r} \quad (3.6)$$

En utilisant la formule de Jacobi-Anger :

$$e^{iz \sin \varphi} = \sum_{n=-\infty}^{+\infty} e^{i\pi n \varphi} J_n(z) \quad (3.7)$$

où les fonctions $J_n(z)$ sont les fonctions de Bessel, on obtient la double somme :

$$\rho(\mathbf{K}) = \sum_n J_n(\mathbf{K} \cdot \mathbf{t}) \sum_{\mathbf{R}_{u,v,w}} e^{i(\mathbf{K} + n\mathbf{Q}) \cdot \mathbf{R}_{uvw}} \quad (3.8)$$

La somme sur tout les \mathbf{R}_{uvw} est non-nulle pour des valeurs de $\mathbf{K} + n\mathbf{Q}$ multiples de \mathbf{G} , où \mathbf{G} est un vecteur du réseau réciproque. Il y a alors réflexion de Bragg pour des valeurs du vecteur de diffusion $\mathbf{K} = \mathbf{G} - n\mathbf{Q}$. Le facteur de structure de la réflexion \mathbf{K} est alors égal à :

$$F(\mathbf{K}) = J_n(\mathbf{K} \cdot \mathbf{t}) \quad (3.9)$$

Dans le cadre de la théorie de la diffusion dynamique, l'intensité diffusée est donnée par la transformée de Fourier de la fonction de corrélation phase-phase[184, 50] :

$$I(\mathbf{K}) \propto \int e^{i\mathbf{K} \cdot \mathbf{r}} \langle \Psi(0) \Psi^*(\mathbf{r}) \rangle d\mathbf{r} \quad (3.10)$$

où $\Psi(\mathbf{r}) = \Delta(\mathbf{r})e^{i\varphi(\mathbf{r})}$ est le paramètre d'ordre complexe de l'ODC. Ceci implique que l'intensité intégrée du pic satellite est proportionnelle au carré de l'amplitude du paramètre d'ordre.

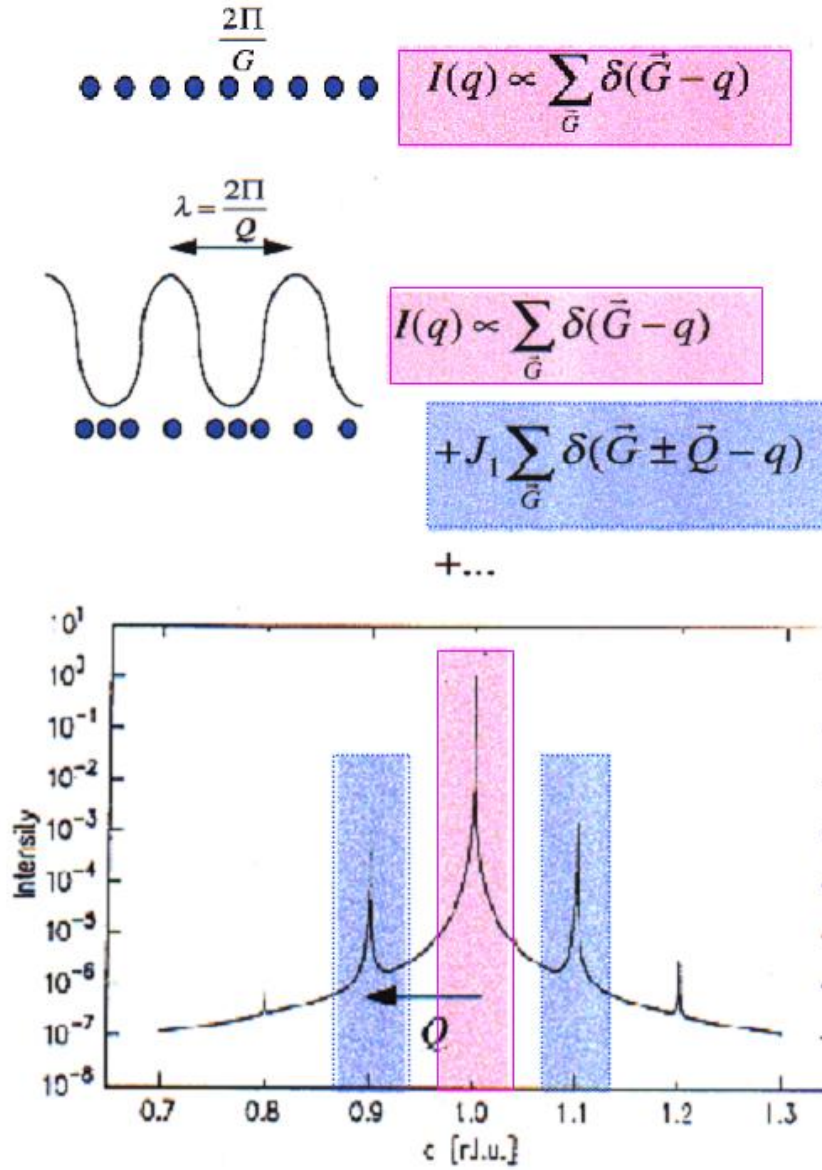


FIG. 3.1: Expression de l'intensité diffractée et variation de celle-ci en fonction de la position dans l'espace réciproque. Le pic central est dû au cristal, tandis que les pics satellites sont dus à la modulation du réseau atomique.

En résumé, le pic de Bragg dû au cristal lui-même est accompagné de $2n$ pics satellites situés à $\pm n\mathbf{Q}$ de celui-ci. Ces pics satellites sont dus à la modulation de la position des atomes. Les rayons X interagissant avec les électrons de cœur, la diffraction sur les systèmes à ODC permet d'avoir accès à la modulation atomique, donc à la modulation électronique³, *i.e.* à la périodicité de l'onde elle-même en mesurant la position du pic satellite par rapport au pic de Bragg. Il est donc possible d'étudier les contraintes imposées par l'injection de courant et l'effet de phase slip par diffraction de rayons X (voir Fig. 3.2 et le chapitre 1.4). On comprend alors l'efficacité d'une telle

³Puisqu'elles sont de même périodicité.

sonde dans la mesure des corrélations spatiales du système. Nous avons utilisé la diffraction de rayons X dans ce travail, non seulement pour étudier les déformations que l'onde subit lorsqu'elle est en mouvement et qu'elle interagit avec les défauts sous-jacents du cristal, mais aussi pour mesurer les longueurs de corrélation phase-phase du système. Nous reviendrons plus en détail sur ce sujet dans le chapitre 4.

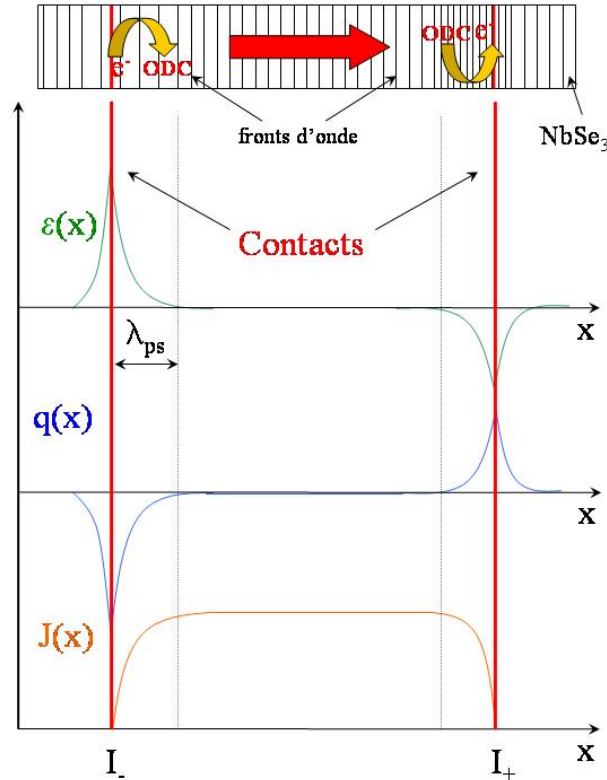


FIG. 3.2: Représentation schématique des contraintes imposées par l'injection des porteurs dans un système à ODC. En haut est représenté l'effet du phase slip sur la périodicité du système : à l'injection des électrons l'onde est étirée et elle est comprimée à l'éjection sur une longueur λ_{ps} dite de phase slip. On peut voir l'effet de la conversion sur la contrainte $\varepsilon(x)$ que subit l'ODC. $q(x)$ est le "shift" du pic satellite, *i.e.* la différence entre la position du pic satellite avec courant et sans courant ($q(x) = Q(x) - Q_0$). Si le shift est positif, l'ODC est comprimée, s'il est négatif, l'ODC est étirée. On peut observer la courbe de la densité de courant $J(x)$ en fonction de la position sur l'échantillon.

3.1.2 Méthodes et dispositifs expérimentaux

Toutes les expériences décrites dans ce mémoire ont été réalisées à l'ESRF⁴, principalement sur la ligne ID10A pour les expériences de diffraction et sur ID19 pour nos expériences tests de topographie dans NbSe₃. Nous allons décrire ici les conditions des expériences effectuées sur ID10A.

3.1.2.1 Tests avant expérience

⁴European Synchrotron Radiation Facility.

Tous les échantillons sont testés cristallographiquement avant chaque expérience au synchrotron. Nous utilisons pour cela une anode tournante que nous avons remise en état en collaboration avec Luc Ortega du Laboratoire de Cristallographie de Grenoble, Rose-Marie Gallera du Laboratoire Louis Néel et Herwig Requardt de l'ESRF. L'échantillon sélectionné est scanné autour de la tâche (0, 2, 0) sur toute sa longueur. Après traitement des données, il est possible de repérer des défauts "macroscopiques" ou des déformations du cristal en fonction de la géométrie des contacts du substrat.

Il est nécessaire de pré-orienter l'échantillon pour des expériences faites sous la deuxième transition, car le satellite "basse température" Q_2 n'est accessible que suivant une seule direction : le diffractomètre ID10 ne permettant qu'un mouvement horizontal du bras du détecteur, il est fortement recommandé d'effectuer cette orientation du cristal, sous peine de chercher une réflexion de Bragg impossible à trouver dans la mauvaise orientation⁵. Pour cela, il suffit de trouver la réflexion (4, 0, 4) par exemple et de repérer la bonne inclinaison de l'échantillon.

3.1.2.2 Dispositif expérimental

Nous allons décrire le dispositif expérimental mis à notre disposition sur la ligne ID10 de l'ESRF. Le faisceau blanc sortant de la chambre optique arrive sur un monochromateur diamant C* (possédant une résolution en énergie intrinsèque $0,2 \cdot 10^{-4} < \frac{\Delta E}{E} < 1,4 \cdot 10^{-4}$) : nous avons généralement utilisé une énergie de 11 keV, soit 1,127 Å. La divergence du faisceau est négligeable et son flux est supérieur à 10^9 ph / sec / 100 mA, ce qui fait d'ID10 une ligne à haute brillance. Après être passé dans divers filtres, la taille du faisceau est réduite grâce à des fentes motorisées de haute précision⁶ avant d'arriver à l'échantillon. La taille initiale du faisceau est de 500 μm par 500 μm environ et peut être réduite à 10 μm par 10 μm environ. Une partie du faisceau est orientée vers un moniteur afin de contrôler l'intensité du faisceau incident.

Le faisceau est ensuite diffracté par l'échantillon. Celui-ci est placé dans un dispex (cryostat à compression/détente d'hélium gazeux). Un compresseur amène l'hélium gazeux via des tubes flexibles dans le dispex. Un système de compression via un piston, fait subir au gaz des détentes Joule-Thomson permettant la création de froid. Les températures atteintes sont de l'ordre de 30 K pour notre cas, mais d'autres modèles peuvent atteindre 4,2 K. L'échantillon est simplement refroidit par conduction via un doigt froid de cuivre. Un thermomètre de platine⁷ permet de mesurer la température. Celle est contrôlée par un régulateur de température TRMC2⁸, la régulation se faisant via une résistance chauffante. Le réel avantage de ce système de refroidissement est que l'échantillon peut être aligné à l'air libre, avant descente en température. Ce détail est très important car le faisceau incident ne mesurant que 500 μm de haut, il est très facile de rater

⁵ Réflexion se trouvant alors à 50° par rapport à l'horizontale.

⁶ Mais qui ont souvent besoin d'être calibrées!

⁷ De RRR > 1000.

⁸ Mis au point par le CRTBT et commercialisé par la société Barras Provence.

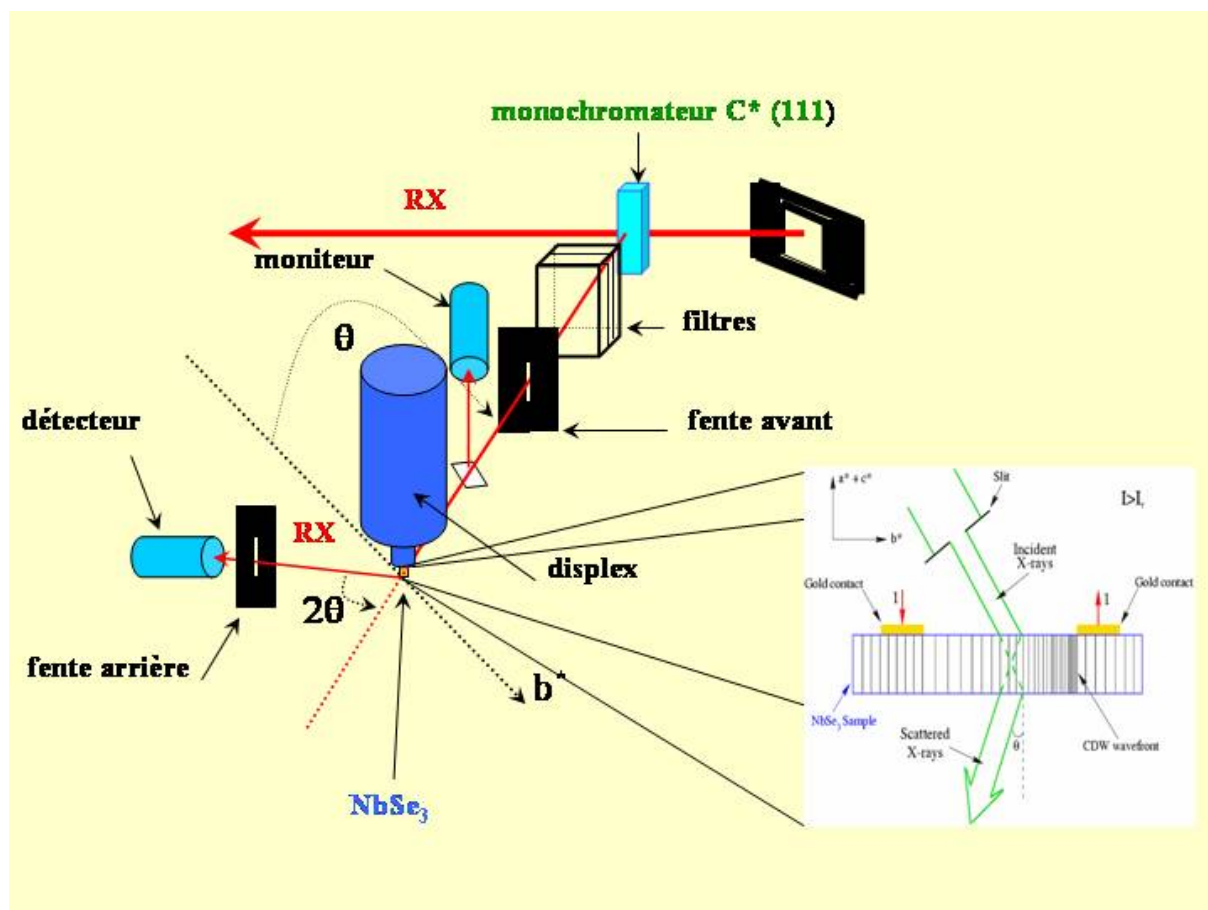


FIG. 3.3: Vue schématique du diffractomètre de la ligne haute brillance ID10A de l'ESRF.

l'échantillon, celui-ci ne mesurant que quelques dizaines de microns.

Des fentes de haute précision sont placées devant le détecteur à scintillation : celles-ci contribuent à la résolution expérimentale de la mesure et permettent de diminuer le bruit de fond du signal détecté. La distance entre l'échantillon et le détecteur et la taille des fentes déterminent la résolution expérimentale. Pour les mesures haute résolution, la distance échantillon-détecteur est d'environ 1,5 m.

3.1.2.3 Méthode expérimentale

Dans ce chapitre nous allons présenter les diverses étapes de l'alignement du cristal. L'échantillon est placé dans le displex au bout du doigt froid : celui-ci est placé sur un porte-échantillon de cuivre incliné de 26° permettant ainsi d'avoir l'orientation du cristal tel que le plan ($a^* + c^*$, b^*) coïncide avec le plan de diffusion horizontal, ceci afin d'accéder au satellite basse température Q_2 . Le cristal est aligné par rapport au faisceau incident grâce à une lunette et du papier réagissant aux rayons X.

La transition de Peierls dans $NbSe_3$ s'effectue suivant la direction b ($b \parallel b^*$). On se repère alors

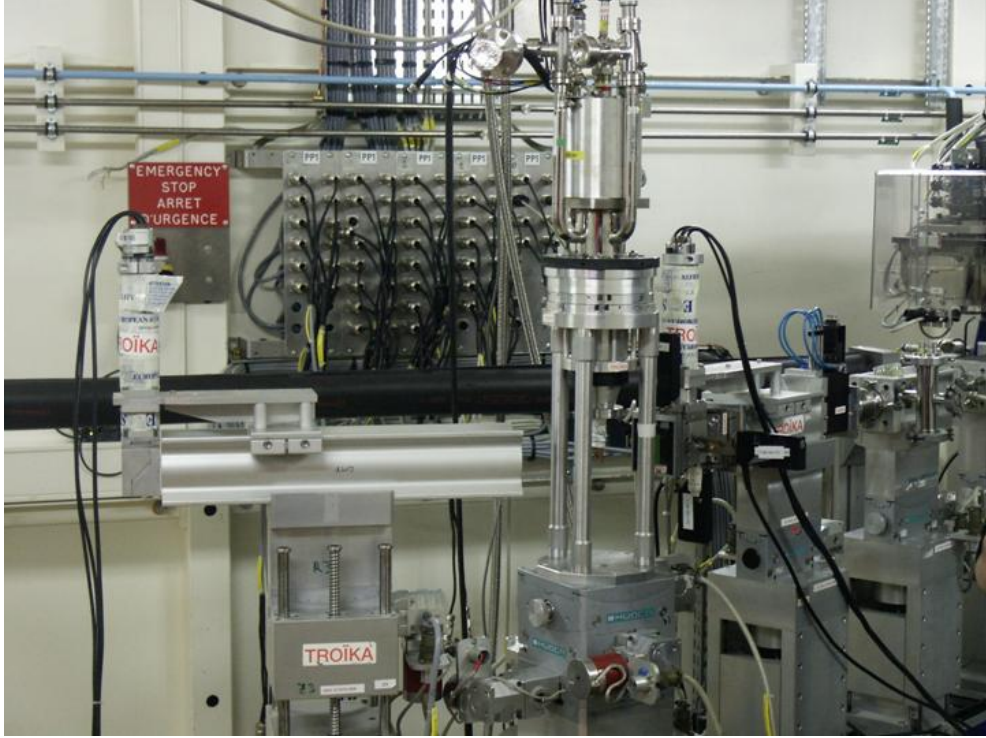


FIG. 3.4: Photographie du diffractomètre de la ligne haute brillance ID10A de l'ESRF.

avec une réflexion dans la direction $(0, k, 0)$, sachant que la tache de Bragg est éteinte pour des valeurs de k impaires. On peut alors rechercher la réflexion $(0, 2, 0)$ à température ambiante. Cette tache sert non seulement de repère, mais aussi à vérifier la qualité du cristal sur toute sa longueur. Du fait de la symétrie des déplacements atomiques, les satellites sont accessibles pour des valeurs de pic de Bragg éteints, *i.e.* pour des valeurs de k impaires. Le vecteur de modulation haute température \mathbf{Q}_1 se trouve à la position $(0, Q_1, 0)$ avec $Q_1 = 0.241b^*$. Le vecteur de modulation basse température \mathbf{Q}_2 se trouve à la position $(0.5, Q_2, 0.5)$ avec $Q_2 = 0.259b^*$.

Une fois la réflexion $(0, 2, 0)$ repérée, on peut refermer le capot de béryllium autour de l'échantillon et pomper environ une demi-heure l'enceinte du cryostat afin de pouvoir entamer la descente en température. Il est vivement conseillé de suivre le pic satellite et de se réaligner pendant la descente en température, notamment les premiers 50 K car le doigt froid de cuivre se rétracte d'environ $500 \mu\text{m}$. Une fois à la température voulue et les paramètres ajustés, on peut construire la matrice d'orientation nous permettant d'accéder directement au satellite. La même procédure est possible pour le pic satellite basse température mais en se repérant par exemple sur la réflexion $(3, 2, 3)$. L'étude de la forme ou de la position du pic satellite peut alors commencer.

3.2 Mesure de transport dans les systèmes quasi-1D à ODC

Les diverses propriétés de transport dans NbSe_3 ont été exposées dans le chapitre 1. Nous allons ici présenter le dispositif électronique nous permettant de mesurer nos échantillons *in situ*

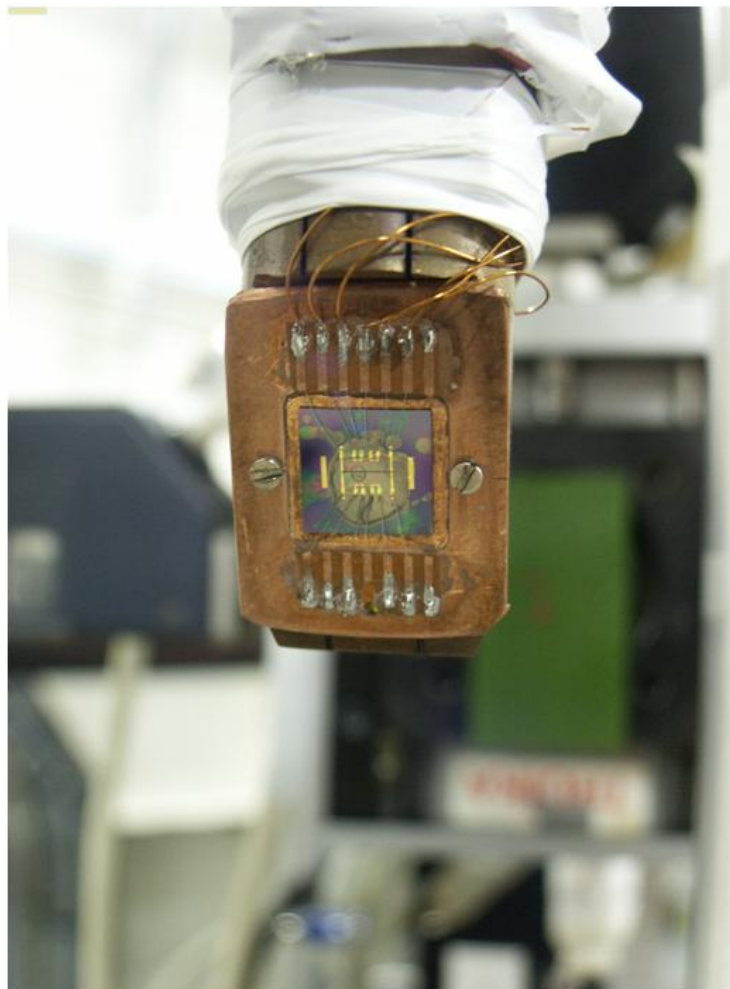


FIG. 3.5: Photographie de l'environnement de l'échantillon à l'ESRF : celui-ci est placé sur un porte-échantillon incliné à 26° , au bout du doigt froid du displax. On peut notamment observer les contacts en or du substrat de silicium et le cristal collé par le collodion.

à l'ESRF et au CRTBT.

3.2.1 Mesures de transport

La mesure de la résistance de l'échantillon se fait via un détecteur multifonction⁹ branché sur un pont quatre fils permettant de s'affranchir de la résistance de contact. Le courant est injecté par une source flottante bas bruit¹⁰ permettant d'effectuer des rampes. Les mesures de tension de l'échantillon se font grâce à un multimètre Keitley 2000. Le tout est piloté par ordinateur via un programme Labview¹¹ traçant I-V, V-I, $\frac{dV}{dI}$ - I...

Un autre dispositif a été utilisé lors des mesures au CRTBT des valeurs du courant d'ODC. Le courant est injecté par une source programmable Keitley 220. Une dérivation vers une résistance

⁹Conçu par le CRTBT et la société Barras Provence.

¹⁰Conçu par le CRTBT.

¹¹Conçu par A. Ayari.

de référence permet de mesurer la tension à ses bornes et de connaître de façon très précise le courant injecté dans la structure. Cette tension est mesurée par un nanovoltmètre Agilent 34420A. Alternativement, le nanovoltmètre mesure la tension aux bornes de l'échantillon. Le tout est piloté par ordinateur : les courbes $\frac{dV}{dI}$ -I sont issues par dérivation numérique des mesures V-I.

3.2.2 Procédure de dépolarisation

Lorsque l'onde est mise en mouvement, le pic satellite se déforme (sur tout le long de l'échantillon) et peut se déplacer dans l'espace réciproque : cette distorsion de l'ODC est détectable sur une distance de quelques centaines de microns proche des électrodes (la distance de phase slip). Lorsque le courant est coupé, le pic satellite ne reprend pas sa forme initiale. Le système subit des effets de mémoire de la polarisation. Deux solutions sont possibles afin de regagner l'état initial de l'ODC. On peut "recuire" l'échantillon, *i.e.* le réchauffer au-dessus de la température de transition et redescendre à la température voulue : cette méthode a le défaut d'être très longue. L'autre technique a été conçue par F. Ya Nad ([159]) : elle est calquée sur la technique de démagnétisation permettant à un échantillon magnétique de revenir à son état vierge. Ici, on applique un champ électrique alternatif (des créneaux) de fréquence 1 kHz dont l'amplitude varie linéairement grâce à un générateur de fréquence Stanford Research System DS345. Cette étape peut être visualisée par un oscilloscope classique. Le champ maximal appliqué dans cette procédure doit être supérieur au champ qui a polarisé l'onde pendant la mesure de transport. On répète ce cycle de montée/descente deux ou trois fois. Cette méthode permet de retrouver l'état initial du satellite.

3.3 Quelques résultats sur NbSe₃

Le but de cette partie est de présenter quelques résultats marquants de la recherche sur NbSe₃ par la technique de mesure couplée de transport et de diffraction. Cet "état de l'art" n'est en rien exhaustif et n'a pour but que de situer le sujet de nos recherches dans son contexte. D'autres articles seront étudiés plus en détails dans les chapitres suivants.

La première mise en évidence d'une sur-structure par diffraction sur NbSe₃ a été effectuée par K. Tsutsumi *et al.* [193] en 1977 (voir Fig. 3.6), suite à l'engouement suscité par la découverte un an plus tôt des propriétés non-linéaires du NbSe₃ par P. Monceau *et al.* [133]. Elle fût confirmée par les mesures en diffraction RX de J. L. Hodeau *et al.* [92].

Les premières mesures couplées de transport et de diffraction dans NbSe₃ ont été faites par R. M. Fleming *et al.* [60] en 1978. Les auteurs ont utilisé une anode tournante classique comme source de rayon X : malgré l'observation du dépiégeage de l'ODC tirée des mesures électriques, ils n'observèrent aucun effet du champ électrique sur le système. Rien d'étonnant lorsque l'on connaît la grande divergence et le peu de photons sortant d'une anode tournante classique. R.

M. Fleming *et al.* [62] ont effectué une deuxième série de mesures à l'aide d'un rayonnement synchrotron. Malgré une bonne résolution longitudinale, *i.e.* selon l'axe des chaînes b^* , de 10^{-4} \AA^{-1} , aucun effet mesurable du champ électrique n'a pu être observé. Ils n'ont pu mesurer la longueur de corrélation phase-phase du fait de la grande mosaïcité du cristal.

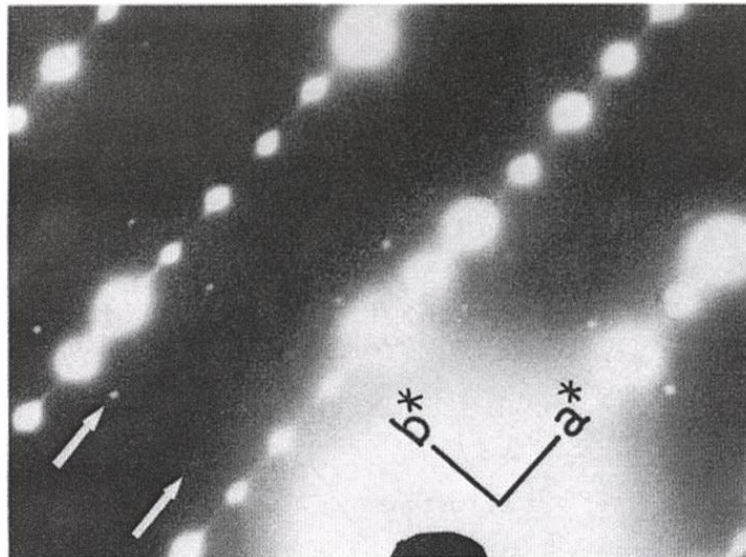


FIG. 3.6: Cliché de diffraction électronique de NbSe_3 à $T = 140 \text{ K}$ (d'après [193]). Les pics satellites apparaissent (marqués par les flèches) dans la direction de b^* .

A. H. Moudden *et al.* [138] ont étudié l'anisotropie des longueurs de corrélation dans l'état piégé par diffraction de rayons X. Les premières véritables mesures de corrélation phase-phase dans NbSe_3 ont été faites par E. Sweetland¹² *et al.* [184]. D. DiCarlo *et al.* [50] ont aussi étudié les longueurs de corrélation en fonction de la température et de la concentration d'impuretés de tantale.

Mais les premiers véritables résultats sur la dynamique des ODC par mesures couplées de transport et de diffraction ont été obtenus par D. DiCarlo *et al.* [49]. Pour la première fois, les déformations d'une ODC dues à l'injection d'un courant ont été observées. H. Requardt *et al.* [159] ont mesuré ces déformations à l'aide d'un faisceau beaucoup plus petit¹³, donc de façon beaucoup plus précise.

Des études des états métastables des ODC dans NbSe_3 ont été menées par J. D. Brock *et al.* [36] et E. Sweetland *et al.* [183] par application de pulses bipolaires : les auteurs ont pu évaluer la constante de frottement fluide γ de l'équation du mouvement de l'ODC du modèle FLR. Une autre étude par K. L. Ringland *et al.* [166] a permis cette fois-ci de mesurer les coefficients τ et μ de l'équation de relaxation de Kohlrausch-Williams-Watts définie par l'exponentielle décroissante de la forme suivante :

¹²Nous reviendrons plus en détail sur ces résultats dans le chapitre 4.

¹³Voir chapitre 1.4.

$$\frac{\Delta P(t)}{P_0} \sim \exp \left[- \left(\frac{t}{\tau} \right)^\mu \right] \quad (3.11)$$

où $\Delta P(t)$ est la variation de la polarisation par rapport à la polarisation initiale P_0 .

V. Kiryukhin *et al.* [102] ont étudié l'effet du champ magnétique sur la structure d'une ODC piégée et dépiégée : mais leurs mesures de diffraction n'ont montré aucun effet du champ magnétique sur le pic satellite malgré les résultats de M. F. Hundley *et al.* [93] de la mesure du pouvoir thermomagnétique en fonction du champ, interprétée comme une augmentation substantielle du nombre de porteurs participant au mouvement de l'ODC : V. Kiryukhin *et al.* [102] s'attendaient à observer une augmentation de l'intensité intégrée du pic satellite, ou au moins une augmentation de l'intensité du pic.

Plus récemment, Y. Li *et al.* [119], en utilisant la technique d'imagerie par topographie RX, ont montré que dans les échantillons ne possédant pas une épaisseur homogène, *i.e.* présentant des marches le long de l'axe des chaînes dans le cas du NbSe₃, l'ODC n'ayant pas un champ de dépiégeage homogène subit un cisaillement et se déchire lors du dépiégeage. K. L. Ringland *et al.* [165], avec une technique classique de diffraction, mais dans une approche du sujet qui l'est moins, ont étudié le mouvement de l'ODC comme un front "rugueux" se propageant dans un potentiel désordonné, en mesurant la structure de l'ODC transversalement au mouvement et en utilisant les modèles dérivés de celui de M. Kardar *et al.* [100] sur la dynamique d'échelle de croissance d'une interface. Y. Li *et al.* [120] ont observé un couplage des deux ODC du NbSe₃ à la température qu'ils définissent comme celle égale à $\frac{2}{3}T_{C2}$ ¹⁴, *i.e.* la température où le phénomène de switching apparaît. Nous reviendrons plus précisément sur ces trois derniers résultats dans les chapitres suivants. D. Rideau *et al.* [164] ont observé l'effet du courant à proximité d'un centre de piégeage fort : les auteurs ont mesuré la déformation de l'ODC autour de ce défaut et l'ont comparée au modèle de conversion des porteurs de S. Brazovskii *et al.* [32]. Notons aussi l'étude de M. Sutton *et al.* [182] de la structure d'une ODC en mouvement par technique de corrélation de photons dont le résultat apparaît contraire à celui que nous avons observé par une technique plus classique de diffraction et que nous présentons dans le chapitre 4 [45, 46, 188, 47].

3.4 Autres méthodes d'investigation

Nous allons présenter dans ce chapitre quelques techniques récentes permettant d'étudier la dynamique des ODC dans NbSe₃.

La première méthode que nous allons présenter est assez récente et classiquement utilisée pour mesurer le gap des supraconducteurs à haute température critique¹⁵. La spectroscopie d'électrons

¹⁴ T_{C2} est la température de la seconde transition de Peierls dans NbSe₃.

¹⁵Voir le chapitre XIV de Y. Petroff de [21].

par photoémission résolue en angle (ARPES) permet de sonder la structure électronique d'un matériau en illuminant celui-ci par un faisceau de photons suffisamment énergétiques pour émettre des électrons. En mesurant l'énergie de ces électrons émis et leurs vecteurs d'onde, il est possible de remonter à l'énergie et au vecteur d'onde de ces mêmes électrons lorsqu'ils sont à l'intérieur du cristal. L'ARPES permet donc de mesurer la structure de bande près du niveau de Fermi, de vérifier l'existence ou non d'une surface de Fermi, de mesurer un gap lorsqu'il existe, de mesurer son anisotropie, et de déterminer, dans le cadre des supraconducteurs, la symétrie du paramètre d'ordre (s ou d). Cette technique a été appliquée dans les systèmes quasi-1D [196], notamment dans NbSe_3 : J. Schäfer *et al.* [173] ont récemment mesuré les deux gaps dus aux deux transitions de Peierls et vérifié que le nesting de la surface de Fermi était imparfait. On peut imaginer qu'il soit possible d'étudier la dynamique des ODC par cette méthode.

Les récentes évolutions dans l'instrumentation des synchrotrons de troisième génération ont permis d'adapter la technique de diffusion inélastique aux rayons X. La diffusion inélastique de neutrons n'étant particulièrement pas adaptée à l'étude du NbSe_3 du fait de la petitesse des échantillons, un bon moyen d'étudier le spectre phononique du système est la diffusion inélastique de rayons X. H. Requardt *et al.* [158] ont étudié NbSe_3 par cette technique : ils ont mesuré des branches acoustiques, longitudinales et transverses, et tenté d'observer l'anomalie de Kohn [104] dans le spectre de phonons. N'ayant pas observé d'anomalie de Kohn, les auteurs ont suggéré que ce résultat ne coïncidait pas avec le fait que la transition de Peierls résultait d'un couplage électron-phonon faible mais qu'ils abonderaient dans le sens d'un couplage fort, tel que le pensent les défenseurs de la théorie des bipolarons¹⁶ dans les ODC¹⁷. Des études sur les modes de phonons et d'amplitudons sont en cours, il serait intéressant d'étudier ces modes sous l'influence d'un courant.

Une autre technique récente de spectroscopie de rayons X applicable à l'étude de la dynamique des ODC est la spectroscopie de fluctuations de rayons X (XIFS). Basée sur les propriétés de cohérence du speckle, cette technique permet d'étudier les fluctuations temporelles d'un système à l'équilibre et donne un accès direct au mouvement brownien d'une structure désordonnée. Dans le cadre de l'étude de la dynamique des ODC dans NbSe_3 , M. Sutton *et al.* [182] ont mesuré les fluctuations de l'intensité de la tâche de speckle due à la diffraction d'un faisceau RX partiellement cohérent plus petite que la longueur de corrélation phase-phase du système dans un échantillon de NbSe_3 . Lorsqu'un courant est appliqué, l'intensité de la tâche de speckle est divisée par dix, signifiant une perte de cohérence du système, la longueur longitudinale de corrélation phase-phase diminue, le système est plus désordonné lorsqu'il est en mouvement que lorsqu'il est piégé : ce résultat est opposé à celui que nous exposerons dans le chapitre 4. Nous tenterons d'éclaircir et de comprendre pourquoi ces deux résultats, obtenus par deux méthodes différentes, sont opposés.

¹⁶Un polaron est un système formé par un électron accompagné par son champ de contrainte (il existe les petits et grands polarons simplement différenciés par la distance de l'influence de la contrainte dans le système).

¹⁷Pour plus de précisions se référer au chapitre de S. Aubry et P. Quémenerais tiré de l'ouvrage [174].

Le dernier exemple de technique d'investigation est l'imagerie par topographie aux rayons X¹⁸. Cette technique d'imagerie non destructive est basée sur la diffraction de Bragg de faisceaux de rayons X parallèles et étendus. Elle permet la caractérisation des défauts dans les systèmes monocristallins par l'apparition d'un contraste. Sa résolution est de l'ordre du micron : la distorsion associée au défaut entraîne un changement de contraste, le défaut entraînant un changement de la condition de Bragg. La sensibilité de cette technique est très grande et permet l'observation de distorsion du cristal en $\frac{\Delta d}{d}$ ou $\Delta\theta$ de l'ordre de 10^{-7} . Il est possible d'utiliser un faisceau polychromatique. Y. Li *et al.* [119] ont étudié le dépiégeage d'une ODC dans un échantillon comportant des marches. La variation de contraste observée dans leur cas est due au fait que l'onde se dépiège avec un champ plus bas dans les zones où le cristal est plus épais. Malgré l'efficacité de la technique, nous avons tenté d'observer l'effet de l'injection de courant sur la ligne ID19 de l'ESRF, mais sans succès.

3.5 Conclusions

Nous avons présenté dans ce chapitre les techniques que nous avons utilisé dans ce travail de thèse. La technique de diffraction est la seule pouvant nous permettre de mesurer la cohérence spatiale de l'ODC. Nous avons présenté les principaux résultats obtenus par cette technique ainsi que quelques techniques alternatives à la diffraction classique. Nous allons montrer que la technique de diffraction des rayons X couplée aux mesures de transport est d'une grande efficacité pour l'étude de la dynamique des ODC.

¹⁸Pour plus de détails concernant la topographie se reporter au chapitre de J. Baruchel de l'ouvrage [21].

 COHÉRENCE D'UNE ODC EN MOUVEMENT

Nous allons présenter dans ce chapitre, une étude des longueurs de corrélation phase-phase de l'ODC "haute température" \mathbf{Q}_1 en mouvement. L'étude des phases des systèmes élastiques ordonnés recouvre un grand nombre de systèmes physiques : outre les ODC dans les matériaux quasi 1D, on peut citer les cristaux de vortex dans les supraconducteurs de type II [1, 28], les cristaux de Wigner [197, 9] ou les cristaux de bulles et de lignes [39, 40] formées par des gaz 2D d'électrons dans les hétérojonctions de semiconducteur ou les cristaux de Wigner sur de l'hélium superfluide [197, 152], les cristaux de bulles magnétiques dans les systèmes de grenat [176], les systèmes de colloïdes en suspension [2]... Après une étude de différents résultats sur les effets du désordre sur un système ordonné, nous présenterons nos mesures des longueurs de corrélation longitudinale et transverse dans un système à ODC. Pour cette étude, nous avons utilisé les techniques expérimentales décrites dans le chapitre 3. Nous comparerons ces résultats avec les mesures de l'ODC dans l'état "bloqué" ou mode locking [12, 13, 46] : ceci nous permettra de mieux comprendre et d'appréhender la dynamique des ODC. Nous tenterons de comparer celle-ci à la dynamique des autres cristaux électroniques. Cette étude s'inscrit dans le cadre plus général de l'interaction d'un système élastique avec un potentiel de désordre aléatoirement réparti.

4.1 Notions de cohérence dans un système ordonné

4.1.1 Cohérence spatiale

Un système ordonné est cohérent spatialement, s'il possède un certain ordre sur une certaine distance appelée longueur de corrélation. La cohérence spatiale ne peut être mesurée quantitativement que par diffraction : c'est la largeur à mi-hauteur (FWHM pour Full Width at Half Maximum) du pic de Bragg qui va nous permettre de définir la longueur de corrélation. Dans une ODC nous pouvons définir la longueur de corrélation phase-phase comme la longueur selon laquelle la phase de l'ODC varie de 2π . La longueur de corrélation phase-phase est alors définie par la relation très simple :

$$\xi = \frac{2}{\text{FWHM}} \quad (4.1)$$

Cette longueur traduit le fait que les fronts d'onde de l'ODC sont espacés régulièrement. Dans un système idéal, cette longueur est infinie et le pic de Bragg correspondant est un pic de Dirac.

L'appareil de mesure possède lui-même une certaine résolution qui va donner une largeur finie au pic de Bragg, celle de la résolution. Le désordre présent dans le système élargira aussi ce pic de Bragg. Lors de la mesure de diffraction, le pic obtenu sera donc une convolution entre la largeur du pic due à la résolution expérimentale et la valeur intrinsèque de l'ordre du système. Il est donc nécessaire de connaître la résolution d'appareil du diffractomètre pour décorrélérer la largeur du pic correspondant au pic mesuré afin d'obtenir la valeur intrinsèque de l'ordre du système, représentée par la longueur de corrélation phase-phase.

4.1.2 Cohérence temporelle

La cohérence temporelle d'un système organisé implique nécessairement la notion de mouvement de celui-ci. Elle peut être expliquée par une avance régulière du système par rapport à un point fixe : plus une ODC est cohérente temporellement plus ses fronts d'onde vont avancer à une même vitesse sur une certaine distance appelée longueur de corrélation vitesse-vitesse. L'interaction régulière des fronts d'onde avec les défauts pourrait être l'origine du "bruit cohérent", le NBN, mesuré dans les ODC. La mesure de NBN définit donc la cohérence temporelle (se reporter au chapitre 1.3.2) : or, il est souvent écrit dans certaines publications que les mesures de NBN et de "mode-locking" démontrent une bonne corrélation spatiale du système. Existe-t-il une différence entre cohérence spatiale et cohérence temporelle ? Si un système organisé possède une bonne cohérence spatiale lorsqu'il est en mouvement, il est alors évident que celui-ci aura une bonne cohérence temporelle : les fronts d'onde de l'ODC vont interagir de manière régulière avec les défauts du cristal. L'inverse n'est pas évident : ce n'est pas parce que des fronts d'onde d'une ODC avancent à la même vitesse qu'ils sont forcément espacés de la même distance *a priori*. Or, ces fronts d'onde, s'ils n'avancent pas à la même vitesse, ils n'interagissent pas avec une fréquence régulière avec les défauts. Nous reviendrons sur cette notion lors de la discussion des résultats à la fin de ce chapitre.

4.2 Effet du désordre sur un système élastique ordonné

Dans les systèmes réels, l'ordre parfait n'existe pas sur des distances macroscopiques. La présence de défauts est inhérente à tout système cristallin. Ces défauts vont interagir et déformer toute sur-structure électronique du cristal hôte. Il est donc nécessaire de tenir compte de la présence de défauts, comme autant de potentiels aléatoirement répartis dans le système, dans les phénomènes critiques aussi bien statiques que dynamiques. Nous allons exposer ici quelques résultats significatifs, théoriques et expérimentaux, parmi la pléthore existant déjà sur ce vaste sujet.

4.2.1 Propriétés statiques

A. I. Larkin [108] fut un des premiers à établir un modèle précurseur de ce qui deviendra une dizaine d'années plus tard le modèle Larkin-Ovchinnikov [110] traitant de l'effet du désordre sur un cristal de vortex. Les auteurs ont été les premiers à calculer les longueurs de corrélation ainsi que les valeurs des coefficients non nuls du tenseur des déformations du cristal de vortex en fonction des paramètres définissant les lignes de flux dans les supraconducteurs. Entre-temps, J. M. Kosterlitz et D. J. Thouless [106] réalisaient un modèle sur les transitions de phases dans les systèmes bidimensionnels, en montrant que le système pouvait créer des dislocations par simple activation thermique.

Y. Imry et S.-K. Ma [94] ont calculé les effets d'instabilités d'un système magnétique ordonné à symétrie continue soumis au désordre. Partant du Hamiltonien, de type Heisenberg, d'un système de spins, Y. Imry et S.-K. Ma [94] ont ajouté une composante créée par un champ aléatoire, de valeur moyenne nulle, couplée au paramètre d'ordre. Ils considèrent que le potentiel aléatoire détruit l'ordre et que le système peut se diviser en domaines de largeur L séparés par des parois¹. La formation d'une paroi donne une perte d'énergie proportionnelle à L^{d-2} alors que les fluctuations du potentiel aléatoire d'un domaine à un autre donnent un gain d'énergie par domaine proportionnel à $L^{\frac{d}{2}}$ où d est la dimension du système. En utilisant la technique du groupe de renormalisation, les auteurs montrent que l'ordre du système est détruit pour des valeurs de $d < 4$. Parallèlement L. J. Sham et B. R. Patton [177] sont arrivés à la même conclusion dans leur étude théorique sur l'effet des impuretés sur la transition de Peierls.

De nombreux modèles sur l'interaction d'un système ordonné avec un désordre aléatoirement réparti ont été conçus depuis celui de Y. Imry et S.-K. Ma [94]. Une nouvelle notion dans ce domaine de la matière condensée est apparue au milieu des années 90 : le verre de Bragg². Inspiré du modèle de piégeage de A. I. Larkin et Yu. N. Ovchinnikov [110], ce nouveau concept a été introduit par T. Giamarchi et P. Le Doussal [73, 74] dans leur étude des réseaux de vortex dans les supraconducteurs de type II en présence de désordre. En absence de désordre, les auteurs considèrent un réseau triangulaire d'Abrikosov parfait [1], de paramètre de maille a , la position d'équilibre \mathbf{R}_i du i^{eme} vortex et z la direction du champ magnétique appliqué. L'ajout du désordre implique un déplacement \mathbf{u}_i dans le plan de chaque vortex. On peut définir la distance r entre deux vortex comme $\mathbf{r} = \mathbf{R}_i + \mathbf{u}_i$. Dans le cadre d'une description élastique, le déplacement de deux vortex voisins est petit devant le paramètre de maille a du réseau, *i.e.* $|\mathbf{u}(\mathbf{R}_i) - \mathbf{u}(\mathbf{R}_{i+1})| \ll a$: dans ce cas le Hamiltonien élastique isotrope s'écrit :

$$\mathcal{H}_{elas} = \frac{c}{2} \int [\nabla \mathbf{u}(r)]^2 d^d \mathbf{r} \quad (4.2)$$

¹Le spin varie de façon continue à l'intérieur d'une paroi.

²Pour avoir une approche globale sur la notion de verre de Bragg et la phase mixte dans les supraconducteurs de type II se reporter à [72].

où c est la constante élastique du système et d la dimension du système³.

Dans la limite du piégeage faible, les impuretés sont modélisées par un potentiel aléatoire gaussien $V(r)$ dont la fonction de corrélation est proportionnelle à $\Delta(r)$, une fonction à courte portée ξ , la longueur de cohérence du supraconducteur. Dans ces conditions, T. Giamarchi et P. Le Doussal [73, 74] calculent la moyenne de la valeur quadratique des déplacements relatifs de deux vortex distants de r :

$$B(r) = \overline{\langle [\mathbf{u}(r) - \mathbf{u}(0)]^2 \rangle} \quad (4.3)$$

Ici $\overline{\dots}$ représente la moyenne sur le désordre et $\langle \dots \rangle$ représente la moyenne sur les fluctuations thermiques. La fonction $B(r)$ décrit le degré d'ordre du système car elle est liée au facteur de structure. Cette fonction de corrélation de déplacement relatif mesure le déplacement entre deux vortex séparés de la distance r . Le facteur de structure mesurable par diffraction est défini par :

$$S(q) = \overline{\langle \rho(q)\rho(-q) \rangle} \quad (4.4)$$

avec $\rho(q)$ la densité de vortex à la position q dans l'espace réciproque.

Dans un cristal parfait, le facteur de structure est représenté par un ensemble de pics de Bragg à la position \mathbf{K} du réseau réciproque⁴. La forme d'un de ces pics est la transformée de Fourier de la fonction de corrélation de position :

$$C(r) = \overline{\langle e^{i\mathbf{K}\mathbf{u}(r)} - e^{i\mathbf{K}\mathbf{u}(0)} \rangle} \quad (4.5)$$

Cette fonction décrit l'ordre translationnel du système : elle est relié à $B(r)$ par la relation :

$$C(r) = e^{-\frac{\mathbf{K}^2}{2}B(r)} \quad (4.6)$$

La densité de vortex est alors donnée par :

$$\rho(r) = \rho_0 - \rho_0 \nabla \mathbf{u}(r) + \rho_0 \sum_{\mathbf{K}} e^{i\mathbf{K}(r-\mathbf{u}(r))} \quad (4.7)$$

avec ρ_0 la densité moyenne de vortex. Il en résulte le Hamiltonien total, tenant compte du désordre aléatoire :

$$\mathcal{H} = \mathcal{H}_{elas} + \mathcal{H}_{disor} = \frac{c}{2} \int [\nabla \mathbf{u}(r)]^2 d^d r + \rho_0 \sum_{\mathbf{K}} \int e^{i\mathbf{K}(r-\mathbf{u}(r))} V(r) d^d r \quad (4.8)$$

³Dans le cas du réseau de vortex, $d = 3$.

⁴Voir l'information obtenue par un détecteur bidimensionnel dans les expériences de diffraction de neutrons aux petits angles, par exemple les articles de E. M. Forgan *et al.* [65, 64].

Le calcul de $B(r)$ permet de distinguer trois régimes pour différentes valeurs de distance entre vortex :

- Le régime de Larkin : si on considère des déplacements faibles, $B(r)$ varie en r^{4-d} jusqu'à la valeur R_c ⁵. Ce régime permet de calculer le courant critique dans le supraconducteur en comparant la force de Lorentz entraînant les vortex à la force de piégeage.
- Le régime de "random manifold" : ce régime intervient pour des déplacements compris entre la longueur de corrélation du potentiel aléatoire et le pas du réseau. Chaque impureté agit individuellement sur chaque vortex. $B(r)$ varie en $r^{2\nu}$ avec $\nu = \frac{1}{6}$, jusqu'à la distance R_a définie par $u(R_a) - u(0) \sim a$.
- Le régime asymptotique : ici les déplacements relatifs de chaque vortex deviennent plus grands que la distance moyenne entre vortex. $B(r)$ est alors égale à $A_d \log(r)$ (A_d est une constante dépendant de la dimension du système). Ici l'accrochage est collectif, les corrélations existent, mais l'ordre est à quasi longue distance : la fonction de corrélation tend vers zéro alors que le pic de Bragg diverge en loi de puissance et le système ne possède aucune dislocation : ce régime définit le verre de Bragg.

Toutefois l'état de verre de Bragg n'existe que dans des conditions précises de température et de champ magnétique, il est donc très délicat de le détecter. Le seul véritable moyen de détecter cette phase est de mesurer le facteur de structure : seules les mesures de diffraction permettent d'y avoir accès⁶. L'observation la plus probante du verre de Bragg a été faite par T. Klein *et al.* [103] dans un réseau de vortex sur un monocristal de (K,Ba)BiO₃.

A. Rosso et T. Giamarchi [167] ont appliqué leurs calculs sur la détection d'un verre de Bragg dans un système à ODC par diffraction aux rayons X. Ils montrent qu'il est possible de détecter l'état de verre de Bragg dans un système à ODC si la forme des pics satellites à $\mathbf{Q} = \pm 2\mathbf{k}_F$ est asymétrique : cette particularité a été observée par S. Rouzière *et al.* [168] dans le bronze bleu fortement dopé au vanadium. Cette asymétrie des deux pics a été attribuée à la présence de distorsions de la phase de l'ODC au niveau des atomes de vanadium, correspondant à la présence d'oscillations de Friedel. D'après A. Rosso et T. Giamarchi [167], les faibles valeurs des longueurs de corrélation prouvent bien que cette asymétrie est due à la présence de centres de piégeage fort et non à la présence d'une phase verre de Bragg.

⁵ $R_c = 32^{\frac{1}{2}} \frac{C_{66}^{\frac{3}{2}} C_{44}^{\frac{1}{2}} a^2}{n f^2}$, où C_{66} et C_{44} sont les coefficients du tenseur des déformations représentant respectivement le module de cisaillement de la déformation latérale et le module de courbure de la déformation longitudinale, a le pas du réseau, n la densité de centre de piégeage et f la force d'interaction individuelle entre un vortex et un centre de piégeage. Cette longueur définit en fait les longueurs de corrélation (perpendiculaires aux lignes de flux) du système couramment appelées longueurs de Larkin-Ovchinnikov. Associée à la longueur de corrélation longitudinale L_c , correspondant à la longueur selon laquelle la ligne de flux se distord, dans le volume, d'un pas du réseau de vortex, elles forment un volume de cohérence V_c .

⁶ Les techniques d'imagerie comme le STM (Scanning Tunneling Microscope), l'imagerie par effet Kerr, la microscopie de Lorentz, la technique de décoration... ne permettent pas réellement une mesure des longueurs de corrélation, il est seulement possible d'obtenir la vision du système dans l'espace réciproque par transformée de Fourier, mais l'information reste qualitative.

Comme nous l'avons rapporté dans les chapitres 1 et 3, de nombreuses expériences ont été effectuées sur les ODC en présence de désordre contrôlé, que ce soit par une concentration de dopants iso- ou non-isoélectriques, ou par irradiation électronique ou par des ions lourds. Si les résultats concernant l'effet de la présence d'atomes iso- et non-isoélectriques sont plus ou moins confus, il semble que l'expérience la plus récente sur ce sujet a pu réellement montrer que les impuretés chargées sont des centres de piégeage fort et que les impuretés non-chargées sont des centres de piégeage faible [169], conformément à la théorie de A. Lee et T. M. Rice [112]. Les mesures des longueurs de corrélation dans l'état piégé les plus récentes dans NbSe₃ ont été effectuées par D. DiCarlo *et al.* [50]. Il en résulte qu'une ODC est un système possédant de grandes longueurs de corrélation phase-phase : suivant a*, $\xi_{a^*} = 0,8 \pm 0,15 \mu\text{m}$, suivant b*, $\xi_{b^*} = 4 \pm 1 \mu\text{m}$, suivant c*, $\xi_{c^*} = 0,75 \pm 0,05 \mu\text{m}$, pour $T < 90 \text{ K}$. La mesure selon b* étant limitée en résolution au-dessous de $T = 142 \text{ K}$, les longueurs de corrélation longitudinale résultent d'une extrapolation suivant le comportement en température des longueurs de corrélation transverse, ceci expliquant la très grande barre d'erreur de cette mesure.

4.2.2 Propriétés dynamiques

Nous avons vu dans le premier chapitre les bases théoriques ainsi que les principaux résultats concernant la dynamique d'une ODC dans NbSe₃. Ici, nous allons décrire différents résultats théoriques, expérimentaux et de simulations numériques sur l'effet du désordre sur la dynamique d'un système élastique ordonné.

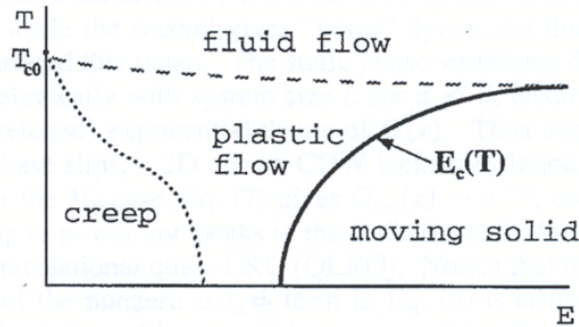


FIG. 4.1: Exemple de diagramme de phase dynamique par L. Balents et M. P. A. Fisher [17].

Le modèle FLR exposé au premier chapitre, est un des premiers modèles sur la dynamique des ODC : celui-ci a servi de base à de nombreux autres, notamment dans des modèles sur les cristaux de Wigner, certainement le système électronique le plus proche des ODC⁷. D. S. Fisher [57] a démontré que le passage de l'état piégé à l'état dépiégé est une transition de phase dynamique. La

⁷D'un point de vue caractéristique courant-tension ($I - V$, $\frac{dV}{dI} - I$, voir par exemple [82]).

mise en mouvement du système peut être décrite en plusieurs phases en fonction de l'intensité de la force appliquée, telles que les décrivent L. Balents et M. P. A. Fisher [17] : le "creep" (ramper en français) des dislocations, la phase "plastic flow" (l'écoulement plastique) et le "moving solid" (le solide en mouvement) (voir Fig. 4.1).

Le "creep" peut être décrit comme le mouvement très lent par blocs du système : cette notion a été introduite théoriquement dans les cristaux de vortex par P. W. Anderson et Y. B. Kim [8]. Les auteurs ont étudié la possibilité de mouvement thermiquement activé des vortex⁸ : la barrière de potentiel que doit franchir le système pour se mettre en mouvement peut être passée par activation thermique suivant une loi d'Arrhenius. Ce phénomène a été observé⁹ dans NbSe₃ par S. G. Lemay *et al.* [116], dans des conditions particulières, *i.e.* à basse température ($T < 30$ K) sous la seconde transition, dans un petit échantillon (section $< 5 \mu\text{m}^2$) possédant d'excellentes propriétés électriques ($\text{RRR} \simeq 400$, NBN avec facteur de qualité $Q > 30000$ et mode locking complet pour $T < 59$ K, *i.e.* au-dessous de la seconde transition) : ils ont pu détecter cette phase par des mesures de NBN à basse température, ceci montrant un mouvement cohérent "temporellement". La vitesse est alors très lente (de l'ordre d'une longueur d'onde par seconde). Ce "creep" n'est pas visible dans une mesure de résistance différentielle fonction du champ appliqué¹⁰. Cette phase aurait été détectée dans un réseau de vortex par mesures de transport par D. T. Fuchs *et al.* [68] et par mesures indirectes de la fréquence de "washboard" par microscopie à effet tunnel (STM) par A. M. Troyanovski *et al.* [192].

Selon S. N. Coppersmith [42], la mise en mouvement du système provoque la nucléation de boucles de dislocation¹¹, détruisant l'ordre à longue portée; ceci implique que la longueur de corrélation phase-phase diverge à la transition [43] : le système était élastique, il passe à une phase plastique appelée "plastic flow" (voir par exemple les articles de H. J. Jensen *et al.* [97, 98] traitant du dépiégeage d'un cristal de vortex, ou bien les articles de T. Natterman [140] et S. Scheidl et V. M. Vinokur [172] dans une approche en loi d'échelle). Cette phase apparaît à la valeur du champ seuil. Le système s'organise alors dans des canaux plastiques donc déformables¹² : le système est moins ordonné. C'est le signe de la transition dynamique élastique-plastique. Cette transition a été observée par simulation (par la technique de dynamique moléculaire) dans le cadre des réseaux de vortex par M. C. Faleski *et al.* [54].

A plus haute vitesse, le système passe dans un régime stationnaire (on parle de "steady state")

⁸On parle alors de TAFF pour Thermal Assisted Flux Flow [72].

⁹La première observation du creep dans les ODC a été faite par S. V. Zaitsev-Zotov [203] dans un échantillon de petite section de TaS₃ : dans un spectre de fréquence, l'auteur a détecté un signal alors que l'ODC n'était pas encore dépiégée.

¹⁰On pourrait s'attendre à une légère décroissance de la résistance due au pseudo-mouvement de l'ODC.

¹¹S. Scheidl et V. M. Vinokur [171] ont confirmé cette théorie, affirmant que quelque soit la situation, la mise en mouvement d'un réseau de vortex était toujours accompagnée de nucléations de dislocations provoquant la nouvelle phase de plasticité.

¹²Cette représentation du phénomène n'est pas évidente à appréhender dans les ODC, elle l'est beaucoup plus dans les systèmes bidimensionnels tels que les vortex [97, 98].

où il devient mieux organisé : on parle alors de "dynamical ordering" (terme employé par P. Le Doussal et T. Giamarchi dans [51]). Le désordre est moins ressenti et tend à être moyenné à zéro¹³. A. Schmid et W. Hauger [175] ont été les premiers à montrer que, lorsqu'il y a mouvement d'un système de vortex, l'ordre orientationnel du réseau d'Abrikosov est perdu au profit d'un ordre translationnel meilleur suivant la direction du mouvement : un système de canaux parallèles s'instaure à l'intérieur desquels les vortex se déplacent. Le système possède alors un ordre à quasi-longue distance (voir les articles [105, 17, 76, 38, 51, 72]). On peut noter que P. Le Doussal et T. Giamarchi [51] ont montré que le verre de Bragg pouvait être mis en mouvement et garder un ordre à quasi-longue distance. Les auteurs ont étendu leurs calculs à diverses phases dynamiques et obtenu un diagramme de phase dynamique complexe (désordre, température, force extérieure). Leurs résultats sont en accord avec une perte de l'ordre orientationnel au profit d'un ordre translationnel dans le sens du mouvement par la création de canaux.

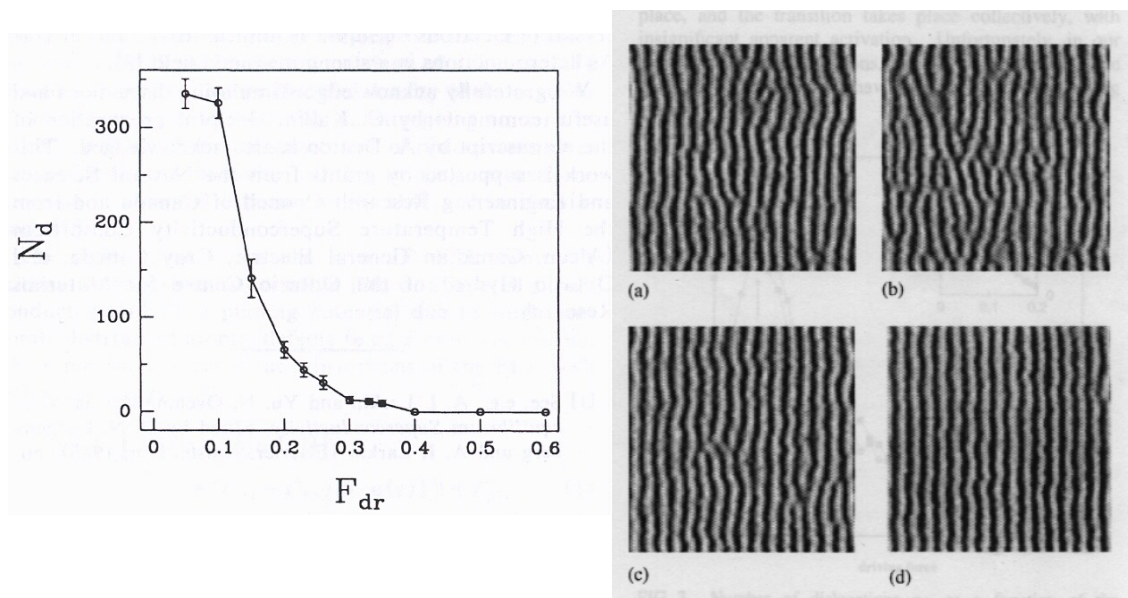


FIG. 4.2: **A gauche** : Courbe montrant le nombre de défauts dans un système 2D en fonction de la force appliquée pour mettre en mouvement le système (d'après [180]). **A droite** : Simulation de la propagation de front d'onde à différentes vitesses : a) la force extérieure est nulle ; b) la force croît, le système se dépiege : on passe à la phase plastique, le nombre de dislocations augmente ; c) à plus grande vitesse le nombre de dislocations décroît : le système se réordonne ; d) à grande vitesse le système devient mieux ordonné qu'à vitesse nulle (selon [101]).

De nombreuses simulations numériques tendent à prouver ce phénomène de réarrangement : notons le résultat de O. Pla et F. Nori [151], basé sur les calculs de P. Bak *et al.* [16] : les auteurs montrent qu'un système s'auto-organise lorsqu'il est dépiégé¹⁴. Quant à A.-C. Shi et A. J. Berlinski [180], leurs simulations ont démontré que la densité de dislocations dans le système décroît lorsque la force de dépiegeage augmente, prouvant bien que l'ordre croît à grande vitesse

¹³De manière intuitive il est aisé de se représenter le système élastique en mouvement dans un potentiel désordonné par un véhicule roulant sur un chemin accidenté : à grande vitesse le véhicule ressentira moins les défauts du chemin.

¹⁴P. Bak *et al.* [16] affirme que cette auto-organisation serait à l'origine du bruit en $\frac{1}{f}$.

(Fig. 4.2 gauche). En utilisant une équation du mouvement extraite du modèle des fluctuations hydrodynamiques de Swift-Hohenberg [185], M. Karttunen *et al.* [101] parviennent aux mêmes résultats et conclusions (Fig. 4.2 droite).

Les résultats et preuves expérimentales concernant ces différentes phases dynamiques dans les systèmes de vortex sont nombreux, qu'ils proviennent de mesures de transport ou de diffraction. Citons, par exemple, la mise en évidence du comportement plastique du réseau de vortex dans $2H\text{-NbSe}_2$ proche de "l'effet de pic¹⁵", *i.e.* quand le système est proche de la transition supraconducteur \rightarrow métal normal (voir par exemple [25, 26]). En effet le système devient moins rigide et donc plus facilement déformable, favorisant l'observation d'une phase plastique. M. C. Hellerqvist *et al.* [91] ont observé la phase plastique et le réarrangement dans un film de $\text{Mo}_{77}\text{Ge}_{23}$ amorphe dans leurs mesures de transport (anomalie dans la courbe $\frac{dV}{dI} - I$).

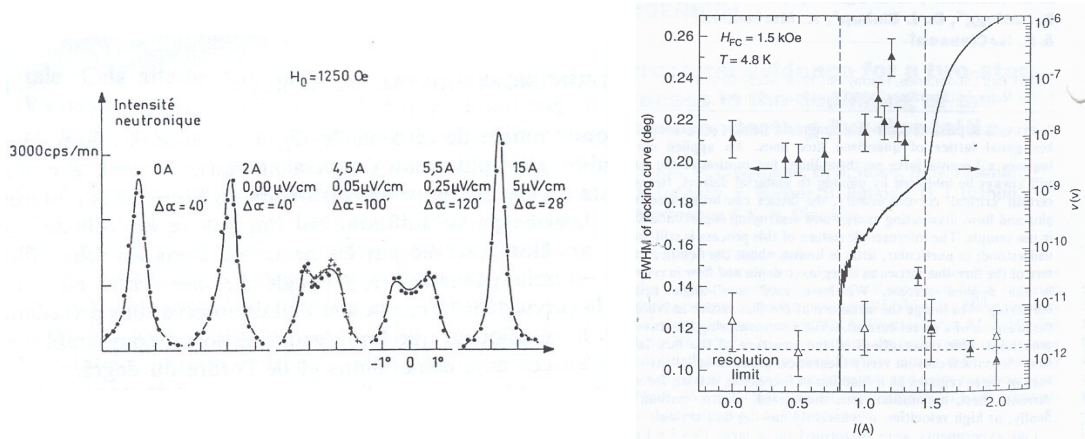


FIG. 4.3: Mesures par diffraction de neutrons aux petits angles (SANS) sur deux systèmes de réseaux de vortex. **A gauche** : "Rocking curves" sur un réseau de vortex dans un cristal de niobium : le faisceau de neutrons est parallèle aux lignes de flux. La FWHM du pic de Bragg est stable jusqu'au dépiégeage : le pic s'écroule et s'élargit montrant clairement une phase plastique. À plus fort courant, le pic devient plus fin que dans l'état piégé : c'est le réarrangement dynamique (d'après [187]). **A droite** : FWHM de la "rocking curve" ainsi que la tension en fonction du courant appliqué, dans les mêmes conditions que précédemment, dans un cristal de $2H\text{-NbSe}_2$. On peut remarquer la transition plastique représentée à la fois par une augmentation de la FWHM du pic et par le régime dit "de fluage" des vortex clairement identifié par la mesure V-I lorsque le supraconducteur commence à dissiper, *i.e.* lorsque le réseau de vortex se dépiege. On peut observer qu'à plus fort courant le système devient mieux ordonné. Le retour à courant nul montre un état "gelé", impliquant que le réseau, initialement pourvu de dislocations, se "recuit" sous courant (d'après [199]). Il est à noter que la diffraction des neutrons s'effectue le long des lignes de flux, la résolution dans le plan étant limitée : ceci implique que les auteurs n'observent pas réellement l'ordre du cristal bidimensionnel, mais le bombardement des vortex lorsqu'ils sont soumis à la force de Lorentz.

Les transitions dynamiques ont été aussi observées par diffraction de neutrons. P. Thorel *et al.* [187] ont été les premiers à mesurer par cette technique le facteur de structure d'un réseau de

¹⁵Le "peak effect" se traduit par une augmentation brutale de la force de piégeage du système lors de la montée en champ lorsqu'on se rapproche de H_{c2} : en effet, au bout d'un certain champ le module de cisaillement du cristal de vortex décroît, le système perd en énergie élastique. Cette énergie élastique Δg_1 , qui permet la cohésion du cristal (structural energy), finit par diminuer plus fortement que l'énergie de piégeage Δg_2 : l'effet de pic apparaît lorsque $\Delta g_1 < \Delta g_2$ (voir les explications de A. B. Pippard [150]) : cette anomalie n'est pas prévue par la théorie de Larkin-Ovchinnikov [198]. M. Marchevsky *et al.* [127] ont observé que deux phases de rigidité différente coexistaient dans le régime "peak effect".

vortex en mouvement dans un monocristal de niobium. Le réseau subit une transition plastique lors du dépiégeage et se réordonne à plus haute vitesse. Cette expérience a été refaite par U. Yaron *et al.* à deux reprises sur un monocristal de $2H\text{-NbSe}_2$: dans leurs premiers résultats [200], les auteurs ont observé une transition abrupte entre l'état piégé et dépiégé sans passer par une phase plastique. Le retour à courant nul montre que le système reste dans l'état où il se trouvait à grande vitesse (l'état est alors dit gelé) : T. Giamarchi et P. Le Doussal ont démontré [75] que ce phénomène provenait d'un état initial mal ordonné contenant des dislocations : la mise en mouvement du système provoquant un "recuit" du solide de vortex le débarrassant de ses dislocations. Une deuxième expérience de diffraction de neutrons combinée à une mesure précise des caractéristiques I-V a permis à U. Yaron *et al.* [199] d'identifier la phase plastique et la phase réordonnée : cependant cet état gelé est toujours présent, ceci n'apportant pas la preuve que le système ne ressent pas moins les défauts du cristal hôte lorsqu'il est en mouvement. Il aurait sans doute fallu mesurer le système à partir de cet état gelé.

En ce qui concerne les ODC, le seul résultat allant dans le sens d'une phase plastique puis d'un réarrangement à grande vitesse a été présenté par K. L. Ringland *et al.* [165], dans une vision "propagation d'un front dans un potentiel désordonné" de la dynamique des ODC. Les auteurs reprennent ici la théorie de M. Kardar *et al.* [100] : le front d'onde représenté par la phase de l'ODC est donc caractérisé par une invariance d'échelle particulière appelée auto-affinité¹⁶ décrite par un exposant de rugosité α : la fonction de différence de phase de deux fronts $g(r) \equiv \frac{1}{2}\langle[\varphi(r) - \varphi(0)]^2\rangle$ peut être décrite, par $g(r) = (\frac{r}{\xi})^{2\alpha}$ (r est la distance qui sépare deux fronts et ξ est la longueur de corrélation phase-phase transverse). K. L. Ringland *et al.* [165] ont observé, dans un cristal de NbSe_3 , que la longueur de corrélation transverse diminuait considérablement lors du dépiégeage, montrant l'augmentation du désordre de la phase plastique, puis à plus grande vitesse (jusqu'à 40 fois le champ seuil !) le système se réordonne sans jamais dépasser ni même revenir à la longueur de corrélation initiale (les mesures ont été faites à $T = 100$ K). Les auteurs ont mesuré des valeurs de l'exposant de rugosité égales à $\alpha = 0.6 \pm 0.01$ dans l'état piégé et $\alpha = 0.8 \pm 0.01$ dans l'état dépiégé. A quarante fois le champ seuil, la longueur de corrélation phase-phase transverse est encore divisée par deux par rapport à l'état piégé : cette constatation, sans une vision du système dans la direction du mouvement, suffit aux auteurs pour affirmer qu'une ODC dépiégée est toujours moins ordonnée qu'une ODC immobile. Ce résultat est donc contraire aux très nombreuses théories¹⁷ relatant d'un affranchissement des systèmes élastiques organisés en mouvement face à un potentiel désordonné. Nous allons montrer que, d'après nos mesures, cette affirmation est fautive : l'ordre dans une ODC en mouvement dépend de la direction dans laquelle on l'observe et son comportement, dans certaines conditions, reflète bien l'unidimensionalité du cristal dans lequel elle se propage.

¹⁶Une fonction est dite auto-affine lorsqu'elle est invariante par transformation affine. Cette notion est très utilisée dans le cas de la propagation d'un front (front de croissance, fracture...). Pour une introduction à cette physique voir l'article "Des interfaces dans le désordre" dans Images de la physique 2000 aux éditions du CNRS.

¹⁷Très largement majoritaires...

4.3 Mesures des longueurs de corrélation phase-phase d'une ODC

Nous allons présenter les mesures de longueurs de corrélation phase-phase longitudinale et transverse de l'ODC haute température $\mathbf{Q}_1 = (0, 0.241, 0)$, dans l'état piégé et dépiégé, effectuées à l'ESRF sur la ligne TROIKA1 (ID10). Le dispositif expérimental a été décrit au chapitre 3.1.2. Pour cette expérience, nous avons utilisé un monocristal de NbSe_3 , ne comportant *aucune* marche, de $\text{RRR} \approx 300$ et d'une excellente qualité cristallographique (voir Fig. 4.4). Sa longueur est de 3 mm et sa section de $40 \times 3 \mu\text{m}^2$. Celui-ci est monté sur un substrat de saphir de $100 \mu\text{m}$ et contacté par deux électrode de $2 \mu\text{m}$ d'or (montage ancienne méthode, voir chapitre 2.2.1). Nous avons utilisé une longueur d'onde incidente de 1.127 \AA , soit une énergie $E = 11 \text{ keV}$. L'échantillon est orienté afin que le plan $(a^* + c^*, b^*)$ coïncide avec le plan de diffusion horizontal (nous rappelons que $b^* \parallel b$ est la direction des chaînes). Nous nous sommes placés sur une partie centrale de l'échantillon afin de minimiser les risques de shift du pic satellite dû à la conversion de porteurs près des contacts. Nous avons utilisé un faisceau incident d'une largeur de $70 \mu\text{m}$.

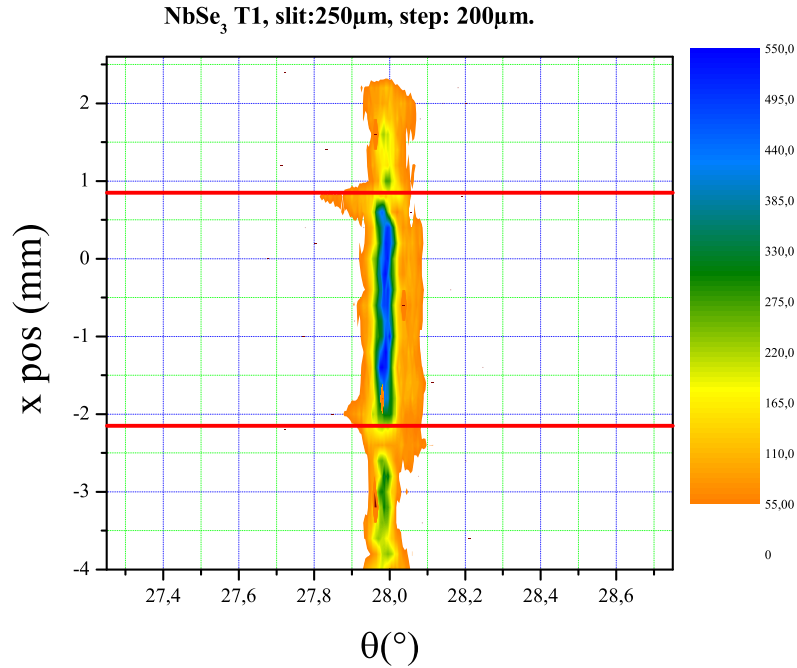


FIG. 4.4: Test de la qualité cristallographique de l'échantillon de NbSe_3 par diffraction de rayons X sur la réflexion $(0, 2, 0)$ (grâce à l'anode tournante du Laboratoire Louis Néel). Cette carte est faite grâce à des scans $\theta - 2\theta$ le long de l'échantillon (largeur de faisceau : $250 \mu\text{m}$; pas le long de l'échantillon : $200 \mu\text{m}$). L'échantillon présente une très bonne qualité cristallographique : il est constant en θ (il n'est pas courbé) et présente une grande homogénéité en intensité. Les lignes horizontales indiquent la position des contacts.

Le champ seuil défini par $E_{\text{th}} = \frac{RI_{\text{th}}}{L}$ de cet échantillon a été mesuré *in situ* : celui-ci est de 67.5 mV/cm à $T = 120 \text{ K}$ ($R = 40.5 \Omega$ et $I_{\text{th}} = 0.5 \text{ mA}$) et de 82 mV/cm à 100 K ($R = 33 \Omega$ et $I_{\text{th}} = 0.75 \text{ mA}$), respectivement.

Les pics satellites sont "fittés" par une fonction gaussienne simple. Pour obtenir des valeurs de longueurs de corrélation phase-phase, il nous a fallu déterminer la résolution expérimentale. Pour ce faire, nous avons mesuré la réflexion (2, 1, 2) car celle-ci est située à un angle de diffraction très proche de celle du satellite \mathbf{Q}_1 ($Q_1 = 2.242 \text{ \AA}^{-1}$, $Q_{212} = 2.551 \text{ \AA}^{-1}$). Nous avons pu estimer la résolution longitudinale $\Delta q_{b*} \approx 1.81 \times 10^{-4} \text{ \AA}^{-1}$ et la résolution transverse $\Delta q_{a*+c*} \approx 7.8 \times 10^{-4} \text{ \AA}^{-1}$. Nous avons pu calculer la longueur de corrélation phase-phase en décorrélant la valeur de la FWHM du satellite avec celle de la résolution en utilisant la définition de la longueur de corrélation :

$$\xi_{\parallel,\perp} = \frac{1}{\sqrt{\left(\frac{\text{FWHM}_{\parallel,\perp}}{2}\right)^2 - \left(\frac{\text{FWHM}_{\text{resol}}}{2}\right)^2}} \quad (4.9)$$

avec ξ_{\parallel} la longueur de corrélation phase-phase longitudinale et ξ_{\perp} la longueur de corrélation phase-phase transverse. Les résultats que nous présentons ont donc été vus dans un échantillon d'excellente qualité cristallographique et électrique : les effets du courant sur l'ODC ont été observés à différentes positions au centre de l'échantillon, montrant ainsi une très bonne reproductibilité de ces résultats sur ce cristal.

4.3.1 Longueurs de corrélation phase-phase longitudinale

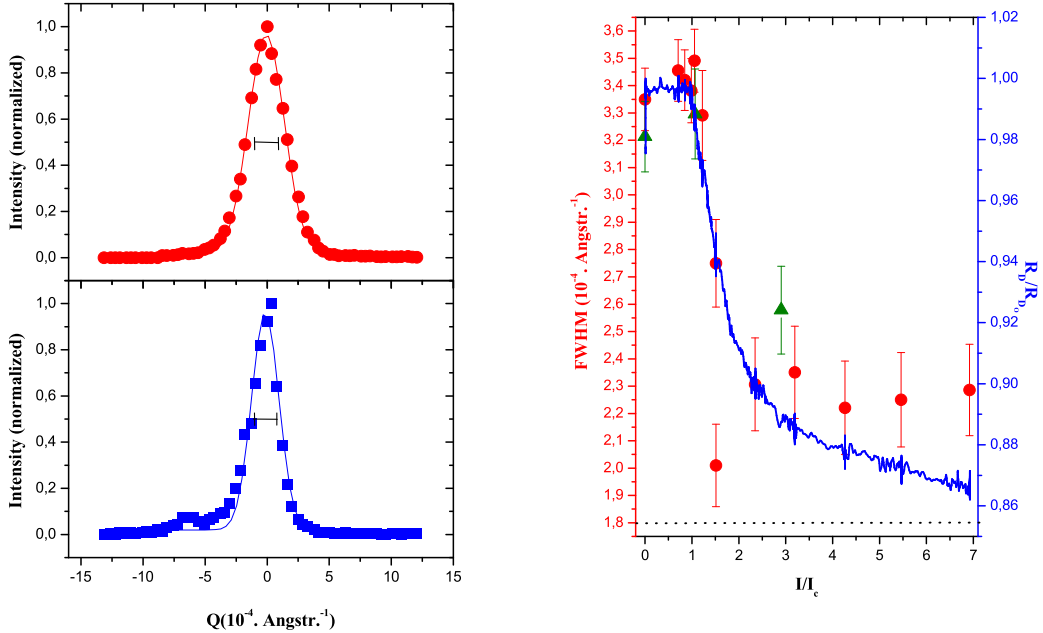


FIG. 4.5: **A gauche** : Profil du pic satellite longitudinal normalisé pour $I = 0 \text{ mA}$ (en haut) et pour $I = 3I_{th}$ (en bas) à $T = 100 \text{ K}$ (la barre horizontale représente la résolution expérimentale). **A droite** : FWHM du pic satellite longitudinal (cercles et ronds pleins) et la résistance différentielle normalisée (courbe bleue) fonction du courant normalisé par le courant seuil I_{th} . Les cercles rouges représentent la FWHM du satellite pour les valeurs croissantes du courant (de $I = 0$ à $I = 7I_{th}$) et les triangles, la FWHM du satellite pour les valeurs décroissantes du courant (de $I = 7I_{th}$ à $I = 0$). Les barres d'erreurs sont obtenues à partir des fits gaussiens des pics. La ligne en pointillés représente la résolution expérimentale.

La forme du pic satellite longitudinal dans l'état piégé ($I=0$; en haut) et dans l'état dépiégé ($I=3I_{th}$; en bas) est présentée Fig. 4.5. A courant nul, la largeur à mi-hauteur (que l'on notera FWHM) est de $3.4 \times 10^{-4} \text{ \AA}^{-1}$. Pour comparaison la FWHM de la réflexion de Bragg $(0, 2, 0)$ est de $2.171 \times 10^{-4} \text{ \AA}^{-1}$. Comme on peut le voir Fig. 4.5 à gauche, la FWHM du pic satellite longitudinal dans l'état dépiégé est, de manière très nette, bien plus petite que dans l'état piégé. La variation de la FWHM du satellite et de la résistance différentielle normalisée en fonction du courant normalisé par rapport au courant seuil est représentée Fig. 4.5 à gauche. On observe que la FWHM du satellite est stable jusqu'au seuil, puis décroît brutalement : à plus fort courant celle-ci reste stable. La courbe $\frac{dV}{dI} - I$ est constante jusqu'au seuil (régime ohmique) puis décroît soudainement (régime non-linéaire dû au surcroît de courant apporté par la mise en mouvement de l'ODC). Nous sommes allés jusqu'à une valeur de courant de $7I_{th}$.

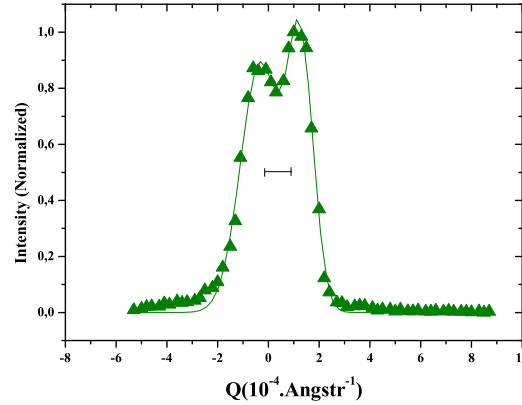


FIG. 4.6: FWHM du pic satellite longitudinal au moment du dépiégeage, *i.e.* pour $I = 1,5I_{th}$. La barre horizontale représente la valeur de la résolution expérimentale dans la direction longitudinale. Le satellite n'est pas vraiment élargi, mais se sépare en deux pics.

La Fig. 4.6 montre le profil du pic satellite au moment du dépiégeage : celui-ci est séparé en deux parties. Nous avons obtenu une valeur de la longueur de corrélation phase-phase le long du mouvement $\xi_{||}$: celle-ci passe de $0.8 \pm 0.1 \mu\text{m}$ dans l'état piégé à $1.6 \pm 0.1 \mu\text{m}$ à la plus haute valeur de courant (*i.e.* $7I_{th}$).

4.3.2 Longueurs de corrélation phase-phase transverse

Nous présentons ici des mesures des longueurs de corrélation phase-phase transverse, *i.e.* suivant la direction $a^* + c^*$ ¹⁸. Ces résultats sont présentés Fig. 4.7 ont été mesurés alternativement avec la direction longitudinale vue au chapitre précédent. On peut observer que la largeur du satellite reste stable jusqu'au dépiégeage, puis augmente brutalement ($\times 2,5$). Elle atteint un maximum vers $I \approx 2,5I_{th}$ (voir la Fig. 4.7 à gauche) puis diminue plus lentement jusqu'à $I = 7I_{th}$ pour

¹⁸C'est la direction transverse au mouvement de l'ODC.

atteindre une largeur de 1,3 fois celle de la valeur de FWHM du satellite dans l'état piégé (FWHM en \AA^{-1}). Le retour à courant nul s'effectue en passant par un maximum à peu près équivalent à celui de la montée en courant puis rediminue : le satellite ne reprend pas sa forme initiale à son retour à courant nul, il reste plus large (1,5 fois la largeur du pic initial, voir Fig. 4.7 à droite). Après déconvolution par la résolution instrumentale, la longueur de corrélation phase-phase passe donc de $0,320 \mu\text{m}$ dans l'état piégé à $0,120 \mu\text{m}$ à $I \approx 2,3I_{\text{th}}$, puis à $0,190 \mu\text{m}$ à $I = 7I_{\text{th}}$ et revient à $0.156 \mu\text{m}$ au retour à courant nul.

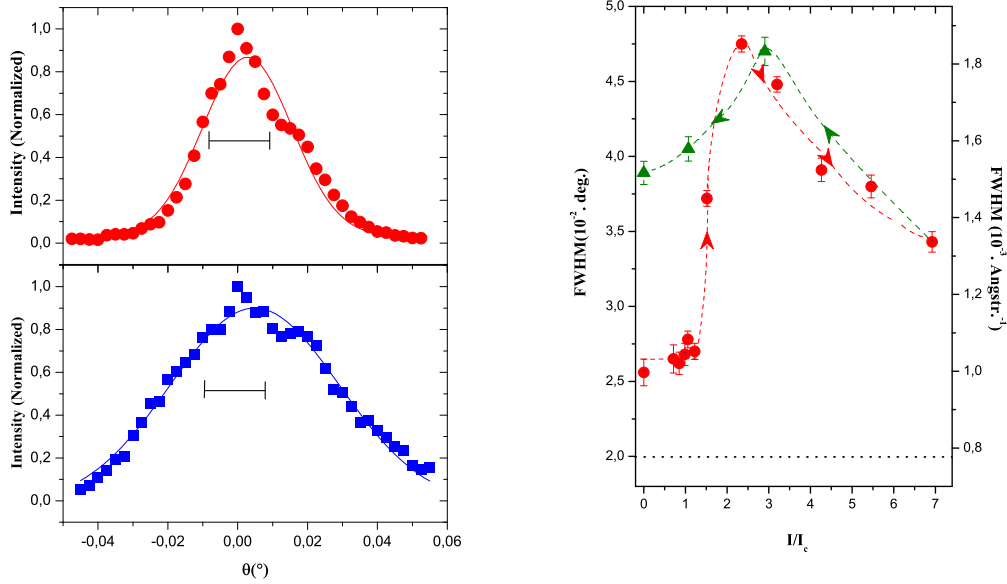


FIG. 4.7: **A gauche** : Profil du pic satellite transverse pour $I = 0$ mA (en haut) and for $I = 2,5I_{\text{th}}$ (en bas) à $T = 100$ K (La barre horizontale représente la résolution expérimentale). **A droite** : FWHM du pic satellite transverse en fonction du courant normalisé au courant seuil I_{th} . Les barres d'erreurs proviennent des fits gaussiens. La ligne en pointillés sert de guide pour les yeux. La ligne horizontale représente la résolution expérimentale.

4.3.3 Discussions et réflexions sur la dynamique des systèmes électroniques organisés

Nous avons pu observer le comportement du pic satellite dans les directions longitudinale et transverse au mouvement de l'ODC. Nous avons montré que le système, dans le sens du mouvement, devenait plus ordonné à grande vitesse que dans l'état piégé : à courant nul, la longueur de corrélation phase-phase longitudinale est de $0,8 \mu\text{m}$: celle-ci reste constante jusqu'au seuil, tout comme la résistance différentielle $\frac{dV}{dI} - I$, montrant que l'ODC n'est pas en mouvement. Aucun signe de la phase de creep n'est observable.

Au moment du dépiégeage, le pic satellite s'élargit et se sépare en deux pics distincts : ici, le fait d'obtenir ce splitting aurait tendance à montrer une phase bimodale, tel que M. C. Faleski *et al.* l'ont observé dans leurs simulations sur la dynamique d'un réseau de vortex, lorsque le système est proche du dépiégeage. Ce double pic serait la preuve que l'ODC se déchire lors du dépiégeage en deux parties suffisamment rigides pour ne pas réellement subir la phase plastique prévue dans

la plupart des théories. A grande vitesse l'ODC double sa longueur de corrélation phase-phase longitudinale, montrant que ce système possède un ordre à particulièrement grande distance : le rapport entre la longueur de corrélation ($1,6 \mu\text{m}$) et la période de l'ODC (14 \AA) dépasse les 1000.

L'ODC devient moins ordonnée transversalement au mouvement : en effet le pic satellite s'élargit dès le champ seuil. Ce comportement a déjà été observé par K. L. Ringland *et al.* [165], mais en regardant les directions a^* et c^* (notre direction transverse est $a^* + c^*$). Les longueurs de corrélation transverse sont comparables, à la différence que notre ODC possède une tendance à se réordonner à moins fort courant. La direction transverse montre donc une transition plastique : nous attribuons (de même que K. L. Ringland *et al.* [165]) cet effet au piégeage des fronts d'onde. Ce phénomène a fait l'objet d'une théorie par D. Feinberg et J. Friedel [55] dans leur modèle des déformations plastiques, exposé dans le premier chapitre de ce manuscrit.

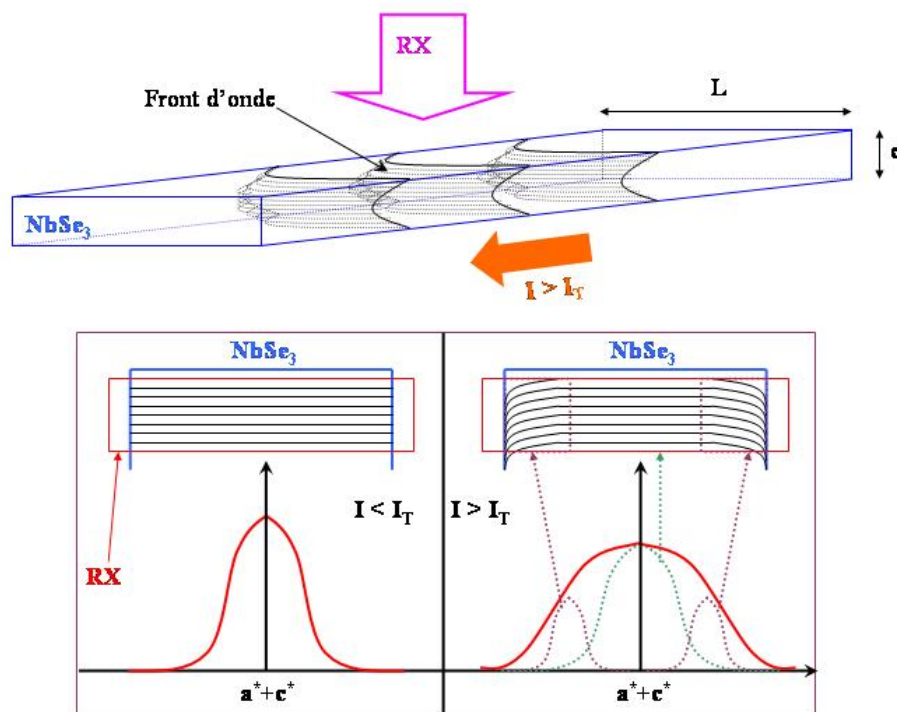


FIG. 4.8: Vue schématique du piégeage d'une ODC par les surfaces du cristal.

Il est assez simple d'illustrer ce phénomène (voir Fig. 4.8) : à courant nul, les fronts d'onde de l'ODC sont régulièrement espacés et sont tous relativement parallèles. Dans ces conditions, on obtient un pic satellite suivant une certaine géométrie de réflexion de Bragg. Lorsque le système se met en mouvement, la rugosité de surface impose un piégeage des fronts d'onde qui se bombent sous l'action du champ électrique. De ce fait, la partie du front d'onde proche des surfaces du cristal n'est plus dans la même condition de Bragg que la partie centrale, décalant ainsi, de part et d'autre du pic, une partie de l'intensité intégrée : le pic dépiégé est donc élargi. A plus grande vitesse, l'ODC ressent moins les défauts, dont ceux dus à la rugosité de surface : les plans d'onde redeviennent plus droits qu'au dépiégeage. Nous aurions pu tenter d'observer le phénomène à plus

fort courant encore et ainsi mesurer un réarrangement complet du système, l'état à fort courant subissant moins les effets du désordre. Cet effet fait penser au réarrangement vu dans les vortex [187, 199] où la diffraction des neutrons se fait suivant les lignes de flux magnétiques impliquant une visualisation de la distorsion volumique de ces mêmes lignes : lors du dépiégeage elles se courbent et subissent une déformation plastique due à l'accrochage volumique par les défauts du cristal et surfacique due à la rugosité de surface. Le système se réordonne à plus fort courant et montre une plus grande raideur des lignes de flux. T. Giamarchi et P. Le Doussal [75] ont émis une remarque, considérant que ces mesures de diffraction de neutrons révélaient une preuve de l'augmentation de l'ordre translationnel (formation de canaux le long du mouvement) lors du recuit sous courant du réseau de vortex¹⁹ montrant ainsi un réarrangement dynamique dans le sens du mouvement.

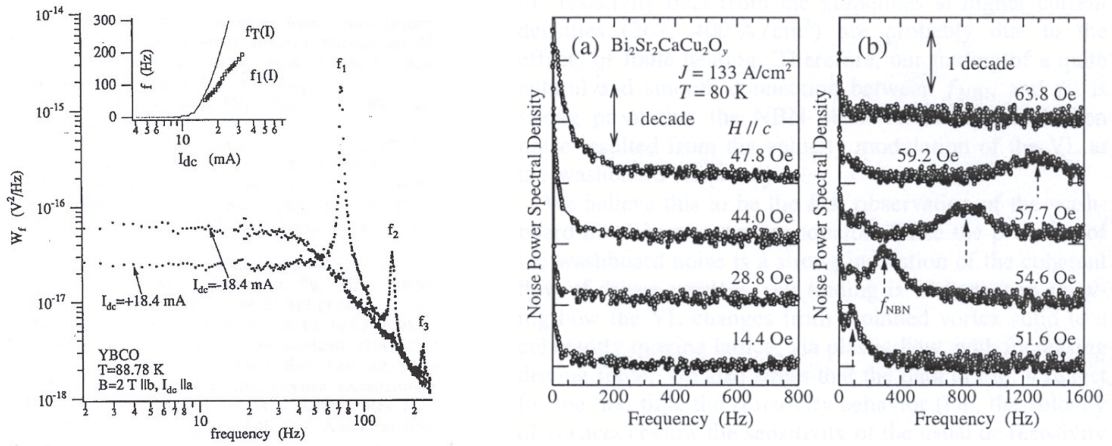


FIG. 4.9: Deux détections du NBN dans deux systèmes différents de vortex. **A gauche** : dans un cristal de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ par G. D'Anna *et al.* [44]. On peut observer un bon signal (Q assez élevé), mais détectable selon une seule polarisation ! Est-ce réellement un signal dû au mouvement collectif des vortex ? **A droite** : mesure du NBN dans $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_y$ par Y. Togawa *et al.* [191] : on peut voir que le signal en fonction du champ est extrêmement mauvais, montrant que le réseau de vortex possède une mauvaise cohérence temporelle.

Nous venons d'observer qu'une ODC subit moins l'effet des défauts lorsqu'elle est en mouvement. D'autres mesures de longueur de corrélation phase-phase sous mode-locking ont montré que le système en mouvement était encore mieux organisé lorsque l'ODC était synchronisée avec une radio-fréquence extérieure [12, 13, 46]. Sous mode-locking, le système possède une cohérence temporelle plus élevée. Ceci tend à montrer qu'un système possédant une bonne cohérence temporelle possède aussi une bonne cohérence spatiale. Une ODC a donc une bonne cohérence temporelle (NBN, mode-locking) et une bonne cohérence spatiale dans la direction du mouvement.

A contrario, les cristaux de vortex montrent une bien pauvre cohérence temporelle : les premières mesures de NBN dans un réseau de vortex ont été faites par G. D'anna *et al.* [44], révélant une anisotropie du NBN dépendant de la polarité. On peut légitimement émettre des commentaires à propos de ces résultats : le matériau utilisé possédant des propriétés supraconductrices

¹⁹Evacuant ainsi les dislocations du système.

anisotropes et une structure de vortex en "pancakes" [28], il est possible que d'autres effets²⁰ entrent en jeu par rapport à un système plus simple comme les supraconducteurs à basse température critique. Y. Togawa *et al.* [191] ont eux aussi détecté du NBN dans un whisker de $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_y$. Comme pour [44], le signal est très dépendant des échantillons ainsi que de la polarité du courant appliqué. A. Maeda *et al.* [123] arrivent à la conclusion que le NBN pourrait être généré soit dans le volume de l'échantillon, la densité de vortex variant avec la présence de défauts, soit par les surfaces du cristal (plus plausible selon eux pour expliquer l'asymétrie en polarité du NBN).

Si le NBN est la signature de l'interaction d'un système électronique organisé en mouvement, pourquoi est-il si délicat à détecter dans les vortex ? Alors qu'il est "aisément" détectable dans les ODC. Pourquoi le mode-locking (ou sa version Shapiro step) est-il détecté depuis fort longtemps dans les vortex (A. T. Fiory en 1971 [56]) ? On peut considérer que lorsque le réseau de vortex se déplace, il passe d'une symétrie orientationnelle à une symétrie translationnelle le long du mouvement : les vortex sont dans un état plus ou moins liquide à l'intérieur de ces canaux [18, 51]. Cet état liquide serait la cause de la pauvre cohérence temporelle du réseau de vortex et donc de la difficile détection du signal. De plus, le pas du réseau est beaucoup plus grand que celui des ODC, impliquant une gamme de fréquence du signal beaucoup plus basse (on rappelle que $f_{\text{NBN}} = \frac{\langle v \rangle}{a}$ où $\langle v \rangle$ est la vitesse de l'ODC et a la périodicité de l'onde [135]) : ce signal basse fréquence est en général plus compliqué à mesurer, à cause de la présence de bruit en $\frac{1}{f}$ par exemple. On peut aussi émettre l'idée que contrairement aux ODC, où un front d'onde occupe toute la section de l'échantillon et interagit forcément avec les défauts du cristal de façon régulière, les vortex eux interagissent individuellement avec les défauts. De plus, il faut sans doute que le système soit d'une certaine rigidité, tout comme les ODC dont la rigidité dépend de la température²¹. Il est sans doute possible de détecter le NBN dans des conditions de température et de champ très précises.

Qu'en est-il pour les cristaux de Wigner soumis au désordre dans les hétérostructures de GaAs/ $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$? Mis en évidence pour la première fois par mesure de la fréquence de piégeage²² par E. Y. Andrei *et al.* [9]. D'après leur mesures de fréquence de piégeage, P. D. Ye *et al.* [201] ont calculé des longueurs de corrélation²³ dans l'état piégé de l'ordre de quelques centaines de nanomètres. Cependant, personne n'a jamais mesurer de NBN dans ces structures : ce système possède pourtant des caractéristiques très proches des ODC (caractéristique $\frac{dV}{dI}$ - I du dépiégeage du système et mesure du BBN [82]). Un très faible signal de mode locking a été mesuré par Y. P. Li *et al.* [121] : les auteurs ont pour explication que les longueurs de corrélation dans leurs

²⁰Comme le couplage Josephson entre les différents plans de CuO.

²¹La rigidité est régie par le nombre de porteurs condensés en ODC.

²²Cette fréquence correspond au mouvement du solide de Wigner autour d'une position d'équilibre [9, 24, 201]. Celle-ci est mesurable par excitation micro-onde : le spectre obtenu peut alors montrer une fréquence de résonance correspondant à la fréquence de piégeage du cristal électronique.

²³En fonction du remplissage des niveaux de Landau.

échantillons sont très faibles (environ dix fois le pas du réseau!). On peut ajouter qu'il n'est pas possible d'avoir accès au facteur de structure par diffraction de rayons X du fait de la trop faible concentration d'électrons²⁴. De plus les mesures de transport sont très délicates dans ces structures à cause des températures de travail très basses (quelques dizaines de milli-kelvin). Il est donc difficile de conclure quant à la nature de la dynamique des cristaux de Wigner dans les semiconducteurs compte tenu des connaissances actuelles.

Récemment, une nouvelle phase, prédite d'abord par la théorie [63, 131], a été détectée dans ces hétérostructures : le cristal de bulles et de lignes d'électrons [41, 118, 39, 40] dans l'état de Reentrant Integer Quantum Hall Effect²⁵. Déjà mis en évidence par les mesures de transport [41] (les mesures I - V montrant une transition isolant-conducteur), des mesures de fréquences de piégeage [118], K. B. Cooper *et al.* [40] ont réussi à détecter le NBN et le BBN, ainsi que l'état de mode locking²⁶. Mais la fréquence très basse du signal²⁷ ainsi que la non linéarité de la fréquence en fonction du courant appliqué²⁸ signifierait que ce signal pourrait être d'une autre nature que le NBN détecté dans les ODC. On peut ajouter qu'aucune mesure des longueurs de corrélation dans l'état piégé n'est disponible dans cette nouvelle phase.

Comme on peut le voir, il est très difficile de généraliser le comportement dynamique des cristaux électroniques, ceux-ci possédant leurs caractéristiques propres. Il semblerait que les ODC, de part leur très grande longueur de corrélation, fassent partie des systèmes électroniques les mieux ordonnés. Les données sur les vortex sont très nombreuses mais ce système 2D, ayant une longueur de corrélation dans la troisième dimension, possède une dynamique complexe. Les cristaux de Wigner possèdent une dynamique encore très mal connue de part la difficulté des mesures dans ce genre de système. Quant à cette nouvelle phase de bulle d'électrons, il reste sans doute de nombreuses études à mener afin de comprendre son comportement dynamique.

4.3.4 Controverse ?

Nos résultats [45, 46] ont fait l'objet de commentaires de la part de l'équipe de R. E. Thorne *et al.* [188], de l'université de Cornell, USA. Leurs reproches sont basés sur trois points :

- nos valeurs de longueurs de corrélation sont faibles par rapport à celles mesurées par D. DiCarlo *et al.* [50] (un facteur quatre à peu près), ce qui implique une mauvaise qualité de l'échantillon²⁹. Rappelons que leurs mesures de la longueur de corrélation phase-phase suivant b^* résultent d'extrapolations et que celles-ci ont été "mesurées" à $T < 90$ K (voir chapitre 4.2.1). Comme on peut le remarquer, cet échantillon est d'une qualité cristallogra-

²⁴Contrairement aux ODC, la transition de Wigner n'est pas une transition structurale.

²⁵Cet effet implique que le système est dans une phase isolante pour des valeurs de remplissage des niveaux de Landau compris entre $\frac{1}{4}$ et $\frac{3}{4}$.

²⁶Données non publiées.

²⁷On devrait s'attendre à des fréquences de l'ordre du MHz [40].

²⁸Rappelons que la fréquence du NBN est linéaire par rapport au courant d'ODC dans nos systèmes [135].

²⁹Rappelons que cet échantillon nous a été fourni par R. E. Thorne lui-même!

phique assez remarquable et il est, de ce fait, peu probable que nos données soient faussées par la présence d'un quelconque désordre présent dans l'échantillon. Rappelons que nous avons observé une augmentation de la longueur de corrélation sur 8 des 11 positions mesurées au centre de l'échantillon.

- L'effet contraire a été observé par M. Sutton *et al.* [182] : les auteurs ont utilisé la technique de spectroscopie de fluctuations de rayons X (XIFS) basée sur les propriétés de cohérence du speckle (voir chapitre 3.4). Au contraire de nos résultats, ils déduisent de leurs mesures que le système se désordonne lorsqu'il est en mouvement, que ce soit dans la direction longitudinale ou transverse. Ils ont observé un échantillon dont la cohérence était de la taille de leur faisceau, soit 10 μm , soit une cohérence dix fois supérieure à notre échantillon. Le but de notre expérience est l'observation de l'effet du désordre sur un système organisé : si celui-ci est déjà parfait, il semble logique qu'il soit difficile d'observer une augmentation des longueurs de corrélation lorsque le système est en mouvement. On est à même de se demander pourquoi cette équipe n'a jamais mesuré les longueurs de corrélation phase-phase longitudinale en utilisant une technique de diffraction classique telle que nous l'avons fait, alors qu'ils ont publié un nombre conséquent de résultats obtenus par cette même technique. Il n'en demeure pas moins que l'effet de réarrangement à grande vitesse n'est observable probablement que dans les systèmes très purs et qu'il devrait être observable par la technique de XIFS.
- Les auteurs affirment que nos mesures transverses sont très semblables à celle publiées par Y. Li *et al.* [119] concernant le déchirement d'une ODC dû à la présence de marches sur l'échantillon. Ceci signifiant que notre échantillon en est probablement pourvu : il n'en est rien. Notre échantillon ne possède pas la moindre marche. Des mesures par microscopie à force atomique (AFM) d'un échantillon bombardé par des ions lourds ont montré une rugosité de surface très faible ($< 5 \text{ \AA}$) des échantillon de NbSe_3 ³⁰ (voir [12]). Ces mesures montrent que NbSe_3 est d'une planéité remarquable. Lorsqu'un échantillon possède des marches, celles-ci sont facilement visibles en microscopie optique haute-résolution.
- De plus, R. E. Thorne *et al.* mettent en doute l'efficacité de notre système de dépolarisation (voir chapitre 3.2.2) qui selon eux ne redonne pas à l'ODC son état "vierge", mais un état d'équilibre métastable. Nous avons récemment mesuré un autre échantillon, à $T = 100 \text{ K}$, dans un état vierge, celui-ci n'ayant été soumis à aucun champ électrique depuis le passage de la transition à $T = 149 \text{ K}$. Nous avons mesuré une augmentation de la longueur de corrélation longitudinale du même ordre de grandeur que celui présenté dans ce chapitre, démontrant ainsi que cet effet n'était pas dû à un état métastable obtenu après dépolarisation mais à un effet intrinsèque aux systèmes à ODC (voir Fig. 4.10).

³⁰Ces mesures ont pu être faites grâce à O. Fruchart qui a bien voulu nous confier l'AFM du Laboratoire Louis Néel de Grenoble.

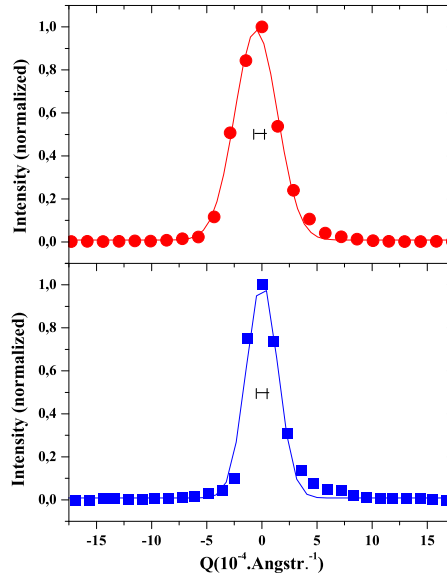


FIG. 4.10: Profil du pic satellite longitudinal normalisé pour $I = 0$ mA (en haut) et pour $I = 3I_{th}$ (en bas) à $T = 100$ K (la barre horizontale représente la résolution expérimentale) dans l'échantillon B de l'expérience du chapitre 6. La mesure a été faite lors de la première application d'un champ sur l'échantillon, après être passé sous la température de transition.

4.3.5 Conclusions

Nous avons présenté dans ce chapitre des mesures des longueurs de corrélation phase-phase dans les directions longitudinale et transverse au mouvement. Nous avons observé une augmentation de la cohérence longitudinale par opposition à une diminution de la cohérence transverse du condensat. Ces observations sont compatibles avec la plupart des théories impliquant la dynamique d'un système élastique organisé soumis au désordre. La longueur de corrélation longitudinale passe de $0.8 \pm 0.1 \mu\text{m}$ dans l'état piégé à $1.6 \pm 0.1 \mu\text{m}$ dans l'état dépiégé. L'ordre transverse est au contraire réduit : nous expliquons ce phénomène par le bombage des fronts d'onde sous courant dû au piégeage par la rugosité de surface. Nous n'avons pas détecté d'effet de polarisation de l'ODC avant le seuil de dépiégeage comme cela a déjà été observé dans le bronze bleu par mesures de transmission infrarouge [96]. Il semblerait que l'effet de creep ne soit pas détectable par mesure de diffraction de rayons X. De plus, nos mesures tendraient à montrer un dépiégeage inhomogène par blocs de l'échantillon plutôt qu'une phase réellement plastique.

Le phénomène de réarrangement à grande vitesse n'est observable que dans un système très propre, *i.e.* ne possédant pas ou peu de centres de piégeage fort. Nous avons tenté de comparer ces résultats sur les ODC aux résultats existant sur les autres cristaux électroniques et de donner des hypothèses sur les origines possibles du NBN. Nous pouvons faire le constat qu'une simple comparaison des comportements dynamiques des cristaux électroniques n'est pas triviale, chaque système possédant ses propres spécificités.

Nous pouvons conclure ce chapitre en précisant qu'une étude en température du phénomène serait souhaitable afin de mieux comprendre les relations entre la température, la raideur du système et les différentes transitions dynamiques.

DÉCOUPLAGE DYNAMIQUE DE DEUX ODC DE PÉRIODICITÉS DIFFÉRENTES

Comme nous l'avons montré dans le premier chapitre, NbSe_3 possède la particularité de subir deux transitions de Peierls. Ces deux transitions ont pour effet l'apparition de deux ODC, communément appelées \mathbf{Q}_1 et \mathbf{Q}_2 . Dans ce chapitre, nous allons présenter des résultats d'expériences menées en dessous de la température de la deuxième transition T_{C2} . Nous allons montrer que l'apparition d'une seconde ODC va changer totalement le comportement dynamique du système.

5.1 Rappels sur la transition incommensurable-commensurable

La première théorie concernant une transition incommensurable-commensurable a été présentée par W. L. McMillan [128] afin d'expliquer cette transition dite de "lock-in"¹, observée dans $2H\text{-TaSe}_2$ par D. E. Moncton *et al.* [137] (voir Fig. 5.1).

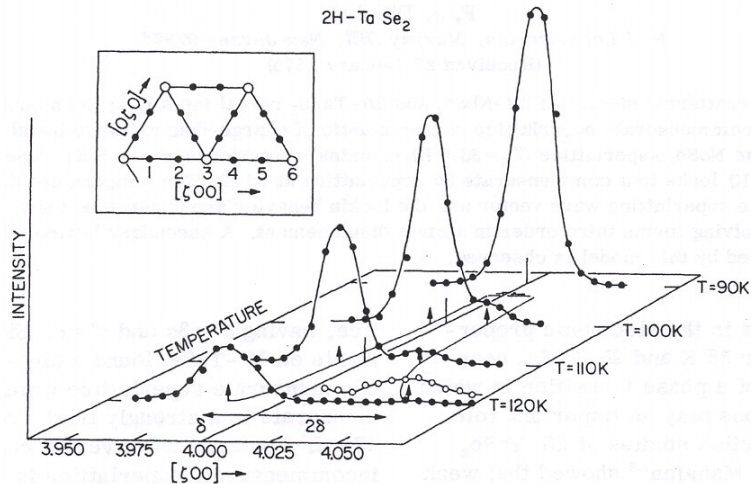


FIG. 5.1: Transition incommensurable-commensurable dans $2H\text{-TaSe}_2$ mesurée par diffraction de neutrons (voir D. E. Moncton *et al.* [137]). On peut observer les deux pics satellites dus aux deux harmoniques δ et 2δ de l'ODC incommensurable présente dans $2H\text{-TaSe}_2$ (pic indiqué par des flèches : lorsque la température baisse les deux pics se rapprochent, jusqu'à atteindre une valeur commensurable du réseau cristallin à $T = 90\text{ K}$ et se confondre en un seul.

¹ *i.e.* la transition incommensurable-commensurable.

D. E. Moncton *et al.* [137] montre que, dans $2H$ -TaSe₂, l'ODC subit une transition incommensurable-commensurable. Cette transition impose un changement dans l'expression de l'énergie libre (selon la théorie de Ginzburg-Landau) du système incommensurable, exprimée en fonction des deux paramètres d'ordre des deux harmoniques plus un terme de couplage. Une fois la transition incommensurable-commensurable passée, les deux pics ne forment plus qu'un et chacune des harmoniques contribue à son intensité : c'est le "lock-in".

NbSe₃ possède deux ODC incommensurables à basse température $\mathbf{Q}_1 = (0, 0.241, 0)$ et $\mathbf{Q}_2 = (0.5, 0.259, 0.5)$. P. A. Lee et T. M. Rice ont été les premiers à discuter de la possibilité du "lock-in" entre les deux ODC dans leur théorie du champ de dépiégeage [112] : les auteurs remarquent que bizarrement la seconde harmonique de \mathbf{Q}_1 (qu'ils appellent $2q_1$), *i.e.* le pic satellite du second ordre de la réflexion (1, 3, 1) apparaissait quasiment à la même place que la seconde harmonique de \mathbf{Q}_2 (qu'ils appellent $2q_2$), *i.e.* le pic satellite du second ordre de la réflexion (0, 2, 0) (voir [59]). Si $2q_1 + 2q_2 \simeq 1$, un terme provenant de l'énergie libre du système, va tendre à "bloquer" les phases des deux ODC. Cet effet aurait tendance à apparaître à basse température plutôt que pour une température proche de celle de la transition T_{C2} .

V. J. Emery et D. Mukamel [53] ont été les premiers à réellement établir une théorie sur le blocage des deux ODC dans NbSe₃ : dans un modèle basé sur la théorie de Ginzburg-Landau des transitions de phase, les auteurs constatent que l'addition des deux vecteurs de modulation donne une valeur commensurable avec le réseau ($2(\mathbf{Q}_1 + \mathbf{Q}_2) = (\mathbf{a}^* + \mathbf{b}^* + \mathbf{c}^*)$) et, tout comme P. A. Lee et T. M. Rice, qu'un terme dans l'expression de l'énergie libre couple ces deux ODC.

Le dernier modèle, basé sur les deux précédents, sur le "lock-in" des deux phases des ODC dans NbSe₃ est celui de R. Bruisma et S. E. Trullinger [37]. Les auteurs se basent sur une seule ODC avant d'ajouter la seconde. Ils montrent qu'un tout petit apport d'énergie suffit à rendre commensurable une ODC presque commensurable : cet apport d'énergie implique une déformation qui, elle, coûte de l'énergie : il y a alors compétition entre l'énergie de commensurabilité et l'énergie associée à la petite déformation de la phase. La minimisation de l'énergie libre donne une équation de Sine-Gordon statique. Deux cas se présente alors, suivant un paramètre dépendant de la température : soit la solution pour la phase est un réseau de solitons (voir 1.2.2), soit la solution pour la phase correspond à une valeur commensurable du réseau : c'est la transition "lock-in". Les auteurs introduisent alors la deuxième ODC et, toujours par la théorie de Ginzburg-Landau, en déduisent une valeur de l'énergie libre \mathcal{F}_2 de la seconde ODC en fonction de la première :

$$\mathcal{F}_2 \simeq \mathcal{F}_1(\Delta_1) + A_2\Delta_2^2 + B_2\Delta_2^4 + B\Delta_1^2\Delta_2^2 \cos 2(\varphi_1 + \varphi_2) \quad (5.1)$$

où \mathcal{F}_1 est l'énergie libre de la première ODC, φ_1 et φ_2 représentent les deux vecteurs de modulation des deux ODC, A et B les deux premiers termes de l'équation de Ginzburg-Landau, $\Delta_{1,2}$ les paramètres d'ordre des deux ODC. Le terme important ici est $B\Delta_1^2\Delta_2^2 \cos 2(\varphi_1 + \varphi_2)$ montrant le couplage des paramètres d'ordre de \mathbf{Q}_1 et \mathbf{Q}_2 .

De ces trois théories sur le couplage de deux ODC, un résultat important est à retenir : l'effet de couplage entre \mathbf{Q}_1 et \mathbf{Q}_2 est très faible et certainement difficilement observable dans l'état piégé [53, 37]. R. Bruisma et S. E. Trullinger [37] prévoient que l'effet pourrait être plus facilement détectable si les deux ODC sont en mouvement, le couplage dynamique étant plus fort que le couplage statique.

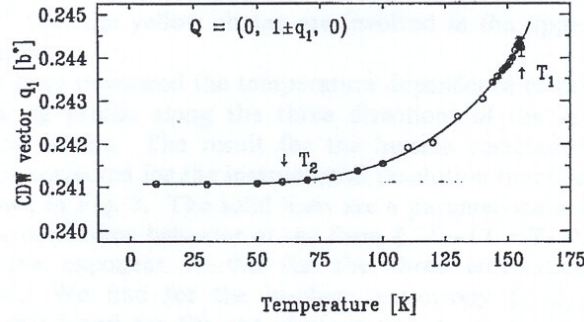


FIG. 5.2: Mesure du vecteur de modulation \mathbf{Q}_1 en fonction de la température par A. H. Moudden *et al.* [138]. Aucun effet de l'apparition de \mathbf{Q}_2 n'est visible sur \mathbf{Q}_1 .

Le premier résultat sur la possible interaction entre \mathbf{Q}_1 et \mathbf{Q}_2 provient de R. M. Fleming [58] : ces mesures de champ seuil ne montrent aucun signe de couplage entre les deux ODC du NbSe_3 , *i.e.* qu'aucune anomalie n'est visible dans la courbe des champs seuils en fonction de la température (voir Fig. 1.9). Le premier véritable résultat démontrant la phase de "lock-in" n'en est pas vraiment un, puisque celui-ci fût démenti par son auteur un an plus tard : J. C. Gill dans [77] dans une mesure de champ seuil et de conductivité montra que les deux ODC ne devenaient plus qu'une vers $T = 30\text{K}$; ce résultat fût donc démenti pour non reproductibilité des résultats [79]. J. Richard et P. Monceau [162] sont en fait les premiers à réellement interpréter leurs mesures du comportement des champs seuils en température comme une probable transition de lock-in des deux ODC : E_{th1} reste constant sous T_{C2} alors que E_{th2} augmente lorsque la température baisse et tend à rejoindre E_{th1} (qui n'est plus mesurable à $T = 40\text{K}$) si on extrapole les données. Le fait d'avoir deux champs seuils se transformant en un seul sous une certaine température rejoindrait l'idée première du "lock-in" des deux phases émise par P. A. Lee et T. M. Rice [112]. Une discontinuité dans la courbe de champ seuil $E_{\text{th1}} - T$ apporterait la preuve d'un couplage statique des deux ODC.

A contrario, les mesures de A. H. Moudden *et al.* [138] du vecteur de modulation \mathbf{Q}_1 montrent qu'à la seconde transition, *i.e.* lorsque \mathbf{Q}_2 apparaît, aucun couplage par le biais d'une anomalie sur \mathbf{Q}_1 n'est détectable : étant données les faibles variations dans les shifts des pics satellites sous courant (quelques 10^{-4}Å), il se pourrait que si variation sur \mathbf{Q}_1 il y a, elle soit inférieure à la précision des mesures de [138](voir Fig. 5.2) : cependant, ces données confirmeraient le fait que le couplage statique² des deux ODC du NbSe_3 est très faible.

²Dans le sens de la mise mouvement par un champ électrique.

Plus récemment, dans une expérience consistant à montrer les effets structuraux du switching, Y. Li *et al.* [120] ont montré qu'il existerait un couplage dynamique entre les deux ODC du NbSe₃. Cet article est basé sur les travaux de T. L. Adelman *et al.* [5] sur la dynamique à basse température et les effets de switching dans NbSe₃ : ils montrent ici que, contrairement aux mesures de R. P. Hall *et al.* [87, 88], le switching ne serait pas causé principalement par la présence de centres de piégeage ultra-forts mais par un piégeage volumique de l'ODC. Le switching apparaîtrait dans des échantillons dont la taille (épaisseur et largeur) serait de l'ordre des longueurs de corrélation transverse du système. On peut observer les mesures de $\frac{dV}{dI}$ - I tirées de T. L. Adelman *et al.* [5] sur la Fig. 5.3 (à gauche). De ces mesures, deux champs seuils apparaissent : E_T et E_T^* . On peut noter que le régime de "creep" observé par S. Lemay *et al.* [116] a été mesuré entre E_T et E_T^* .

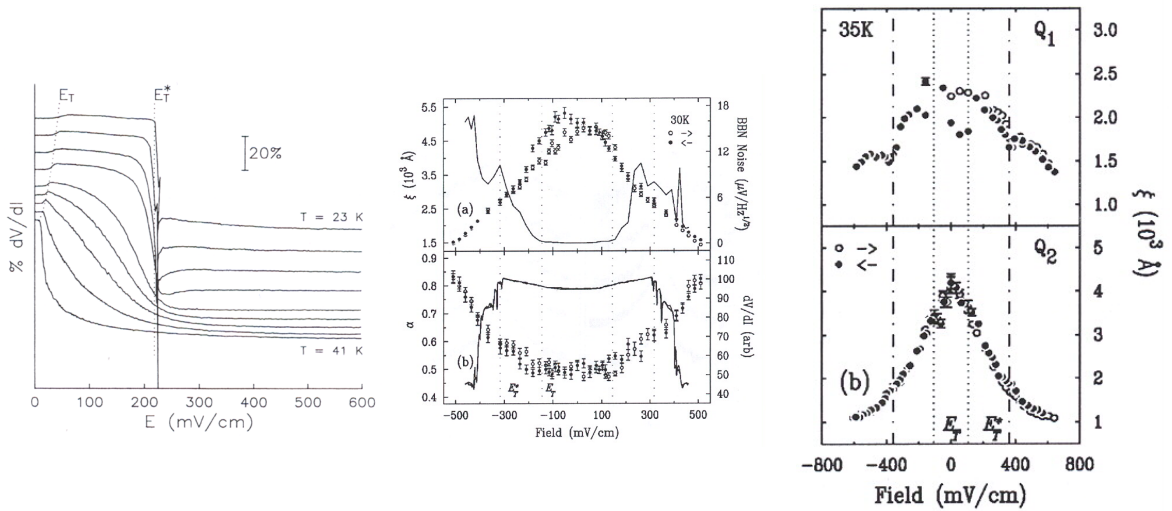


FIG. 5.3: Etude des effets structuraux du switching et couplage dynamique dans NbSe₃. **A gauche** : mesures $\frac{dV}{dI}$ -I dans le cas d'un échantillon de petite section pour $T < \frac{2}{3}T_{C2}$ (d'après T. L. Adelman *et al.* [5]) : comme on peut le constater, le champ seuil E_T subit les effets du switching au fur et à mesure de la descente en température : peut-on encore parler de champ de dépiégeage ? **Au milieu** : mesures de la longueur de corrélation phase-phase transverse ξ du satellite Q_2 (selon a*), de l'exposant de rugosité α correspondant, du signal de BBN et de la résistance différentielle $\frac{dV}{dI}$ en fonction du champ à $T = 30K$. Conformément à l'ensemble des mesures de longueur de corrélation transverse, celle-ci diminue à fort courant, à une valeur correspondant à peu près à une valeur de champ où un signal BBN est détectable définissant ainsi E_T^* . On peut remarquer l'étrange allure de la courbe de dépiégeage ($\frac{dV}{dI} \nearrow \Rightarrow$ chauffage avant E_T^* ?). **A droite** : mesures des longueurs de corrélation phase-phase transverse ξ des satellites Q_1 et Q_2 (selon a*) : on peut observer que Q_2 s'élargit instantanément, sans attendre une valeur seuil du champ. Le comportement de Q_1 reste des plus mystérieux (d'après Y. Li *et al.* [120]).

Comme on peut l'observer sur la Fig. 5.3, les deux satellites se déforment pour des valeurs de champ différentes. Il semblerait qu'un effet sur Q_1 soit détectable au champ E_T^* : selon Y. Li *et al.* , c'est le champ à partir duquel Q_1 se dépiege. Q_2 se dépiege à E_T . De ces deux constatations, les auteurs supposent que l'effet du switching proviendrait de la mise en mouvement de Q_1 et du couplage avec Q_2 . Ces explications des origines du switching paraissent peu probables, cet effet apparaissant dans des systèmes ne possédant qu'une ODC, dans le bronze bleu notamment [122]. Le couplage des deux ODC serait donc lié au switching.

5.2 Dynamique de deux ODC de périodicités différentes

5.2.1 Résultats expérimentaux

Si la dynamique d'une ODC a été beaucoup étudiée, le comportement du système à basse température est encore mal compris. Il existe des effets uniquement présents à cette échelle de température, comme le switching [204], l'effet de mémoire du signe du pulse de courant [78] ou bien la phase de creep détectée dans des échantillons de petite section.

Comme nous l'avons présenté dans le chapitre d'introduction, l'apparition de cette deuxième modulation de la densité électronique sur un autre type de chaîne, fait de NbSe_3 un matériau un peu à part. Ces deux modulations apparaissent respectivement à $T_{C1} = 145$ et $T_{C2} = 59$ K pour $\mathbf{Q}_1 = (0, 0.241, 0)$ et $\mathbf{Q}_2 = (0.5, 0.259, 0.5)$.

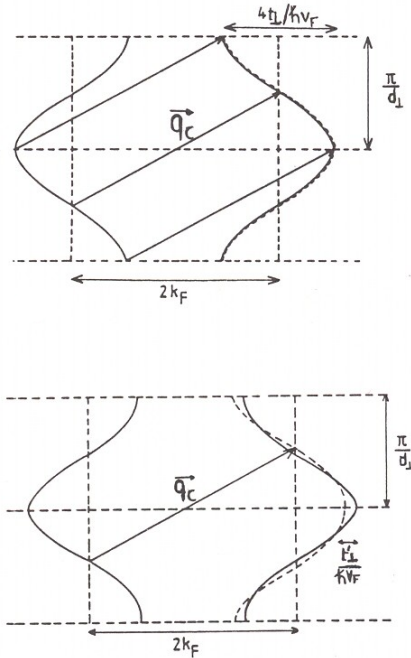


FIG. 5.4: Schéma d'une surface de Fermi d'un système quasi 1D. **En haut** : l'emboîtement des deux plans gondolés de la surface de Fermi est parfait. **En bas** : la présence de poches d'électrons et de trous rend imparfait cet emboîtement.

NbSe_3 reste métallique à basse température, sa surface de Fermi n'est que partiellement détruite. Outre le fait que les chaînes II de la maille primitive de NbSe_3 ne subissent pas de modulation [194], la raison pour laquelle le système reste métallique est que les deux plans gondolés par les interactions coulombiennes inter-chaînes de la surface de Fermi ne s'emboîtent pas parfaitement³, laissant des poches d'électrons et de trous qui rendent le matériau conducteur (voir la Fig. 5.4).

Nous avons présenté dans le chapitre 5.1, les divers résultats théoriques et expérimentaux

³Voir par exemple les travaux de J. Schäfer *et al.* [173].

provenant de la relation entre les deux vecteurs de modulation :

$$2(\mathbf{Q}_1 + \mathbf{Q}_2) \simeq (1, 1, 1) \quad (5.2)$$

Cette relation suggère qu'il existe un couplage entre les deux ODC. Les théories [112, 53, 37] ainsi que les mesures de transports de J. Richard et P. Monceau [162], de transport et de diffraction de Y. Li *et al.* [120] montreraient bien cet effet de couplage. Nous avons tenté d'observer ce couplage par des mesures couplées de transport et de diffraction. Nous allons présenter les résultats de deux expériences effectuées à l'ESRF sur la ligne de lumière TROIKA (ID10). Nous avons utilisé une longueur d'onde incidente de 1.163 Å ($E = 10.66$ keV). Nous avons choisi la même orientation de l'échantillon que l'expérience décrite dans le chapitre 4 [45] et une taille de faisceau de 200 μm . Nous avons mesuré deux échantillons provenant de "batch" différents : l'échantillon \mathcal{A} de section 35 μm x 3 μm et de RRR ≈ 90 et l'échantillon \mathcal{B} de section 15 μm x 3 μm et de RRR ≈ 160 . Ces échantillons ont été choisis sans marche et testés cristallographiquement et électriquement avant les expériences au synchrotron. Ces cristaux sont montés sur des substrats de silicium décrit au chapitre 2 (ici la membrane de silicium a une épaisseur de 40 μm). L'échantillon \mathcal{A} possède deux contacts non-perturbatifs de 5 μm et distants de 2.5 mm, alors que l'échantillon \mathcal{B} possède quatre contacts non-perturbatifs (deux injections de courant I_+ et I_- distants de 6.5 mm, et deux contacts de tension distants de 2.5 mm et placés à 2 mm de I_+ et I_-).

Afin de pouvoir observer le comportement réel des satellites, nous avons choisi de traiter les données brutes en cartographie tridimensionnelle. Le nombre de pics satellites par polarité pour former ces cartes 3D varie de 18 à 30 scans. Le courant appliqué est normalisé par le courant seuil déterminé par les mesures de résistance différentielle. L'intensité de tous les pics de Bragg traités est normalisée par le courant de l'anneau du synchrotron⁴. On peut ajouter qu'une procédure de dépolarisation est effectuée à la fin de chaque montée et descente en courant afin de retrouver l'état vierge du système.

La Fig. 5.5 montre les formes des shifts des pics satellites \mathbf{Q}_1 et \mathbf{Q}_2 dans la direction longitudinale (selon b^*) en fonction du courant appliqué normalisé par le courant seuil pour l'échantillon \mathcal{A} à $T = 45$ K. Le shift du pic satellite est défini dans l'espace réciproque comme la différence entre la position du pic satellite avec courant et sans courant ($q(x) = Q(x) - Q_0$). Si le shift est positif, l'ODC est comprimée, s'il est négatif, l'ODC est étirée. Rappelons que pour $T > T_{C2}$, \mathbf{Q}_1 peut "shifter" seulement à cause du phase slip dû à la conversion des porteurs à proximité des électrodes [159, 32] ou bien proche d'un défaut macroscopique [164].

Nous avons mesuré un effet du courant sur les deux satellites \mathbf{Q}_1 et \mathbf{Q}_2 en sondant une partie centrale, sans défaut, de l'échantillon. Le courant croît jusqu'au champ seuil $I_{\text{th}2}$ (défini par la courbe de dépiégeage classique) et \mathbf{Q}_2 se dépiege à la valeur $I_{\text{th}2} = 1$ mA, soit $E_{\text{th}2} = 115$

⁴En effet le courant peut varier de 200 mA à 120 mA en une douzaine d'heures suivant le mode de fonctionnement du synchrotron : ceci implique qu'un nombre moins important de photons arrive sur l'échantillon, il est alors nécessaire de normaliser les données lorsque les mesures sont longues.

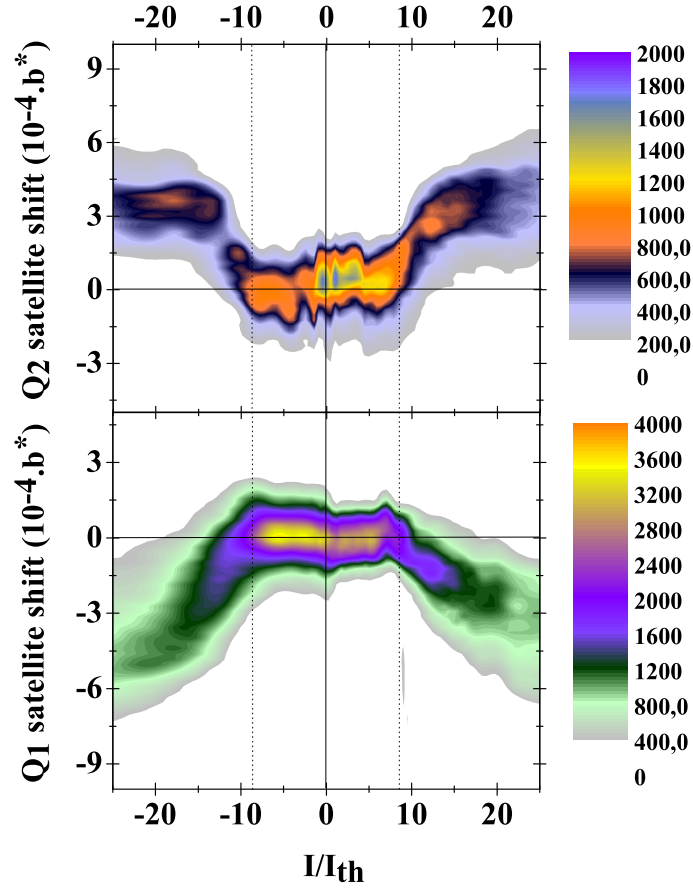


FIG. 5.5: Cartographie de Q_1 et Q_2 sous courant pour l'échantillon \mathcal{A} à $T = 45$ K : **en haut** : shift de Q_2 en fonction du courant normalisé. **en bas** : shift de Q_1 en fonction du courant normalisé. La ligne horizontale en pointillé et les deux lignes verticales en pointillé correspondent respectivement à la position de shift nul et à la position du nouveau seuil de dépiégeage E_{th}^* . Ce champ est en fait E_{th1} le seuil de dépiégeage de Q_1 (voir les mesures de BBN).

mV/cm. Au-dessus de T_{C2} , le pic satellite longitudinal Q_1 change de forme au champ seuil E_{th1} (voir chapitre 4 et [45]). Ici, *i.e.* sous T_{C2} , le comportement des satellites Q_1 et Q_2 ne change pas de manière significative jusqu'à la valeur de $I_{th}^* = I/I_{th2} \approx 9$: à partir de cette valeur de courant, les largeurs des deux satellites augmentent dans les deux directions longitudinale et transverse, et un shift significatif des pics longitudinaux apparaît. Nous avons mesuré ce shift jusqu'à la valeur $I/I_{th2} \approx 26$: le signe du shift de Q_1 (négatif) est opposé à celui de Q_2 (positif). Il est à noter qu'en polarité négative, le signe du shift est le même qu'en polarité positive pour les satellites Q_1 et Q_2 . Le shift de Q_1 ($\approx -4 \cdot 10^{-4} b^*$) semble être compensé par celui de Q_2 ($\approx +4 \cdot 10^{-4} b^*$). Cet effet a été observé à une autre position dans une partie centrale de l'échantillon \mathcal{A} .

La Fig. 5.6 montre le résultat obtenu par le même type de mesures sur une partie centrale de l'échantillon \mathcal{B} à $T = 50$ K, lors d'une seconde expérience sur TROIKA à l'ESRF⁵. Le dé-

⁵Les conditions de mesures sont les mêmes que précédemment.

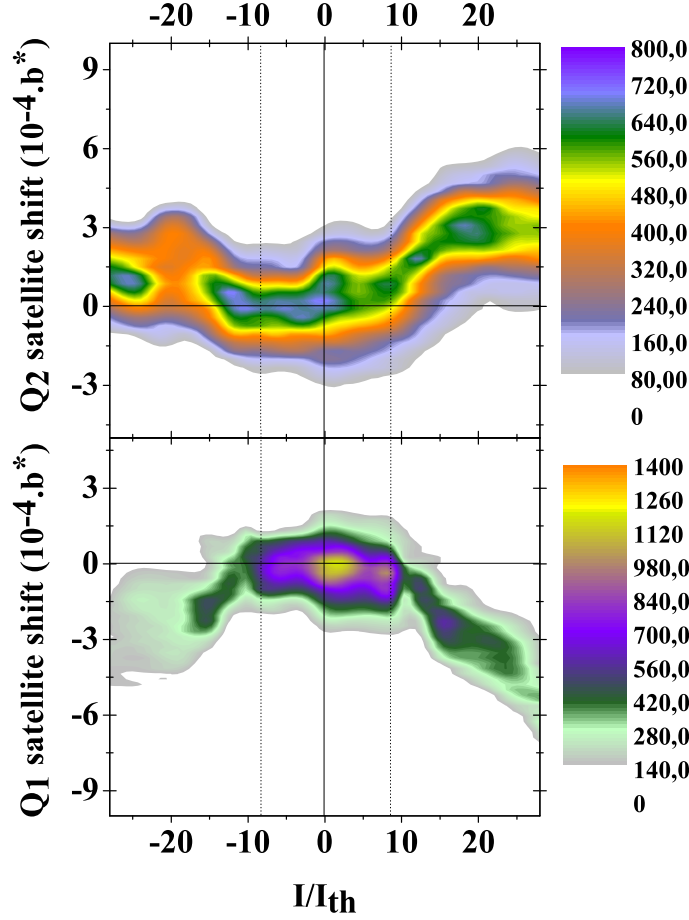


FIG. 5.6: Cartographie de \mathbf{Q}_1 et \mathbf{Q}_2 sous courant pour l'échantillon \mathcal{B} à $T = 50$ K : **en haut** : shift de \mathbf{Q}_2 en fonction du courant normalisé. **en bas** : shift de \mathbf{Q}_1 en fonction du courant normalisé. La ligne horizontale en pointillé et les deux lignes verticales en pointillé correspondent respectivement à la position de shift nul et à la position du nouveau seuil de dépiégeage I_{th}^* est en fait I_{th1} le seuil de dépiégeage de \mathbf{Q}_1 (voir les mesures de BBN).

piégeage de \mathbf{Q}_2 intervient au seuil $I_{th2} = 0.1$ mA, soit $E_{th2} = 30$ mV/cm. Nous avons observé, sur l'échantillon \mathcal{B} , le même comportement pour les deux ODC que sur l'échantillon \mathcal{A} , *i.e.* des shifts antagonistes pour les satellites \mathbf{Q}_1 et \mathbf{Q}_2 pour une valeur de seuil $I_{th}^* = I/I_{th2} \approx 9$. Les shifts sont cependant moins symétriques pour des polarités différentes sur l'échantillon \mathcal{B} que sur l'échantillon \mathcal{A} : mais le shift de \mathbf{Q}_1 est bien compensé par celui de \mathbf{Q}_2 , comme nous l'avons vu pour le premier échantillon. Cet effet a été mesuré à d'autres positions le long de l'échantillon.

Lorsqu'on tente de mesurer le champ de dépiégeage autour de la température de transition, se pose le problème de l'apparition de la seconde ODC. Comme on peut le voir sur la figure 5.7, le champ seuil I_{th1} de \mathbf{Q}_1 se fait de plus en plus difficile à détecter au profit de l'apparition du champ seuil I_{th2} de \mathbf{Q}_2 . Afin de mesurer ces deux champs seuils, à la manière de R. M. Fleming [58], nous avons procédé à des mesures de BBN. De plus, ces mesures pourraient permettre d'identifier ce nouveau seuil à partir duquel les deux satellites changent de position dans l'espace réciproque.

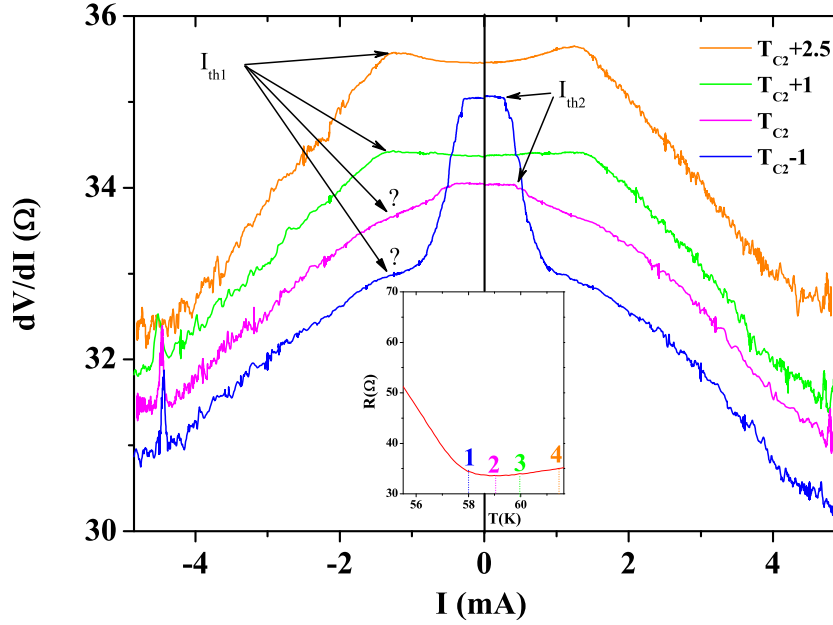


FIG. 5.7: Mesure des courbes de dépiégeage *in situ* autour de T_{C2} sur l'échantillon B .

Nous avons donc procédé à des mesures de BBN *ex situ* sur l'échantillon B . La Fig. 5.8 montre le signal BBN (mesuré avec une largeur de bande spectrale de 1 Hz - 1 kHz et un gain 1000) et la mesure *in situ* de la résistance différentielle en fonction du courant appliqué. Nous pouvons observer un premier saut dans le signal BBN dû au dépiégeage de Q_2 (et ce à la même valeur seuil mesurée sur la courbe $\frac{dV}{dI} - I$) et un second saut à la valeur de courant correspondant aux mouvements simultanés de Q_1 et Q_2 dans l'espace réciproque. Ce second signal a déjà été détecté par R. M. Fleming [58] en utilisant la même technique de mesure de bruit : ce second saut a été imputé au dépiégeage de Q_1 . De ce fait, $I_{th}^* = I_{th1}$.

Nous avons tracé le comportement des deux champs seuils en fonction de la température sur la Fig. 5.9 : le changement de direction de E_{th1} , qui croît exponentiellement au dessus de T_{C2} , semble montrer que Q_1 soit influencée par l'apparition de Q_2 . Ce résultat est contraire aux mesures de R. M. Fleming [58], mais est en accord avec les mesures de J. Richard et P. Monceau [162] et l'idée d'un couplage entre les deux ODC du $NbSe_3$.

5.2.2 Interprétations et modèle : vers un transfert de charge par découplage

Grâce à ces mesures nous avons pu identifier que ce nouveau champ seuil s'avère être le seuil de dépiégeage de Q_1 , *i.e.* I_{th1} . La combinaison des mesures de diffraction, de transport et de BBN nous ont permis d'identifier clairement un effet dû au dépiégeage de Q_1 sur les deux ODC du $NbSe_3$: les mesures de diffraction de rayons X ont mis en évidence un transfert de charge entre

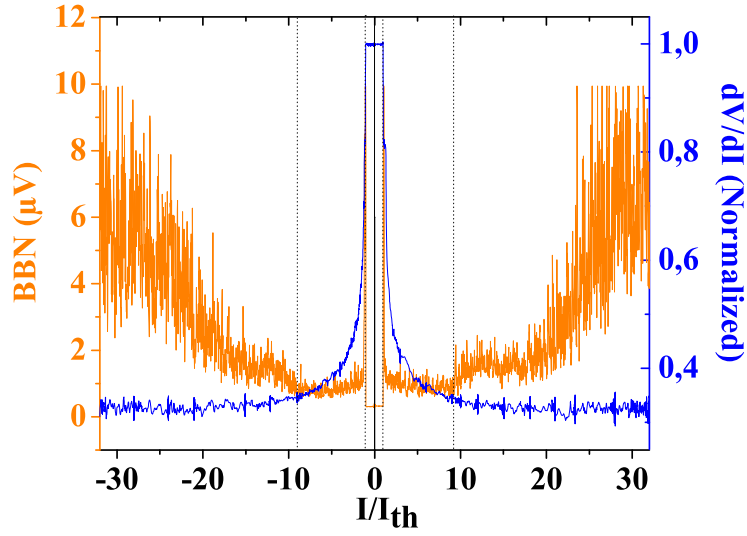


FIG. 5.8: Mesures de dépiégeage et de BBN au dessous de T_{C2} : le signal de BBN (courbe orange) et la résistance différentielle (courbe bleue) en fonction du courant appliqué normalisé au courant seuil I_{th2} à $T = 50$ K mesuré sur l'échantillon \mathcal{B} . On peut observer deux seuils de dépiégeage : E_{th1} , champ seuil à partir duquel Q_1 se met en mouvement, est visualisable sur la courbe de dépiégeage classique et sur la mesure de BBN (premier saut) ; le second seuil E_{th1} est mesuré à partir du second saut du signal de BBN : ce seuil correspond au dépiégeage de Q_1 .

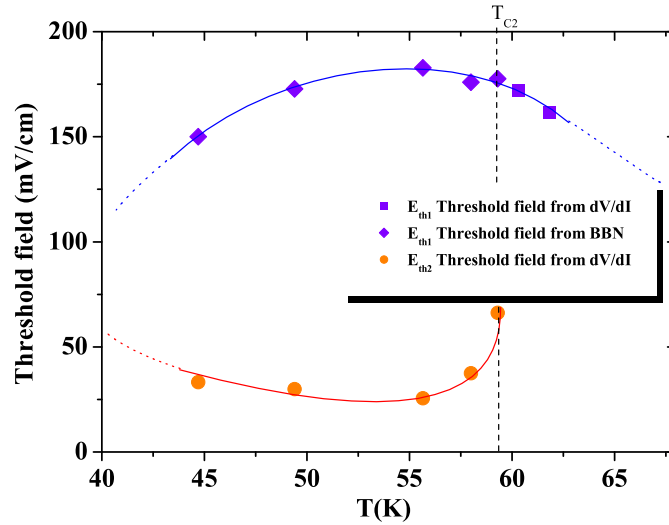


FIG. 5.9: Champ seuil en fonction de la température pour l'échantillon \mathcal{B} , autour de T_{C2} : lorsque la température passe T_{C2} , le champ de dépiégeage E_{th1} ne diverge pas mais semble changer de comportement, ce qui impliquerait un couplage entre les deux ODC. Les courbes reliant les points ne sont que des guides pour les yeux.

les deux ODC à partir de I_{th1} .

A partir du seuil E_{th1} , Q_1 commence à se dépiéger et devient plus étirée (le shift est négatif) tandis que, au même moment, Q_2 , déjà dépiégée, se comprime (le shift est positif). Ce nouveau

phénomène dynamique montre qu'il y a transfert des charges condensées de \mathbf{Q}_1 vers \mathbf{Q}_2 : ceci implique que le niveau de Fermi de l'ODC "haute température", défini par \mathbf{Q}_1 lui-même, est abaissé, alors que celui de l'ODC "basse température" défini par \mathbf{Q}_2 est augmenté.

Nous allons exposer un modèle phénoménologique provisoire tentant d'expliquer la soudaine variation de la surface de Fermi lors du dépiégeage de \mathbf{Q}_1 : ce modèle en cours de développement, est proposé par S. Brazovskii du Laboratoire de Physique Théoriques et des Modèles Statistiques. Ce qui suit en est un bref descriptif.

Dans les modèles de bandes quasi-unidimensionnels, où $t(k_\perp)$ est l'intégrale de transfert électronique inter-chaîne et $t(k_\parallel)$ l'intégrale de transfert électronique intra-chaînes⁶, NbSe₃ est caractérisé par deux ODC à basse température. Dans la base (k_\parallel, k_\perp) , où k_\parallel est un vecteur unitaire parallèle à la direction des chaînes et k_\perp un vecteur perpendiculaire à la direction des chaînes (voir Fig. 5.4), on peut écrire les deux vecteurs de modulation tels que :

$$\mathbf{Q}_1 = \left(\frac{1}{4} + \frac{\zeta}{2} + \frac{\kappa}{2}, 0, 0 \right) \quad ; \quad \mathbf{Q}_2 = \left(\frac{1}{4} - \frac{\zeta}{2} + \frac{\kappa}{2}, \frac{1}{2}, 0 \right) \quad (5.3)$$

où les deux paramètres ζ et κ sont deux types de variations des plans gondolés formant la surface de Fermi, à deux échelles différentes : $1 \ll \zeta \ll \kappa$. ζ est en fait la déviation symétrique du vecteur de modulation et κ est une petite déviation de celui-ci : κ est liée au nombre d'électrons et de trous restants non condensés et définie par une concentration linéaire d'électrons et de trous : $n_e - n_h = \frac{\kappa}{\pi}$. Ces deux paramètres, ζ et κ , permettent de rendre compte de la faible incommensurabilité de la somme des deux vecteurs de modulation.

Si on considère une ODC de phase φ_a ($a = 1, 2$, les deux ODC du NbSe₃), on peut définir son énergie, par unité de longueur x des chaînes n et m , telle que :

$$\mathcal{H}_a = \sum_n \frac{C_a}{2} \left(\frac{\partial \varphi_{an}}{\partial x} \right)^2 - J_a \sum_{nm} \cos(\varphi_{an} - \varphi_{am}) - J_{a4} \cos(4\varphi_a \pm 2\zeta x + 2\kappa x) \quad (5.4)$$

où $C_a \sim A_a^2$ est le terme de compressibilité, $J_a \sim T_a A_a^2$ le terme des interactions inter-chaînes directes et $J_{a4} \sim A_a^4$ le terme d'énergie de commensurabilité .

L'énergie des interférences entre les deux ODC peut être définie par :

$$\mathcal{H}_{1,2} = -J_{1,2} \sum_{nm} \cos(2\varphi_{1n} - 2\varphi_{2m} + 4\zeta x) - J_4 \cos(2\varphi_1 + 2\varphi_2 + 2\kappa x) \quad (5.5)$$

où $J_{1,2} \sim A_1^2 A_2^2$ est l'énergie d'interaction inter-chaîne mutuelle et $J_4 \sim A_1^2 A_2^2$ définit la commensurabilité mutuelle entre les deux ODC et le réseau sous-jacent.

⁶Pour plus de détails, voir, par exemple, l'article de J. P. Pouget page 87 dans [174].

Les commensurabilités individuelles représentées par le terme en J_{a4} oscillent en x du fait de l'écart du vecteur d'onde de 2ζ , dont la moyenne spatiale vaut $\zeta = 0$. Il est possible de réduire le système à :

$$\begin{aligned} \mathcal{H} = & \sum_{n,a} \frac{C_a}{2} \left(\frac{\partial \varphi_{an}}{\partial x} \right)^2 - \sum_{nm,a} J_a \cos(\varphi_{an} - \varphi_{am}) \\ & - J_4 \cos(2\varphi_1 + 2\varphi_2 + 2\kappa x) + \sum_a \mathcal{H}_{ap}(\varphi_a) + \mathcal{H}_C \end{aligned} \quad (5.6)$$

où \mathcal{H}_{ap} est l'énergie de piégeage pour chacune des phases prises séparément et \mathcal{H}_C , l'énergie des interactions de Coulomb à longue portée.

Dans ce qui suit, nous allons considérer κ suivant x comme négligeable. Nous nous placerons dans le cadre du piégeage collectif des ODC, *i.e.* le piégeage faible. Enfin nous considérerons les fluctuations de l'amplitude du paramètre d'ordre comme négligeables.

Il est important ici de préciser que nous ne prenons en compte que les interactions entre les chaînes les plus proches au sein de la maille de NbSe_3 , *i.e.* nous ne considérerons que les interactions entre les chaînes de types différents (interaction entre 1-2), les interactions entre chaînes de même type (interaction entre 1-1 et 2-2) étant considérées comme faibles.

Si on considère les phases φ_1 et φ_2 des deux ODC, l'énergie (par unité de longueur x des chaînes 1, 2) de chaque ODC peut être exprimée par le Hamiltonien suivant :

$$\begin{aligned} \mathcal{H} = & \frac{C_1}{2} \left(\frac{\partial \varphi_1}{\partial x} \right)^2 + \frac{C_2}{2} \left(\frac{\partial \varphi_2}{\partial x} \right)^2 - J_4 \cos(2\varphi_1 + 2\varphi_2) \\ & + \mathcal{H}_{1p}(\varphi_1) + \mathcal{H}_{2p}(\varphi_2) + \frac{B}{2} \left(\frac{\partial \varphi_1}{\partial x} + \frac{\partial \varphi_2}{\partial x} \right)^2 \end{aligned} \quad (5.7)$$

où les deux premiers termes correspondent à la compressibilité de chacune des ODC, $J_4 \sim \Delta_1^2 \Delta_2^2$ définit la commensurabilité mutuelle entre les deux ODC et le réseau sous-jacent (Δ_1^2 et Δ_2^2 sont les amplitudes des paramètres d'ordre respectives de \mathbf{Q}_1 et \mathbf{Q}_2), \mathcal{H}_{1p} et \mathcal{H}_{2p} sont les énergies de piégeage définies séparément et $B \sim \frac{1}{\rho_n}$ est le durcissement Coulombien du terme d'élasticité $\sim C_{1,2}$.

Si on néglige le piégeage des deux ODC, le problème revient à résoudre l'équation standard de Sine-Gordon correspondant au problème de commensurabilité (voir [14]) :

$$\frac{C}{2} \left(\frac{\partial \varphi}{\partial x} \right)^2 = J_4 \cos(4\varphi) \quad (5.8)$$

avec $\varphi = \frac{(\varphi_1 + \varphi_2)}{2}$ et C une combinaison linéaire de $C_{1,2}$ et B . La formation des ODC du NbSe_3 peut être aussi interprétée comme un réseau de solitons capable de se mouvoir et donner naissance

au NBN [15]. Cependant, ce réseau de solitons est beaucoup plus difficile à appréhender dans le cas de deux ODC.

Un effet intervient lorsque \mathbf{Q}_2 est seule en mouvement, *i.e.* pour un champ $E_{\text{th}2} < E < E_{\text{th}1}$. \mathbf{Q}_2 se déplace à une vitesse v et sa phase vaut alors $\varphi_2 = vt$. Dans ces conditions, comme toutes les autres interactions entre les deux phases sont moyennées à zéro, le terme de commensurabilité en J_4 est le seul à pouvoir contribuer à la diminution du champ seuil de \mathbf{Q}_1 .

Il est à noter que \mathbf{Q}_1 subit une perturbation périodique de la part de \mathbf{Q}_2 : le terme de commensurabilité devient $-J_4 \cos(2\varphi_1 + 2vt)$. L'action de \mathbf{Q}_2 sur \mathbf{Q}_1 ressemble à l'effet que subit une ODC dans le processus de dépolarisation, *i.e.* lorsque le système est soumis à un champ alternatif variable afin de retrouver l'état de plus basse énergie du système (voir chapitre 3.2.2).

Nous avons observé un accroissement de la composante longitudinale entre \mathbf{Q}_1 et \mathbf{Q}_2 : ceci implique que ζ croît aussi. Il est possible d'expliquer le phénomène par le passage continu d'un système associé à deux vecteurs d'emboîtement compris dans une surface de Fermi globale, à un système découplé où les deux ODC correspondent à deux chaînes moléculaires bien distinctes et donc deux surfaces de Fermi distinctes. Ce découplage implique que la variation de $1/4 \pm \bar{\zeta}$ des deux vecteurs de modulation résulte d'un transfert de charge entre les deux types de chaîne modulée ($\bar{\zeta}$ est la valeur moyenne de ζ). Il est possible d'expliquer le passage continu du couplage au découplage si une analyse est faite à la manière des théories basées sur les systèmes à une ODC incommensurable et ayant les deux composantes, \mathbf{Q}_{\parallel} et \mathbf{Q}_{\perp} , non nulles (comme le bronze bleu par exemple). On peut définir son énergie par le Hamiltonien suivant :

$$\mathcal{H} = \sum_n \frac{C}{2} \left(\frac{\partial \varphi_n}{\partial x} \right)^2 - J \sum_{nm} \cos(\varphi_n - \varphi_m) + \sum_m \frac{\partial \varphi_n}{\partial x} I (1 - \cos(\varphi_n - \varphi_m)) \quad (5.9)$$

où le terme additionnel $\sim \frac{\partial \varphi_n}{\partial x} I$ peut être pris comme la dépendance en $\frac{\partial \varphi_n}{\partial x}$ de l'interaction de type J . On peut voir que les composantes \mathbf{Q}_{\parallel} and \mathbf{Q}_{\perp} du vecteur de modulation sont en compétition pour l'ajustement de l'emboîtement des deux plans gondolés de la surface de Fermi. En effet, imaginons qu'une force, une pression⁷, fait changer de signe le terme de commensurabilité : $J > 0 \mapsto J < 0$. Ceci impose à la composante \mathbf{Q}_{\perp} un changement de $\mathbf{Q}_{\perp} = 0$ to $\mathbf{Q}_{\perp} = \pi$. On a alors $\varphi_n - \varphi_m = 0 \Rightarrow \varphi_n - \varphi_m = \pi$ et le terme $2\delta J \frac{\partial \varphi}{\partial x}$ apparaît, faisant varier la composante parallèle aux chaînes de la quantité $\delta \mathbf{Q}_{\parallel} = \frac{\partial \varphi}{\partial x} = -2 \frac{I}{C}$. Le changement de \mathbf{Q}_{\perp} peut être progressif, $\varphi_n - \varphi_m \Rightarrow \varphi_n - \varphi_m + \delta \mathbf{Q}_{\perp} a_{\perp}$ avec des conséquences similaires sur $\delta \mathbf{Q}_{\parallel} = -\frac{I}{C} (1 - \cos \delta \mathbf{Q}_{\perp} a_{\perp})$.

Cette description phénoménologique est utilisée dans la description des effets dynamiques observés dans le bronze bleu et le TTF-TCNQ. Concernant NbSe₃, il est possible de reprendre cette description à l'identique pour les énergies $\sum_a \frac{\partial \varphi_a}{\partial x} \delta H_{\perp a}$ où $\delta H_{\perp a}$ peut être pris comme l'un

⁷*i.e.* une pression transversale aux chaînes.

des termes de couplage inter-chaîne comme dans le bronze bleu ou le TTF-TCNQ (voir le chapitre de R. Comès et G. Shirane page 17 dans [48]). Puisque la condition d'électro-neutralité fixe la valeur moyenne de la phase φ , il est possible de ne laisser que la différence des gradients de phase $\frac{\partial\varphi_1}{\partial x} - \frac{\partial\varphi_2}{\partial x}$, celle-ci devant être multipliée par l'une des interactions suivantes⁸ :

$$\delta\mathcal{H} = \left(\frac{\partial\varphi_1}{\partial x} - \frac{\partial\varphi_2}{\partial x} \right) \left[\sum_{nm,a} I_a \cos(\varphi_{an} - \varphi_{am}) + I_4 \cos(2\varphi_1 + 2\varphi_2) \right] \quad (5.10)$$

Puisque nous n'avons observé expérimentalement aucun changement de la coordonnée \mathbf{Q}_\perp , pour les deux ODC, les termes en I_a (vus dans la description de l'effet sur une ODC) ne changeront pas. Ceci implique que seul le terme de commensurabilité en I_4 subsiste. Ce terme modifie la valeur moyenne de $\bar{\zeta}$ en ζ . Mais lorsque \mathbf{Q}_2 commence à se mettre en mouvement, le terme I_4 tend à être moyenné à zéro :

$$\delta\mathcal{H} = I_4 \left(\frac{\partial\varphi_1}{\partial x} - \frac{\partial\varphi_2}{\partial x} \right) \cos(2\varphi_1 + 2\varphi_2) \Rightarrow I_4 \left(\frac{\partial\varphi_1}{\partial x} - \frac{\partial\varphi_2}{\partial x} \right) \cos(2\varphi_1 + 2vt) \Rightarrow 0 \quad (5.11)$$

L'absence de terme de couplage à la fin du processus implique que les deux ODC sont découplées.

5.3 Conclusions

Nous venons d'exposer de nouveaux résultats sur la dynamique de deux ODC couplées. Pour la première fois, nous avons détecté grâce aux mesures couplées de transport et de diffraction, qu'un nouvel effet apparaissait à partir d'un seuil identifié, à l'aide de mesures du bruit de large bande, comme étant le seuil de dépiégeage de \mathbf{Q}_1 . Cet effet a pour conséquence de changer les périodicités des deux ODC de façon antagoniste : à partir du seuil $E_{\text{th}1}$, \mathbf{Q}_1 se dépiege et devient plus étirée alors qu'au même moment \mathbf{Q}_2 , déjà dépiégée, se comprime. Nous sommes donc face à un phénomène de découplage induisant un transfert de charges condensées entre les deux ODC. Nous avons exposé un modèle phénoménologique proposé par S. Brazovskii : celui-ci décrit ce découplage à l'aide des modèles décrivant la dynamique d'une ODC possédant les deux composantes \mathbf{Q}_\parallel et \mathbf{Q}_\perp non-nulles. Ce modèle préliminaire doit être approfondi afin d'expliquer les raisons d'un champ seuil à partir duquel ce découplage et ce transfert de charge a lieu. De plus, cette explication est basée sur le fait que le système est déjà couplé, ce qui expérimentalement n'est pas strictement prouvé, mais quelques résultats significatifs rendent compte d'un possible couplage statique. Ce résultat tend à montrer que l'interprétation des résultats donnée par Y. Li *et al.* [120] sur les possibles origines du phénomène de switching provenant de la mise en mouvement de \mathbf{Q}_1 , ne sont pas correctes. Une étude en température serait nécessaire afin de mieux appréhender la nature de cet effet de découplage-transfert de charge.

⁸Toujours en négligeant les termes d'oscillation d'espace.

CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

6.1 Conclusions

Nous venons de proposer quelques résultats nouveaux sur la dynamique des ODC. Après un rappel sur les principales propriétés dynamiques des ODC, nous avons exposé un nouveau type d'échantillon mis au point et optimisé tout au long de ces trois années. Ce nouveau procédé de fabrication, tirant parti des différentes techniques de lithographie utilisées en micro-nano-électronique, nous permet d'obtenir une série de 24 substrats munis de contacts enterrés et mécaniquement non-perturbatifs. Cette technique, si elle possède des défauts, notamment d'être relativement complexe¹, permet d'envisager de nouvelles expériences couplant mesures de transport et de diffraction. De plus, elle a montré une bonne efficacité dans le repérage du faisceau de rayons X par rapport à l'échantillon, ce qui est important lorsque l'expérience demande une très bonne résolution spatiale. Ce nouveau procédé a aussi montré ses faiblesses, notamment du point de vue des contacts ohmiques relativement capricieux lors des descentes en température.

Dans le troisième chapitre, nous avons exposé les techniques de mesures que nous avons utilisées lors de cette étude. Cette partie nous a permis de montrer que la diffraction de rayons X était une sonde des plus efficace pour étudier la structure d'une ODC : couplée aux mesures de transport, elle est une technique de choix capable de rendre compte directement des interactions entre une ODC et un désordre aléatoirement réparti.

Nous avons présenté deux études expérimentales montrant de nouveaux effets dynamiques dans un système à ODC, le NbSe₃ :

- Dans un premier temps, nous avons tenté de synthétiser les différentes théories et résultats expérimentaux concernant les systèmes électroniques organisés en interaction avec le désordre. Puis nous avons présenté des mesures des longueurs de corrélation phase-phase sur l'ODC haute température à $T = 100$ K. Nos mesures ont montré qu'une ODC possédait un ordre à plus longue distance dans le sens du mouvement à grande vitesse que dans l'état piégé. La longueur de corrélation phase-phase longitudinale double, passant de $0,8 \mu\text{m}$ à $1,6 \mu\text{m}$. Au contraire, l'ODC devient plus désordonnée dans la direction transverse au mouvement lorsqu'elle est dépiégée. Nous avons montré que cette perte de cohérence transverse

¹Par rapport aux anciennes méthodes de préparation d'échantillon.

était certainement due au piégeage par les surfaces de l'échantillon.

Cette augmentation de l'ordre dans le sens du mouvement est cohérente avec la plupart des théories sur les transitions de phase dynamiques dans les systèmes électroniques organisés. Nous avons tenté de comparer les dynamiques des différents cristaux électroniques existants, notamment par le biais d'une comparaison entre les possibilités d'observation du NBN. Nous sommes arrivés à la conclusion qu'il était difficile de comparer tous ces systèmes, chacun d'eux possédant ses propres caractéristiques. Il n'en reste pas moins qu'une ODC est un système possédant une grande cohérence spatiale et temporelle. Ces résultats ont été contestés par l'équipe de R. E. Thorne de l'université de Cornell [188] : nous avons montré que leurs remarques ne remettaient pas en cause nos résultats.

- Dans un second temps, nous avons présenté de nouveaux résultats sur la dynamique de deux ODC. En effet, NbSe_3 possède la particularité de subir deux transitions de Peierls donnant naissance à deux ODC incommensurables. De plus, des théories ont prévu qu'un phénomène de "lock-in" des deux phases pouvaient intervenir à basse température. De récents résultats ont montré des effets de couplages entre les deux ODC dans le cadre d'un échantillon à "switching". Sur ces considérations, nous avons étudié et mesuré un nouvel effet entre les deux ODC, à basse température, à l'aide de mesures de transport, de diffraction et de bruit large bande. Nous avons pu montrer que ce nouvel effet apparaissait lors du dépiégeage de l'ODC "haute température" \mathbf{Q}_1 : à cet instant, \mathbf{Q}_1 s'étire alors que \mathbf{Q}_2 se comprime, les périodes des ODC réagissant de manière antagoniste. Cette distorsion de la surface de Fermi peut être expliquée en considérant que les deux ODC sont déjà couplées au repos. Grâce au modèle préliminaire proposé par S. Brazovskii, nous avons montré que cet effet résulte d'un phénomène de découplage des deux ODC donnant lieu à un transfert de charge entre les deux sortes de chaînes. Ce modèle macroscopique ne nous permet pas encore de mettre en évidence les raisons pour lesquelles ce phénomène intervient au seuil de dépiégeage de \mathbf{Q}_1 . La mise au point d'un modèle microscopique, qui permettrait de préciser les origines de ce seuil, est prévue dans un avenir proche. Ces résultats démontrent que les effets structuraux mesurés sur les deux ODC par Y. Li *et al.* [120] ne sont pas dus au switching, mais à des effets intrinsèques aux ODC dans NbSe_3 . Ils démontrent aussi que nous n'avons pas détecté le phénomène de "lock-in", *i.e.* la transition incommensurable-commensurable prévue par les théories.

En faisant un lien entre la dynamique d'une ODC à haute et à basse température, il peut être pertinent alors de se poser des questions sur l'origine du résultat de S. G. Lemay *et al.* [116] sur la détection d'un mouvement de "creep" cohérent temporellement sous T_{C2} . Cette détection s'est faite entre les deux champs seuils définis par la Fig. 5.3. Certes ce NBN a été mesuré dans le cadre de l'effet de switching, mais ne pourrait-il pas y avoir une autre origine que l'interaction des ODC avec les défauts du cristal? Il est peut-être légitime de penser que ce creep est dû à l'interaction périodique entre \mathbf{Q}_1 et \mathbf{Q}_2 lors du mouvement de \mathbf{Q}_2 entre E_{th2} et E_{th1} . Il serait

important de vérifier cet effet par mesure de NBN dans un échantillon sans switching. De plus, comment expliquer un mouvement cohérent à des vitesses aussi faibles que $14 \text{ \AA}/\text{sec}$? D'après les théories (voir chapitre 4), un système organisé subit moins le désordre lorsqu'il est à grande vitesse. Y. Togawa *et al.* [191] ont mesuré aussi un NBN très faible à basse fréquence (donc à basse vitesse) dans un cristal de vortex : était-ce une phase de creep? Ces questions restent ouvertes...

Nos expériences n'ont malheureusement pas toutes apportées de résultats concluants. D'une part celles-ci, se déroulant à l'ESRF, sont limitées dans le temps, rendant les expériences encore plus délicates ; d'autre part, nous n'avons pas été épargnés par les problèmes expérimentaux : mauvais échantillons, matériels défectueux, bugs informatiques ou erreurs humaines... Il n'en reste pas moins qu'elles apportent chacune leurs enseignements. Nous avons tenté de mesurer le taux de nucléation des boucles de dislocations, en combinant nos mesures classiques de rayons X et des mesures de transport, le but final étant de comparer ces résultats avec le modèle d'injection de courant de S. Brazovskii *et al.* [32] : nos problèmes ont été essentiellement d'ordre technique, car il nous était impossible de faire passer un grand nombre de fils (21 en tout) à l'intérieur du displex, ceci nous empêchant de faire nos mesures *in situ*. De plus, les contacts supportent mal les successions de mises en froid, rendant les mesures délicates lorsqu'un grand nombre de ceux-ci sont détruits. Même si la préparation d'une telle expérience est difficile à gérer, son succès reste tout de même envisageable.

Une autre expérience ne nous a pas donné les résultats escomptés, pour des raisons qui nous sont quelques peu inconnues. Nous avons tenté de mesurer les déformations de l'ODC par des mesures de topographie² de rayons X sur la ligne ID19 de l'ESRF. Nous n'avons pu obtenir la moindre image du pic satellite Q_1 , malgré des temps de pause conséquents et un flux de photons supposé largement suffisant au regard de l'expérience décrite par Y. Li *et al.* [119]. L'équipe de S. Ravy *et al.* a montré qu'il était nécessaire d'avoir des temps de pause de film photographique très longs pour obtenir un cliché du pic satellite lors d'une expérience très récente sur le bronze bleu³.

6.2 Perspectives

Si ce travail a montré de nouveaux résultats sur la dynamique de ODC dans NbSe_3 , il a montré aussi que de nombreux effets ne sont toujours pas compris, notamment à basse température. Le NBN bien sur, mais aussi les effets de switching ne sont pas complètement expliqués. L'effet de découplage de deux ondes constitue un résultat totalement nouveau et demande à être plus développé aussi bien d'un point de vue expérimental (étude en température) que théorique (modèle microscopique). Comme nous l'avons déjà signifié dans le chapitre 4, une étude en température

²Nous avons basé nos investigations sur les résultats obtenus par Y. Li *et al.* [119]

³Rappelons que le pic satellite du bronze bleu est beaucoup plus intense que celui du NbSe_3 .

du réarrangement dynamique serait des plus utiles afin de mieux comprendre les mécanismes mis en jeu dans le dépiégeage de l'ODC.

Nous avons vu qu'il était possible d'associer un travail utilisant des techniques de micro-nano-électronique et mesures de diffraction de rayons X. Grâce à la nouvelle technique de préparation d'échantillons, il est possible de concevoir de nouvelles expériences combinant diffraction de rayons X et mesures de transport. En nous inspirant des expériences menées par O. Avenel et E. Varoquaux [10, 11, 195] sur la détection de sauts de phase dans le paramètre d'ordre⁴ de l'hélium superfluide créés par une petite ouverture dans un écoulement, nous avons conçu un système nous permettant de générer un centre de phase slip modulable par l'injection de deux courants, l'un entre deux électrodes séparées de plusieurs millimètres et l'autre entre deux petites électrodes séparées de moins de 100 μm . Ici les électrodes jouent le rôle de la petite ouverture créant le saut de phase dans le cas de l'hélium.

Des mesures préliminaires de l'injection d'un courant seul entre les deux petites électrodes ont montré sur la Fig. 6.1. On peut voir la différence entre l'injection "classique" entre deux électrodes éloignées (ici 3 mm, à gauche sur la figure) et l'injection entre deux électrodes de largeur 5 μm et séparées de 95 μm (à droite). On peut voir que la distorsion subie par l'ODC à l'extérieur de deux électrodes s'étend sur plusieurs centaines de microns. L'ajout d'un second courant a montré des effets inattendus.

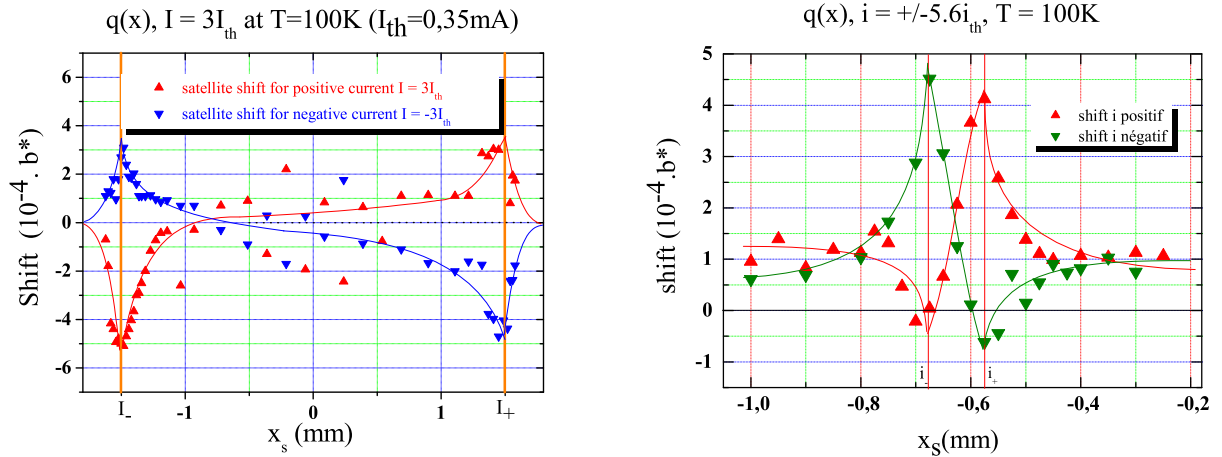


FIG. 6.1: Shift du pic satellite longitudinal Q_1 entre deux contacts enterrés. **A gauche** : ici les contacts sont séparés de 3 mm : le comportement du satellite est conforme au modèle de S. Brazovskii *et al.* [32] ; on peut noter que le cristal n'est pas parfait, il possède des défauts visibles par la présence d'un shift du pic satellite au centre de l'échantillon. **A droite** : Sur un autre échantillon : les deux contacts ne sont espacés que de 95 μm . On peut remarquer que la distorsion (*i.e.* le shift) s'étend loin en dehors des contacts au lieu de revenir à zéro. Ici la taille du faisceau est de 20 μm .

On peut observer sur la Fig. 6.2, l'effet du petit courant i sur le shift du pic satellite longitudinal

⁴ $L^4\text{He}$ possède un paramètre d'ordre complexe tout comme celui des ODC.

au niveau des deux petites électrodes alors que l'ODC est mise en mouvement par un courant I fixe : quand I est appliquée, sans i , et qu'on sonde l'ODC loin des deux grandes électrodes, le pic satellite ne subit qu'un shift résiduel, l'apparition de ce second courant induit un shift du pic satellite de manière immédiate, provoqué par le phase slip. Le comportement du satellite reste pour le moment inexpliqué. Cette expérience sur la création d'un défaut de phase localisé et modulable est encore dans un état préliminaire et demande à être confirmée et interprétée.

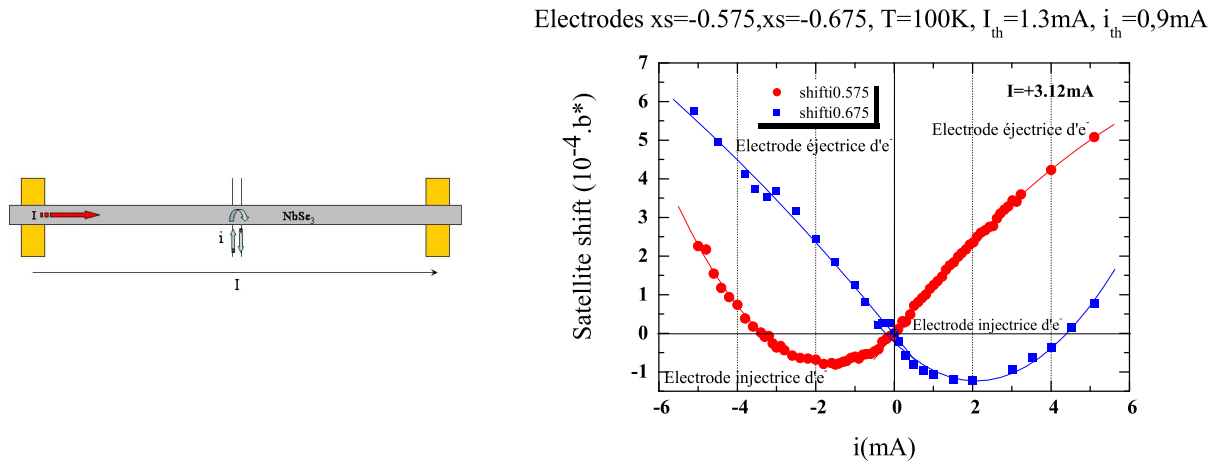


FIG. 6.2: **A gauche** : schéma explicatif de l'expérience de sauts de phase modulable. **A droite** : Effet de deux courants sur le shift du pic satellite : les carrés bleus correspondent à l'électrode i^- (*i.e.* à l'injection des électrons pour une polarité positive) et les ronds rouges à l'électrodes i^+ (*i.e.* à l'injection des électrons pour une polarité positive). Ici le petit courant i induit un shift du pic satellite conséquent : à l'électrode injectrice d'électrons, le shift est d'abord négatif (l'onde est étendue) puis redevient positif (l'onde se comprime) pour une certaine valeur de i . Le shift est positif à l'électrode d'éjection des électrons et augmente instantanément (l'ODC se comprime à l'éjection des électrons) sans changer de signe. Lorsque la polarité de i change (le rôle des deux électrodes s'inverse, *i.e.* i^- devient i^+), on obtient des valeurs de shift remarquablement symétriques.

Un autre type d'expérience envisageable serait l'observation d'une phase de verre de Bragg dans une ODC : dans un cristal à faible taux de désordre, l'ODC devra présenter un ordre à quasi-longue-portée sans comporter de défauts topologiques. D'après le récent article de A. Rosso et T. Giamarchi [167], il est possible de le détecter en regardant la forme des pics satellites en $\pm Q$ (voir chapitre 4.2.1). Cette expérience paraît réalisable : une fois cette phase détectée, il serait intéressant d'observer sa dynamique.

ANNEXE A

Détails techniques du procédé de fabrication des substrats à contacts enterrés sur membrane Si/SiO₂

Cette annexe a pour but de présentée de façon détailler chaque étape de fabrication des substrats de manière quantitative, à la manière d'une recette de cuisine.

A.1 Niveau 1

Ce niveau est destiné à la réalisation de point d'alignement, face avant, nécessaire au 3 niveaux suivants. Il peut être remplacé pour résine positive par une étape S1818 + gravure R.I.E du SiO₂ et lift, mais il est préférable d'utiliser une résine négative pour plus de précision dans l'alignement avec le méplat du wafer.

Substrat : Si / SiO₂ (épaisseur de SiO₂ = 5000 Å)

- Dépôt de la résine négative Ui-310 : pré-nettoyage du substrat (acétone → éthanol → séchage N₂) vitesse tournette = 4000 Trs/min, accélération = 2000 Trs/min/s pendant 90 s (épaisseur = 2.3 μm).
- Recuit de la résine : à 90°C sur HOT-PLATE pendant 90 s avec pompage.
- Insolation UV : dose UV 21 mJ/cm² à 0.7 mW/cm² pendant 32 s.
- Recuit post-insolation : à 110°C pendant 90 s avec pompage.
- Développement de la résine : mélange Microposit Developer + Eau d.i. (50/50) pendant 90 s ; Rinçage eau d.i. ; Séchage N₂.
- Dépôt métallique : Ti 10 nm + Au 100 nm.
- Lift-off résine : remover chaud (plaque à 70°C) NE PAS UTILISER D'ACETONE (laisse des traces de résines) : prendre une pipette et arroser l'échantillon délicatement pour accélérer le processus.

A.2 Niveau 2

Réalisation des contacts enterrés en Ti/Au face avant+ croix de repérage pour le Niveau 3.

- Dépôt de résine PRIMER : pré-nettoyage du substrat (acétone → éthanol → séchage N₂) ; vitesse tournette 2700 Trs/min, accélération : 4000 Trs/min/s pendant 30 s.
- Dépôt résine positive UV3 : vitesse tournette : 4000 Trs/min, accélération : 4000 Trs/min/s pendant 30s (épaisseur : 490 nm).
- Recuit de la résine : à 130°C sur HOT-PLATE pendant 1 min avec pompage.
- Insolation MEB LEO1530 24 champs de 3.5 mm (mag = 20) par pas de 8 mm en X et en Y ; le zéro de déplacement se fait sur la croix à gauche du méplat l'angle 185.06° est pris entre les croix de part et d'autre du méplat.
Calibration du champs : 3.5 mm avec le moins de rotation et de shift possible ⇒ Gx = 20, pour ne pas avoir de décalage lors de l'insolation par rapport aux divers autres niveaux de lithographie.
Motifs : plots (mm²) et lignes 5 μm écrit avec un stepsize de 5px soit 267 nm et un dwelltime de 57.8 μs (dose : 10.5 μC/cm²) ; vitesse faisceau = 4.52 nm/μs ; diaphragme : 20 μm ; courant 129 pA, 15 kV ; Line setting time et Area setting time = 0.5 ms ; Attention : l'échantillon doit être collé au chessy, sinon la platine arrive en butée.

- Recuit post-insolation : à 130°C sur HOT-PLATE pendant 1 min avec pompage.
- Développement de la résine : Developper LDD26W pur pendant 1 min ; Rinçage abondant eau d.i. pendant 1 min ; Séchage N₂.
- Gravure chimique NH₄HF à 800 Å/min pendant 3min soit 2400 Å.
- Dépôt métallique : Ti 100 Å+ Au 2800 Å.
- Lift off résine : à l'acétone chaud : prendre une pipette et arroser l'échantillon délicatement pour accélérer le processus.

A.3 Niveau 3

Réalisation de marques de repérage pour le faisceau de rayons X au synchrotron.

- Dépôt de la résine Ui-310 : vitesse tournette = 4000 Trs/min, accélération = 2000 Trs/min/s pendant 90 s (épaisseur = 2.3 µm)
- Recuit de la résine : à 90°C sur HOT-PLATE pendant 90 s avec pompage.
- Insolation UV : dose UV 21 mJ/cm² à 0.7 mW/cm² pendant 32 s.
- Recuit post-insolation : à 110°C pendant 90 s avec pompage.
- Développement de la résine : mélange Microposit Developper + Eau d.i. (50/50) pendant 90 s ; rinçage eau d.i. ; séchage N₂.
- Les repères en or doivent être enterrés (sinon risque d'arrachement de ces repères lors du lift-off), il faut donc creuser dans la couche de SiO₂ : gravure chimique avec solution de NH₄HF à 800 Å/min pendant 3 min soit 2400 Å.
- Dépôt métallique : Ti 10 nm + Au 1,1 µm.
- Lift-off résine : remover chaud (plaque à 70°C) NE PAS UTILISER D'ACETONE (laisse des traces de résines) : prendre une pipette et arroser l'échantillon délicatement pour accélérer le processus.

A.4 Niveau 4

Réalisation de la membrane en face arrière pour diminuer l'absorption des RX pendant les mesures au synchrotron.

- Dépôt de la résine S1818 pour protection de la face avant : vitesse tournette = 2000 Trs/min accélération = 2000 Trs/min/s pendant 30 s.
- Recuit de la résine : à 115°C sur HOT-PLATE pendant 60 s.
- Dépôt du masque de la membrane : Al 2 µm (par puvérisation sur le bâti magnétron).
- Dépôt de la résine Ui-310 face arrière : vitesse tournette = 4000 Trs/min, accélération = 2000 Trs/min/s pendant 90 s (épaisseur = 2.3 µm).
- Recuit de la résine : à 90°C sur HOT-PLATE pendant 90 s avec pompage.
- Insolation UV : dose UV 21 mJ/cm² à 0.7 mW/cm² pendant 32 s.
- Recuit post-insolation : à 110°C pendant 90 s avec pompage.
- Développement de la résine : mélange Microposit Developper + Eau d.i. (50/50) pendant 90 s ; rinçage eau d.i. ; séchage N₂.
- Gravure humide du masque d'Al : Developper MF319 sous binoculaire pendant environ 60 min.
- Dépôt de la résine S1818 pour protection de la face avant : vitesse tournette = 2000 Trs/min accélération = 2000 Trs/min/s pendant 30 s.
- Recuit de la résine : à 115°C sur HOT-PLATE pendant 60 s.
- Gravure R.I.E. de la membrane face arrière (40 µm < épaisseur < 75 µm) : plasma SF6 20 cc 60 W (SI60) ; refroidissement du bati à 4°C ; pression = 7. 10⁻³ mbar ; la gravure se fait sans wafer de Si 4" ; gravure 120 min + 10 min de pause pendant ≈ 20 heures.

Vérifier régulièrement l'épaisseur de la membrane car la vitesse de gravure augmente en fin de gravure.

- Gravure R.I.E. oxygène (délaquage) de la résine S1818 protectrice face avant : plasma O₂ 20cc 50W ; température du bati = 15°C ; pression = $2 \cdot 10^{-1}$ mbar ; la gravure se fait sans wafer de Si 4" ; durée 20 min.

ANNEXE B

Cette partie relate des expériences que nous avons entrepris sur les transitions de phase onde de densité de spin par diffraction de neutrons dans des sels de Bechgaard deutérés.

Progress report on studies of Spin Density Wave phase transitions in the deuterated organic conductors d-(TMTSF)₂AsF₆ and d-(TMTSF)₂PF₆ by neutron diffraction.

R. Danneau^{1,2}, R. Currat², P. Monceau^{1,3}

¹ Centre de Recherches sur les Très Basses Températures, CNRS, B.P. 166, 38042 Grenoble, France.

² Institut Laue-Langevin, B.P. 156, 38042 Grenoble, France.

³ Laboratoire Leon Brillouin, CEA/CNRS, CEA-Saclay, 91191 Gif-sur-Yvette Cedex, France.

The aim of this work is to understand more precisely the magnetic phase transition in Bechgaard organic salts like (TMTSF)₂AsF₆ and (TMTSF)₂PF₆. In spite of many studies on this subject during the last 25 years, these materials remain mysterious in many respects.

The Bechgaard organic salts, (TMTSF)₂AsF₆ and (TMTSF)₂PF₆, present Spin Density Wave (SDW) structures at low temperature ($T < 12$ K). Using ¹H-NMR, T. Takahashi *et al.* [186] have determined the SDW wave number (0.5, 0.24 ± 0.03 , -0.06 ± 0.2) and the SDW amplitude : $0.08 \mu_B/\text{molecule}$ at $T = 4.2$ K. More recently, J.P. Pouget and S. Ravy [154, 155] and S. Kagoshima *et al.* [99] have established the existence of a Charge Density Wave/Spin Density Wave (CDW/SDW) coupling by X-ray scattering. In principle, neutron diffraction is able to detect SDW's as well as CDW's. Below, we report on five series of measurements performed on a three axis spectrometer (the most effective instrument to search for weak signals in reciprocal lattice) at ILL, two on deuterated (TMTSF)₂AsF₆ and three on deuterated (TMTSF)₂PF₆. The scanned reciprocal lattice region (Figure B1) has been selected based on T. Takahashi *et al.* predictions [186].

The measurements were performed on the cold-guide 3-axis spectrometer IN14, operated at incident neutron wavelengths in the range 4-5.7 Å, with open-40'-40'-60' horizontal collimations. Higher-order neutrons were suppressed by means of a 15 cm-thick cooled Be-filter installed on the incident monochromatic beam.

The first series of measurements was performed on a 1.5 mm³ deuterated (TMTSF)₂AsF₆ single crystal at $\lambda=5.7$ Å. The crystal was oriented in order to have the **a*** and **b*** axes of the *majority twin* in the horizontal scattering plane of the spectrometer (the **b*** axis is common to both twins). The strongest accessible Bragg reflections were the (210) and (020) reflections, the latter being common to both twins.

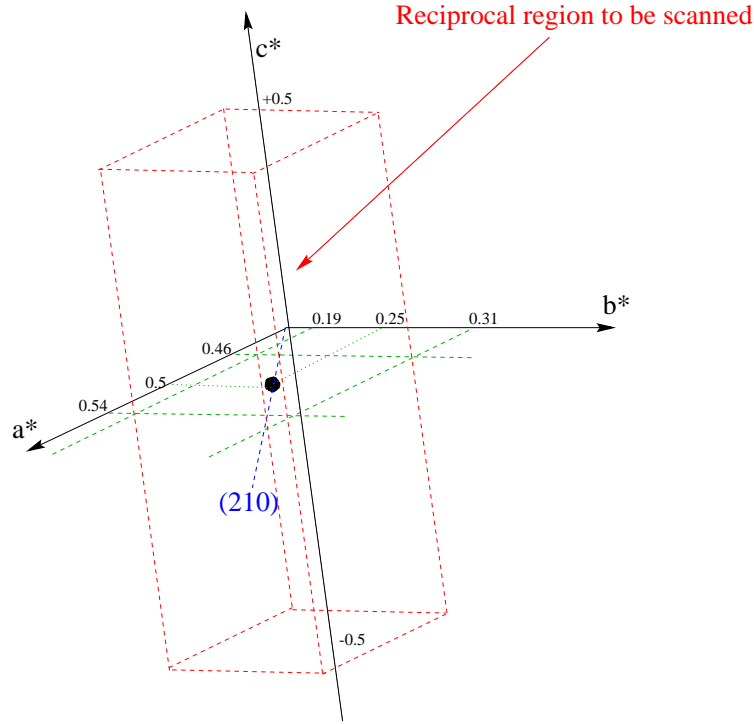


FIG. B.1: Schematic view of the reciprocal lattice region to be explored : $0.46 \leq QH \leq 0.54$, $0.19 \leq QK \leq 0.31$, $-0.5 \leq QL \leq 0.5$.

Peak intensities at 20 K were measured at 2200 and 1000 counts/sec., respectively, on a background of 2.5 ± 0.5 counts/min.

Measurements were performed at 20 K, 4.5 K and 1.5 K. No measurable temperature variation of the (210) and (020) intensities was detected. At each temperature the $(\mathbf{a}^*, \mathbf{b}^*)$ plane was scanned around the commensurate (0.5 0.25 0) point, as shown in Fig. B2. Out-of-plane scans were performed using the sample goniometer tilt adjustments. Altogether the reciprocal space volume explored was :

$$0.49 \leq QH \leq 0.51; 0.22 \leq QK \leq 0.28; -0.13 \leq QL \leq +0.13$$

with :

$$\mathbf{Q} = QH \mathbf{a}^* + QK \mathbf{b}^* + QL \mathbf{c}^*$$

Within that volume, no temperature-dependent signal could be detected. *This result excludes the occurrence of a low-temperature SDW or CDW superlattice reflection with an intensity larger than 5.10^{-5} that of the (210) Bragg reflection.*

The second series of measurements was performed on the same crystal. The main difference was that the crystal was mounted with a $(2\mathbf{a}^* + \mathbf{b}^*, \mathbf{c}^*)$ horizontal scattering zone, as shown in Fig. 3. With this geometry, scans along QL were possible up to the Brillouin zone boundary ($QL = \pm 0.5$). Using the tilt adjustments, the $(\mathbf{a}^*, \mathbf{b}^*)$ plane was explored away from the in-plane $2\mathbf{a}^* + \mathbf{b}^*$ direction. Altogether, the reciprocal space volume covered was approximately equivalent to :

$$0.46 \leq QH \leq 0.54; 0.23 \leq QK \leq 0.27; -0.50 \leq QL \leq +0.50$$

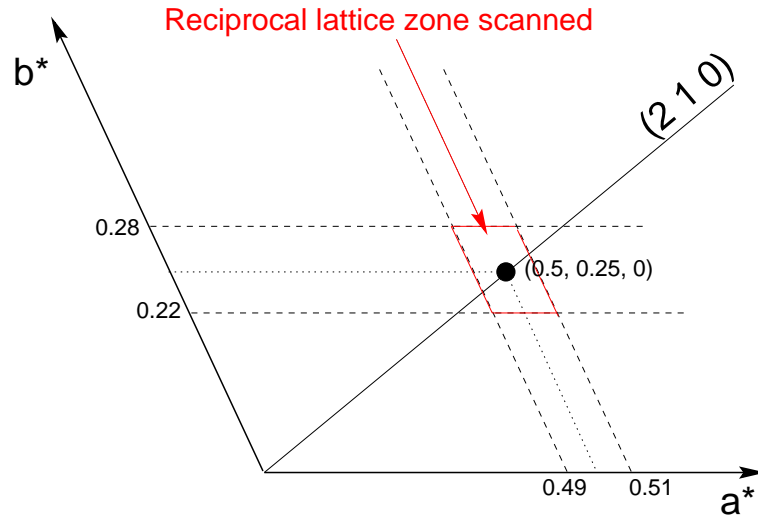


FIG. B.2: Schematic view of the reciprocal lattice zone scanned in the first experiment : $0.49 \leq QH \leq 0.51$, $0.22 \leq QK \leq 0.28$ + tilted scans $-0.13 \leq QL \leq 0.13$.

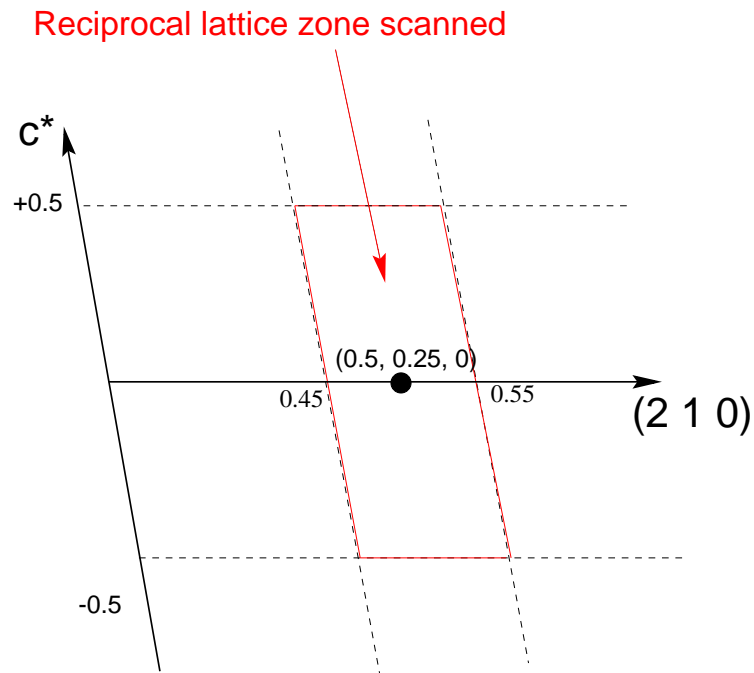


FIG. B.3: Schematic view of the reciprocal lattice zone scanned in the third experiment : $0.45 \leq QH \leq 0.55$, $0.22 \leq QK \leq 0.28$ (by sample tilting), $-0.5 \leq QL \leq +0.5$.

Measurements were performed at 1.6 K, with an incident neutron wavelength of 4.8 \AA . As in the first series of measurements, a structured background was observed (cf. Fig. 4), *with no indication of a superlattice reflection*. The origin of the observed structures was not investigated. Its temperature-independence was checked by performing similar measurements at 23 K. The reciprocal space volume explored at 23 K was :

$$0.49 \leq QH \leq 0.51; 0.23 \leq QK \leq 0.27; -0.50 \leq QL \leq +0.50$$

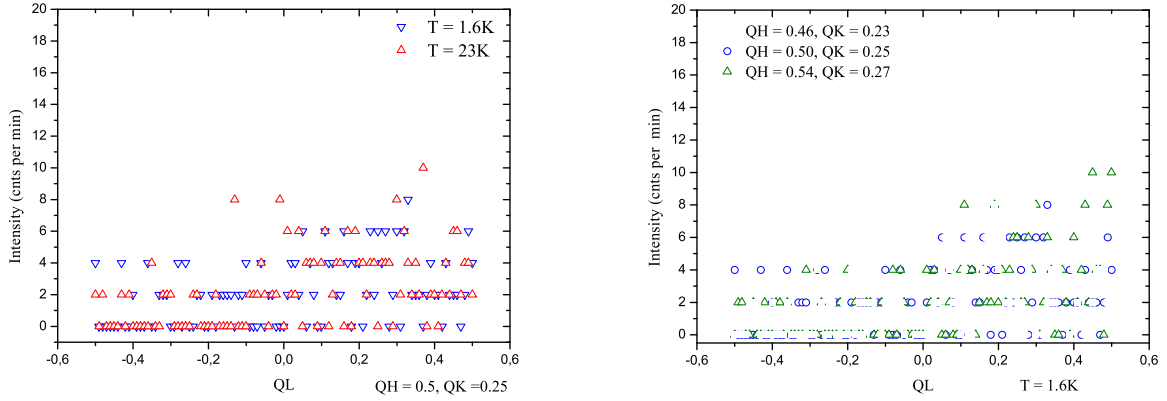


FIG. B.4: Second experiment : typical QL-scan (0.5, 0.25, QL) at two temperatures : 1.6 and 23 K (top) ; comparison between several QL-scans at 1.6 K (bottom).

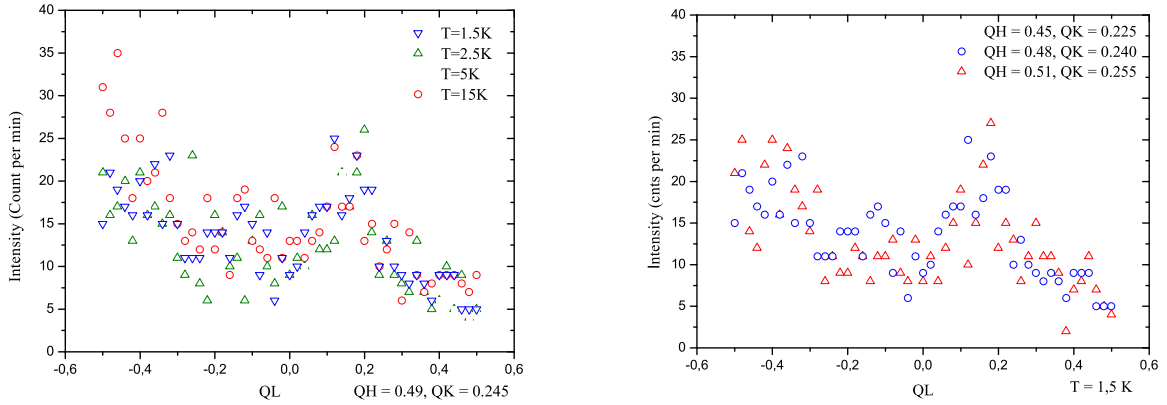


FIG. B.5: Third experiment : typical QL-scan (0.49, 0.245, QL) at T = 1.5 K, 2.5 K, 5 K, 15 K (top) ; comparison between several QL-scans at 1.5 K (bottom).

The third series of measurements was performed on a deuterated $(\text{TMTSF})_2\text{-PF}_6$ sample with an approximate volume of 3 mm^3 . Comparing the intensities of the (210) reflections from each twin, the twin volume ratio was found to be around 8/1. The (210) intensity of the majority twin was 11000 counts/sec.

Measurements were performed at 15 K, 5 K, 2.5 K and 1.5 K, with $\lambda = 4.8 \text{ \AA}$. Due to beamtime limitations, measurements were confined to the $(2\mathbf{a}^* + \mathbf{b}^*, \mathbf{c}^*)$ horizontal scattering plane. In this plane, the region explored is shown by the red box in Fig. 3 :

$$0.45 \leq \text{QH} \leq 0.55 ; \text{QK} = \frac{1}{2}\text{QH} ; -0.50 \leq \text{QL} \leq +0.50$$

The experiment was terminated during the 1.5 K dataset collection. This dataset is therefore incomplete : $0.45 \leq \text{QH} \leq 0.51$. Within these limits, no temperature-dependent feature could be seen (cf. Fig. 5). *The experiment allows to rule out the presence of a low-temperature CDW or SDW superlattice reflection with an intensity larger than $5 \cdot 10^{-5}$ that of the (210) reflection.* The observed background structure was found to be different from that observed on the AsF_6 sample, which suggests that at least part of the background comes from the sample rather than from the sample environment (sample holder, cryostat, air scattering, etc...)

The fourth series of measurements was performed on the same crystal (e.g. $d\text{-(TMTSF)}_2\text{PF}_6$) and the same scattering geometry. We have used a wide-tail cryostat in order to minimise the contribution from the cryostat outer walls. Measurements were performed at 20 K and 5 K. The region explored was more restricted than in the third experiment :

$$0.49 \leq QH \leq 0.51; QK = \frac{1}{2}QH; -0.50 \leq QL \leq +0.50$$

Fig. B6 (top) shows two scans at $T = 20$ K and 5 K. We find no evidence for a SDW peak, only a sloping background similar to / but larger than in the previous experiment. The origin of the sloping background can be traced to the fact that during a QL scan ($-0.5 \leq QL \leq +0.5$) the sample undergoes a 57° rotation with respect to the incident neutron beam. In the $QL < 0$ region the incident beam "sees" part of the General Electric varnish used to mount the sample. This effect is amplified by the fact the beam defining slits were further removed from the sample due to the wide cryostat tail.

The fifth series of measurements was performed on the same crystal (*i.e.* $\text{TMTSF})_2\text{-PF}_6$) and the same scattering geometry. In order to reduce the background, the General Electric varnish was covered by a thin layer of a Gd-paint. For this test the sample was placed in a horizontal field cryomagnet. The aim was to apply a magnetic field along (210) in order to align the staggered SDW magnetic moments in a direction normal to (210). Since the (210) direction corresponds to the average direction of the scattering vector, this optimizes the SDW structure factor in the neutron measurements. According to T. Takahashi *et al.* [186], field of 1T is sufficient to flip the spins from their (unknown) natural orientation to an orientation normal to the applied field. Beam time limitations did not allow measurements under field to be performed. But zero-field data shown in Fig. 6 (bottom) show a significant reduction in a background with the present set-up (up to a factor five in the $QL \simeq -0.5$ region), which confirm the effectiveness of the Gd-paint and demonstrates the feasibility of the experiment in an applied field (no background increase due to the cryomagnet).

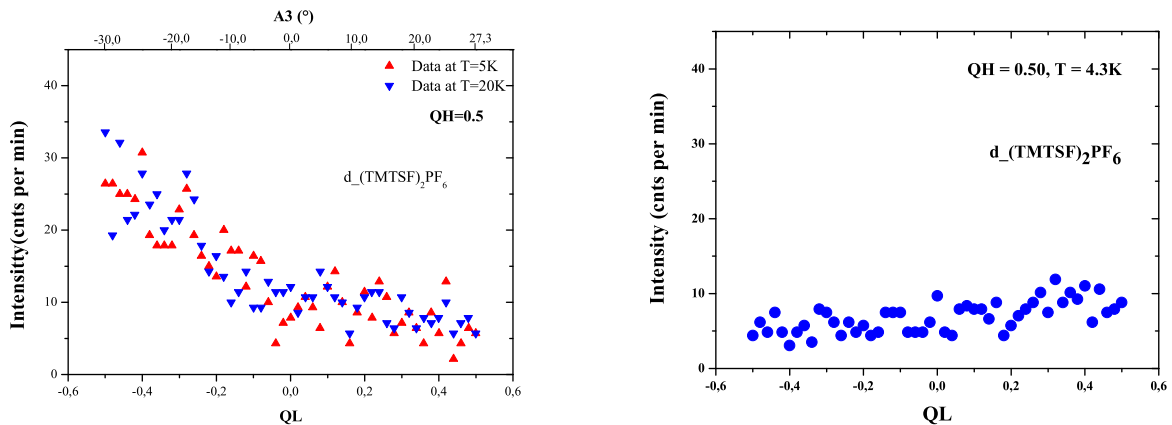


FIG. B.6: Fourth experiment : typical QL-scan (0.50, 0.25, QL) at $T = 5$ K, 20 K (top). Fifth experiment : QL-scan at 4.3 K : the background is reduced in the $QL < 0$ region and more uniform. This is due to the Gd paint which is cover the General Electric varnish used to mount the sample.

In parallel, calculations have been made to estimate the expected intensity ratio between the (210) reflection and the SDW satellite peak, in order to determine whether or not the present sensitivity level ($\approx 5 \cdot 10^{-5}$) is appropriate. This calculation shows that we should expect the SDW signal to be $\sim 10^{-6}$ of the (210) intensity, assuming that the magnetic moments are perpendicular to \mathbf{Q} . Hence $I_{\text{SDW}} = 10^{-6} I_{210} = 10^{-6} \times 10^4 \times 60 \leq 1$ c/min to be measured over a background of 5 - 10 c/min. The conclusion is that the signal to noise ratio must still be improved.

Outlook :

To lower the background further one may consider :

- designing a more appropriate holder with less material in the beam.
- using a "D17-type" narrow tail cryomagnet which would allow a better definition of the incident and scattered beams.

An alternative would be to use polarized neutrons, which care the SDW signal would be seen in the spin-flip channel while at least part of the background would be non spin-flip. There are too problems with this option :

- how much of the background is non-spin-flip? If the background is due to the incoherent scattering from hydrogen atoms, either in the varnish or in the sample (incomplete deuteration), then $\frac{2}{3}$ of the signal will still be seen in the spin-flip channel.
- the overall loss in intensity when using the full polarized-beam set-up is of the order of a factor 5 or 10. This means that counting times may become prohibitive useless :
 - one can use a sample 5 or 10 times larger.
 - one knows precisely whose the SDW signal should appear in reciprocal space. This would be the case for a commensurate AF spin wave.

Appendix :

Structural parameters of $(\text{TMTSF})_2\text{PF}_6$ and $(\text{TMTSF})_2\text{AsF}_6$ in real and reciprocal space ¹.

real space	
a	7.297Å
b	7.711Å
c	13.522Å
α	83.39°
β	86.27°
γ	71.01°
$V_{unit-cell}$	714.345 Å ³

reciprocal space	
a^*	0.145Å ⁻¹
b^*	0.138Å ⁻¹
c^*	0.0745Å ⁻¹
α^*	95.713°
β^*	91.683°
γ^*	108.706°
$V_{unit-cell}^*$	1.4x10 ⁻³ Å ⁻³
$2a^*+b^*$	0.278Å ⁻¹
$[2a^* + b^*, a^*]$	28.06°
$[2a^* + b^*, b^*]$	80.66°
$[2a^* + b^*, c^*]$	94.58°

¹data from [22].

BIBLIOGRAPHIE

- [1] A. A. ABRIKOSOV. "On the magnetic properties of superconductors of the second group". *Soviet Phys. JETP*, **5** (6) : p. 1174, December 1957.
- [2] B. J. ACKERSON AND N. A. CLARK. "Shear-induced melting". *Phys. Rev. Lett.*, **46** (2) : p. 123, January 1981.
- [3] T. L. ADELMAN, M. C. DE LIND VAN WIJNGAARDEN, S. V. ZAITSEV-ZOTOV, D. DICARLO, AND R. E. THORNE. "Spatially resolved studies of charge density wave dynamics and phase slip in NbSe₃". *Phys. Rev. B*, **53** (4) : p. 1833, January 1996.
- [4] T. L. ADELMAN, M. C. DE LIND VAN WIJNGAARDEN, S. V. ZAITSEV-ZOTOV, D. DICARLO, AND R. E. THORNE. "Phase slip and spatiotemporal response of charge density waves in NbSe₃". *Phys. Rev. B*, **52** (8) : p. R5483, August 1995.
- [5] T. L. ADELMAN, J. MCCARTEN, M. P. MAHER, D. A. DICARLO, AND R. E. THORNE. "Low-temperature charge-density-wave dynamics and switching in NbSe₃". *Phys. Rev. B*, **47** (7) : p. 4033, February 1993.
- [6] D. ALLENDER, J. W. BRAY, AND J. BARDEEN. "Theory of fluctuation superconductivity from electron-phonon interactions in pseudo-one-dimensional systems". *Phys. Rev. B*, **9** (1) : p. 119, January 1974.
- [7] P. W. ANDERSON. "Considerations on the flow of superfluid helium". *Rev. Mod. Phys.*, **38** (2) : p. 298, April 1966.
- [8] P. W. ANDERSON AND Y. B. KIM. "Hard superconductivity : theory of the motion of Abrikosov flux lines". *Rev. Mod. Phys.*, **36** : p. 39, 1964.
- [9] E. Y. ANDREI, G. DEVILLE, D. C. GLATTLI, F. I. B. WILLIAMS, E. PARIS, AND B. ETIENNE. "Observation of a magnetically induced wigner solid". *Phys. Rev. Lett.*, **60** (26) : p. 2765, June 1988.
- [10] O. AVENEL AND E. VAROQUAUX. "Observation of singly quantized dissipation events obeying the Josephson frequency relation in the critical flux of superfluids ⁴He through an aperture". *Phys. Rev. Lett.*, **55** (24) : p. 2704, December 1985.
- [11] O. AVENEL AND E. VAROQUAUX. "Josephson effect and quantum phase slippage in superfluids". *Phys. Rev. Lett.*, **60** (5) : p. 416, February 1988.
- [12] A. AYARI. "Etude des propriétés mésoscopiques dans les systèmes quasi-unidimensionnels à onde de densité de charge". thèse doctorale, Université Joseph Fourier, Grenoble, 2002.
- [13] A. AYARI, R. DANNEAU, D. RIDEAU, H. REQUARDT, J.E. LORENZO, L. ORTEGA, P. MONCEAU, R. CURRAT, AND G. GRÜBEL. "Temporal and spatial coherence in the mode locked state in NbSe₃". à publier.
- [14] P. BAK. "Commensurate phases, incommensurate phases and the devil's staircase". *Rep. Prog. Phys.*, **45** : p. 587, 1982.
- [15] P. BAK. "Fractional charges and frequency dependent current in charge density wave systems". *Phys. Rev. Lett.*, **48** (10) : p. 692, March 1982.
- [16] P. BAK, C. TANG, AND K. WIESENFELD. "Self-organized criticality : an explanation of $\frac{1}{f}$ noise". *Phys. Rev. Lett.*, **59** (4) : p. 381, July 1988.
- [17] L. BALENTS AND M. P. A. FISHER. "Temporal order in dirty driven periodic media". *Phys. Rev. Lett.*, **75** (23) : p. 4270, December 1995.
- [18] L. BALENTS, M. C. MARCHETTI, AND L. RADZIHOVSKY. "Nonequilibrium steady states of driven periodic media". *Phys. Rev. B*, **57** (13) : p. 7705, April 1998.
- [19] J. BARDEEN. "Tunneling theory of charge-density-wave depinning". *Phys. Rev. Lett.*, **45** (24) : p. 1978, December 1980.
- [20] J. BARDEEN, L. N. COOPER, AND J. R. SCHRIEFFER. "Theory of superconductivity". *Phys. Rev.*, **108** (5) : p. 1175, December 1957.
- [21] J. BARUCHEL, J. L. HODEAU, M. S. LEHMANN, J. R. REGNARD, AND C. SCHLENKER. *Neutron and synchrotron radiation for condensed matter studies : application to solid state physics and chemistry*, volume Volume I et II. Les Editions de Physique - Spinger-Verlag, 1994.
- [22] K. BECHGAARD, C. S. JACOBSEN, K. MORTENSEN, H. J. PEDERSEN, AND N. THORUP. "The properties of five highly conducting salts (TMTSF)₂X, X = PF₆⁻, AsF₆⁻, SbF₆⁻, BF₄⁻ and NO₃⁻, derived from tetramethyltetraselenafulvene (TMTSF)". *Solid State Commun.*, **33** : p. 1119, 1980.
- [23] A. J. BERLINSKY. "One-dimensional and charge density wave effects in these materials". *Rep. Prog. Phys.*, **42** : p. 1243, July 1979.
- [24] A. S. BEYA. "Spectre hyperfréquence du solide de Wigner soumis au désordre". thèse doctorale, Université Pierre et Marie Curie, Paris 6, 1998.

- [25] S. BHATTACHARYA AND M. J. HIGGINS. “Dynamics of a disordered flux line lattice”. *Phys. Rev. Lett.*, **70** (17) : p. 2617, April 1993.
- [26] S. BHATTACHARYA AND M. J. HIGGINS. “Peak effect and anomalous flow behavior of a flux-line lattice”. *Phys. Rev. B*, **49** (14) : p. 10005, April 1994.
- [27] S. BHATTACHARYA, J. P. STOKES, M. J. HIGGINS, AND R. A. KLEMM. “Temporal coherence in the sliding charge-density-wave”. *Phys. Rev. Lett.*, **59** (16) : p. 1849, October 1987.
- [28] G. BLATTER, M. V. FEIGL’MAN, V. B. GESHKENBEIN, A. I. LARKIN, AND V. M. VINOKUR. “Vortices in high-temperature superconductors”. *Rev. Mod. Phys.*, **66** (4) : p. 1125, October 1994.
- [29] S. BRAZOVSKII. “Electronic excitations in the Peierls-Fröhlich state”. *JETP Lett.*, **28** : p. 606, November 1978.
- [30] S. BRAZOVSKII. “Self-localized excitations in the Peierls-Fröhlich state”. *Sov. Phys. JETP*, **51** (2) : p. 342, February 1980.
- [31] S. BRAZOVSKII. “A general approach to charge/spin density waves”. *J. Phys I*, **3** : p. 2417, December 1993.
- [32] S. BRAZOVSKII, N. KIROVA, H. REQUARDT, F. YA. NAD, P. MONCEAU, R. CURRAT, J. E. LORENZO, G. GRÜBEL, AND CH. VETTER. “Plastic sliding of charge density wave : X-ray space resolved studies versus theory of current conversion”. *Phys. Rev. B*, **61** (16) : p. 10640, April 2000.
- [33] S. BRAZOVSKII AND S. MATVEENKO. “On the current conversion problem in charge density wave crystals : II. dislocations”. *J. Phys I*, **1** : p. 1173, August 1991.
- [34] S. BRAZOVSKII AND S. MATVEENKO. “On the current conversion problem in charge density wave crystals : I. solitons”. *J. Phys I*, **1** : p. 269, February 1991.
- [35] J. W. BRILL, N. P. ONG, J. C. ECKERT, J. W. SAVAGE, S. K. KHANNA, AND R. B. SOMOANO. “Impurity effect on the fröhlich conductivity in NbSe₃”. *Phys. Rev. B*, **23** (4) : p. 1517, February 1981.
- [36] J. D. BROCK, D. DICARLO, W. J. PODULKA, E. SWEETLAND M. SUTTON, AND R. E. THORNE. “Structure and kinetics of the sliding Q₁ in NbSe₃”. *J. Phys. I (France)*, **3** (C2) : p. 115, July 1993.
- [37] R. BRUINSMA AND S. E. TRULLINGER. “Phase-locked charge-density waves in NbSe₃”. *Phys. Rev. B*, **22** (10) : p. 4543, November 1980.
- [38] L.-W. CHEN, L. BALENTS, M. P. A. FISHER, AND M. C. MARCHETTI. “Dynamical transition in the sliding charge-density waves with quenched disorder”. *Phys. Rev. B*, **54** (18) : p. 12798, November 1996.
- [39] K. B. COOPER. “New phase of two-dimensional electrons in excited Landau levels”. thèse doctorale, California Institut of Technologie, Passadena, 2003.
- [40] K. B. COOPER, J. P. EISENSTEIN, L. N. PFEIFFER, AND K. W. WEST. “Observation of narrow-band noise accompanying the breakdown of insulating states in high Landau levels”. *Phys. Rev. Lett.*, **90** (22) : p. 226803, June 2003.
- [41] K. B. COOPER, M. P. LILLY, J. P. EISENSTEIN, L. N. PFEIFFER, AND K. W. WEST. “Insulating phases of two-dimensional electrons in high landau levels : Observation of sharp thresholds to conduction”. *Phys. Rev. B*, **60** (16) : p. 11285, October 1999.
- [42] S. N. COPPERSMITH. “Phase slips and the instability of the fukuyama-lee-rice model of charge-density waves”. *Phys. Rev. Lett.*, **65** (8) : p. 1044, August 1990.
- [43] S. N. COPPERSMITH AND A. J. MILLIS. “Diverging strains in the phase-deformation model of sliding charge-density waves”. *Phys. Rev. B*, **44** (7) : p. 2887, August 1991.
- [44] G. D’ANNA, P. L. GAMMEL, H. SAFAR, G. B. ALERS, D. J. BISHOP, J. GIAPINTZAKIS, AND D. M. GINSBERG. “Vortex-motion-induced voltage noise in YBa₂Cu₃O_{7-δ} single cristal”. *Phys. Rev. Lett.*, **75** (19) : p. 3521, November 1995.
- [45] R. DANNEAU, A. AYARI, D. RIDEAU, H. REQUARDT, J.E. LORENZO, L. ORTEGA, P. MONCEAU, R. CURRAT, AND G. GRÜBEL. “Motional ordering of a charge-density wave in the sliding state”. *Phys. Rev. Lett.*, **89** (10) : p. 106404, September 2002.
- [46] R. DANNEAU, A. AYARI, D. RIDEAU, H. REQUARDT, J.E. LORENZO, L. ORTEGA, P. MONCEAU, R. CURRAT, AND G. GRÜBEL. “Increase of the charge density wave phase coherence in the sliding and the mode-locked state”. *J. Phys. (France)*, **12** : p. Pr9–177, 2002.
- [47] R. DANNEAU, A. AYARI, D. RIDEAU, H. REQUARDT, J.E. LORENZO, L. ORTEGA, P. MONCEAU, R. CURRAT, AND G. GRÜBEL. “Reply”. *Phys. Rev. Lett.*, **91** (4) : p. 049704, July 2003.
- [48] J. T. DEVREESE, R. P. EVRARD, AND V. E. VAN DONEN. *Highly conductivity one-dimensional solids*. Plenum, 1979.
- [49] D. DICARLO, E. SWEETLAND, M. SUTTON, J. D. BROCK, AND R. E. THORNE. “Field-induced charge-density-wave deformations and phase slip in NbSe₃”. *Phys. Rev. Lett.*, **70** (6) : p. 845, February 1993.
- [50] D. DICARLO, R. E. THORNE, E. SWEETLAND, M. SUTTON, AND J. D. BROCK. “Charge-density-wave structure in NbSe₃”. *Phys. Rev. B*, **50** (12) : p. 8288, September 1994.
- [51] P. LE DOUSSAL AND T. GIAMARCHI. “Moving glass theory of driven lattice disorder”. *Phys. Rev. B*, **57** (18) : p. 11356, May 1998.

- [52] J. DUMAS AND D. FEINBERG. "Analogy between depinning of a charge-density wave and onset of plastic deformation of crystals". *Europhys. Lett.*, **2** : p. 555, October 1986.
- [53] V. J. EMERY AND D. MUKAMEL. "Locking of the two charge-density waves in NbSe₃". *J. Phys. C : Solid State Phys.*, **12** : p. L677, 1979.
- [54] M. C. FALESKI, M. C. MARCHETTI, AND A. A. MIDDLETON. "Vortex dynamics and defects in simulated flux flow". *Phys. Rev. B*, **54** (17) : p. 12427, November 1996.
- [55] D. FEINBERG AND J. FRIEDEL. "Elastic and plastic deformations of charge-density waves". *J. Phys. France*, **49** : p. 485, March 1988.
- [56] A. T. FIORY. "Quantum interference effects of a moving vortex lattice in Al films". *Phys. Rev. Lett.*, **27** (8) : p. 501, August 1971.
- [57] D. S. FISHER. "Sliding charge-density waves as a dynamic critical phenomenon". *Phys. Rev. B*, **31** (3) : p. 1396, February 1985.
- [58] R. M. FLEMING. "Electric-field depinning of charge-density waves in NbSe₃". *Phys. Rev. B*, **22** (12) : p. 5606, December 1980.
- [59] R. M. FLEMING, C. H. CHEN, AND D. E. MONCTON. "Electric field induced structural changes in NbSe₃ ?". *J. Phys. : C3*, **44** (6) : p. 1651, June 1983.
- [60] R. M. FLEMING AND D. B. MCWHAN D. E. MONCTON. "X-ray scattering and electric field studies of the sliding-mode conductor NbSe₃". *Phys. Rev. B*, **18** (10) : p. 5560, November 1978.
- [61] R. M. FLEMING AND C. C. GRIMES. "Sliding-mode conductivity in NbSe₃ : observation of a threshold electric field and conduction noise". *Phys. Rev. Lett.*, **42** (21) : p. 1423, May 1979.
- [62] R. M. FLEMING, D. E. MONCTON, J. D. AXE, AND G. S. BROWN. "High-Q-resolution scattering using synchrotron x radiation : 2H-TaSe₂ and NbSe₃". *Phys. Rev. B*, **30** (4) : p. 1877, August 1984.
- [63] M. M. FOGLER, A. A. KOULAKOV, AND B. I. SHKLOVSKII. "Ground state of a two-dimensional electron liquid in a weak magnetic field". *Phys. Rev. B*, **54** (3) : p. 1853, July 1996.
- [64] E. M. FORGAN. "Vortices in superconductors". *J. Phys. : Condens. Matter*, **11** : p. 7685, 1999.
- [65] E. M. FORGAN, D. MCK. PAUL, H. A. MOOK, P. A. TIMMINS, H. KELLER, S. SUTTON, AND J. S. ABELL. "Observation by neutron diffraction of the magnetic flux lattice in single-crystal YBa₂Cu₃O_{7-δ}". *Nature*, **343** : p. 735, February 1990.
- [66] H. FRÖHLICH. "On the theory of superconductivity : the one-dimensional case". *Proc. Roy. Soc. Ser. A*, (223) : p. 296, 1954.
- [67] J. FRIEDEL. *Dislocations*. Pergamon Press, Oxford, 1964.
- [68] D. T. FUCHS, E. ZELDOV, T. TAMEGAI, S. OOI, M. RAPPAPORT, AND H. SHTRIKMAN. "Possible new vortex matter phases in Bi₂Sr₂CaCu₂O₈". *Phys. Rev. Lett.*, **80** (22) : p. 4971, June 1998.
- [69] H. FUKUYAMA AND P. A. LEE. "Dynamics of the charge-density waves. I. impurity pinning in a single chain". *Phys. Rev. B*, **17** (2) : p. 535, January 1978.
- [70] W. W. FULLER, G. GRÜNER, P. M. CHAIKIN, AND N. P. ONG. "Effect of radiation damage on the charge-density wave dynamics in NbSe₃". *Phys. Rev. B*, **23** (12) : p. 6259, June 1981.
- [71] JR. G. L. LAMB. *Elements of soliton theory*. Wiley-Interscience, 1980.
- [72] T. GIAMARCHI AND S. BHATTACHARYA. "Vortex phases". *cond-mat/0111052*.
- [73] T. GIAMARCHI AND P. LE DOUSSAL. "Elastic theory of pinned flux lattices". *Phys. Rev. Lett.*, **72** (10) : p. 1530, March 1994.
- [74] T. GIAMARCHI AND P. LE DOUSSAL. "Elastic theory of pinned flux lattices in the presence of weak disorder". *Phys. Rev. B*, **52** (2) : p. 1242, July 1995.
- [75] T. GIAMARCHI AND P. LE DOUSSAL. "Translational order and neutron studies of magnetic flux lattices". *Phys. Rev. Lett.*, **75** (18) : p. 3372, October 1995.
- [76] T. GIAMARCHI AND P. LE DOUSSAL. "Moving glass phase of a driven lattices". *Phys. Rev. Lett.*, **76** (18) : p. 3408, April 1996.
- [77] J. C. GILL. "Non-ohmic conductivity and pinning of charge density wave in NbSe₃". *J. Phys. L*, **10** : p. L81, 1980.
- [78] J. C. GILL. "Frequency-dependent conductivity in niobium triselenide : results and analysis". *Solid State Commun.*, **37** : p. 459, 1981.
- [79] J. C. GILL. "Transient non-linear phenomena and metastable states of charge density waves in niobium triselenide". *Solid State Commun.*, **39** : p. 1203, 1981.
- [80] J. C. GILL. "Non-local conduction by charge density waves in niobium triselenide". *Solid State Commun.*, **44** (7) : p. 1041, 1982.
- [81] J. C. GILL. "Thermally initiated phase-slip in the motion and relaxation of charge density waves in niobium triselenide". *J. Phys. C*, **19** : p. 6589, 1986.

- [82] V. J. GOLDMAN, M. SANTOS, M. SHAYEGAN, AND J. E. CUNNINGHAM. "Evidence for two-dimensional quantum wigner crystal". *Phys. Rev. Lett.*, **65** (17) : p. 2189, October 1990.
- [83] L. P. GOR'KOV. "Boundary conditions and generation of periodic noise by a space-charge wave". *Pis'ma Zh. Eksp. Teor. Fiz.*, **38** (2) : p. 87, July 1983.
- [84] G. GRÜNER. "The dynamics of charge density wave". *Rev. Mod. Phys.*, **60** (4) : p. 1129, October 1988.
- [85] G. GRÜNER. *Density wave in solids*. Addison-Wesley Reading, 1994.
- [86] G. GRÜNER, A. ZAWADOWSKI, AND P. M. CHAIKIN. "Nonlinear conductivity and noise due to charge density wave depinning in NbSe₃". *Phys. Rev. Lett.*, **46** (7) : p. 511, February 1981.
- [87] R. P. HALL, M. F. HUNDLEY, AND A. ZETTL. "Switching and phase slip in charge-density-wave conductors". *Phys. Rev. Lett.*, **56** (22) : p. 2399, June 1986.
- [88] R. P. HALL, M. F. HUNDLEY, AND A. ZETTL. "Switching and charge-density-wave transport in NbSe₃. I. dc characteristics". *Phys. Rev. B*, **38** (18) : p. 13002, December 1988.
- [89] R. P. HALL AND A. ZETTL. "Role of current oscillations in ac-dc interference effects in NbSe₃". *Phys. Rev. B*, **30** (4) : p. 2279, August 1984.
- [90] R. P. HALL AND A. ZETTL. "Switching and charge-density-wave transport in NbSe₃. II. ac characteristics". *Phys. Rev. B*, **38** (18) : p. 13019, December 1988.
- [91] M. C. HELLERQVIST, D. EPHRON, W. R. WHITE, M. R. BEASLEY, AND A. KAPITULNIK. "Vortex dynamics in two-dimensional amorphous Mo₇₇Ge₂₃ films". *Phys. Rev. Lett.*, **76** (21) : p. 4022, May 1996.
- [92] J. L. HODEAU, M. MAREZIO, C. ROUCAU, R. AYROLES, A. MEERSCHAUT, J. ROUXEL, AND P. MONCEAU. "Charge density waves in NbSe₃: crystal structures, x-ray and diffraction studies". *J. Phys. C : Solid State Phys.*, **11** : p. 4117, May 1978.
- [93] M. F. HUNDLEY AND A. ZETTL. "Magnetopower of NbSe₃". *Solid State Commun.*, **61** (10) : p. 587, 1987.
- [94] Y. IMRY AND S-K MA. "Random-field instability of the ordered state of continuous symmetry". *Phys. Rev. Lett.*, **35** (21) : p. 1399, November 1975.
- [95] M. INUI, R. P. HALL, AND S. DONIACH. "Phase slips and switching in charge-density-wave transport". *Phys. Rev. B*, **38** (18) : p. 13047, December 1988.
- [96] M. E. ITKIS, B. M. EMERLING, AND J. W. BRILL. "Imaging charge-density-wave strains with electromodulated transmission". *Phys. Rev. B*, **52** (16) : p. 11545, October 1995.
- [97] H. J. JENSEN, A. BRASS, AND A. J. BERLINSKY. "Lattice deformations and plastic flow through bottlenecks in a two dimensional model for flux pinning in type-II superconductors". *Phys. Rev. Lett.*, **60** (16) : p. 1676, April 1988.
- [98] H. J. JENSEN, A. BRASS, Y. BRECHET, AND A. J. BERLINSKY. "Current-voltage characteristics in a two-dimensional model for flux flow in type-II superconductors". *Phys. Rev. B*, **38** (13) : p. 9235, November 1988.
- [99] S. KAGOSHIMA, Y. SASO, M. MAESATO, R. KONDO, AND T. HASEGAWA. "Low-temperature diffuse x-ray studies of charge density waves coexisting with spin density waves in the organic conductors (TMTSF)₂PF₆ and (TMTSF)₂AsF₆". *Solid State Commun.*, **110** : p. 479, 1999.
- [100] M. KARDAR, G. PARISI, AND Y-C ZHANG. "Dynamic scaling of growing interfaces". *Phys. Rev. Lett.*, **56** (9) : p. 889, March 1986.
- [101] M. KARTTUNEN, M. HAATAJA, K. R. ELDER, AND M. GRANT. "Defects, order, and hysteresis in driven charge-density waves". *Phys. Rev. Lett.*, **83** (17) : p. 3518, October 1999.
- [102] V. KIRYUKHIN, D. CASA, B. KEIMER, J. P. HILL, M. J. HIGGINS, AND S. BHATTACHARYA. "X-ray-scattering study of the charge-density-wave structure in NbSe₃ in high magnetic fields". *Phys. Rev. B*, **57** (3) : p. 1332, January 1998.
- [103] T. KLEIN, I. JOUMARD, S. BLANCHARD, J. MARCUS, R. CUBITT, T. GIAMARCHI, AND P. LE DOUSSAL. "A bragg glass phase in the vortex lattice of a type II superconductor". *Nature*, **413** : p. 404, September 2001.
- [104] W. KOHN. "Image of the Fermi surface in the vibration spectrum of metal". *Phys. Rev. Lett.*, **2** (9) : p. 393, May 1959.
- [105] A. E. KOSHELEV AND V. M. VINOKUR. "Dynamic melting of the vortex lattice". *Phys. Rev. Lett.*, **73** (26) : p. 3580, December 1994.
- [106] J. M. KOSTERLITZ AND D. J. THOULESS. "Ordering, metastability and phase transitions in two-dimensional systems". *J. Phys. C : Solid State Phys.*, **6** : p. 1181, 1973.
- [107] J. S. LANGER AND V. AMBEGAOKAR. "Intrinsic resistive transition in narrow superconducting channels". *Phys. Rev.*, **164** (2) : p. 498, December 1967.
- [108] A. I. LARKIN. "Effect of inhomogeneities on the mixed state of superconductors". *Sov. Phys. JETP*, **31** : p. 784, 1970.

- [109] A. I. LARKIN AND P. A. LEE. "Tunneling of solitons and charge density waves through impurities". *Phys. Rev. B*, **17** (4) : p. 1596, February 1978.
- [110] A. I. LARKIN AND YU. N. OVCHINNIKOV. "Pinning in type II superconductors". *J. Low Temp. Phys.*, **34** (3/4) : p. 409, 1979.
- [111] P. A. LEE AND H. FUKUYAMA. "Dynamics of the charge-density waves. II. long-range coulomb effects in an array of chain". *Phys. Rev. B*, **17** (2) : p. 542, January 1978.
- [112] P. A. LEE AND T. M. RICE. "Electric field depinning of charge density waves". *Phys. Rev. B*, **19** (8) : p. 3970, April 1979.
- [113] P. A. LEE, T. M. RICE, AND P. W. ANDERSON. "Fluctuation effects at a peierls transition". *Phys. Rev. Lett.*, **31** (7) : p. 462, 1973.
- [114] P. A. LEE, T. M. RICE, AND P. W. ANDERSON. "Conductivity from charge or spin density waves". *Solid State Commun.*, **14** (8) : p. 703, 1974.
- [115] S. G. LEMAY, K. O'NEILL, C. CICAŁ, AND R. E. THORNE. "Spatially resolved study of charge-density-wave strain in NbSe₃ : Evidence for a finite threshold for creep". *Phys. Rev. B*, **63** : p. 081102(R), February 2001.
- [116] S. G. LEMAY, R. E. THORNE, Y. LI, AND J. D. BROCK. "Temporally ordered collective creep and dynamic transition in the charge-density-wave conductor NbSe₃". *Phys. Rev. Lett.*, **3** (14) : p. 2793, October 1999.
- [117] S. G. LEMAY, M. C. LIND VAN WIJNGAARDEN, T. L. ADELMAN, AND R. E. THORNE. "Spatially distribution of charge-density-wave phase slip in NbSe₃". *Phys. Rev. B*, **57** (20) : p. 12781, 1998.
- [118] R. M. LEWIS, P. D. YE, L. W. ENGEL, D. C. TSUI, L. N. PFEIFFER, AND K. WEST. "Microwave resonance of the bubble phases in $\frac{1}{4}$ and $\frac{3}{4}$ filled high Landau levels". *Phys. Rev. Lett.*, **89** (13) : p. 136804, September 2002.
- [119] Y. LI, S. G. LEMAY, J. H. PRICE, K. CICAŁ, K. O'NEILL, K. L. RINGLAND, K. D. FINKELSTEIN, J. D. BROCK, AND R. E. THORNE. "Imaging shear in sliding charge-density waves by x-ray diffraction topography". *Phys. Rev. Lett.*, **83** (17) : p. 3515, October 1999.
- [120] Y. LI, D. Y. NOH, J. H. PRICE, K. L. RINGLAND, J. D. BROCK, S. G. LEMAY, AND R. E. THORNE K. CICAŁ. "Observation of dynamic coupling between the Q₁ and Q₂ charge-density waves in NbSe₃". *Phys. Rev. B*, **63** : p. 041103, January 2001.
- [121] Y. P. LI, D. C. TSUI, L. W. ENGEL, M. B. SANTOS, T. SAJOTO, AND M. SHAYEGAN. "RF resonance in two-dimensional electron transport in the wigner solid regime". *Solid State Commun.*, **96** (6) : p. 379, 1995.
- [122] A. MAEDA, M. NOTOMI, AND K. UCHINOKURA. "Switching of K_{0.3}MoO₃. I. Response to the dc electric field". *Phys. Rev. B*, **42** (6) : p. 3290, August 1990.
- [123] A. MAEDA, T. TSUBOI, R. ABIRU, Y. TOGAWA, H. KITANO, K. IWAYA, AND T. HANAGURI. "Location-sensitive measurement of the local fluctuation of driven vortex density in Bi₂Sr₂CaCuO_y". *Phys. Rev. B*, **65** : p. 054506, January 2002.
- [124] K. MAKI. "Creation of soliton pairs by electric fields in charge-density-wave condensates". *Phys. Rev. Lett.*, **39** (1) : p. 46, July 1977.
- [125] O. C. MANTEL, F. CHALIN, C. DEKKER, H. S. J. VAN DER ZANT, YU. I. LATYSHEV, B. PANNETIER, AND P. MONCEAU. "Submicron structures of the charge-density-wave conductor NbSe₃". *Synth. Met.*, **103** : p. 2612, 1999.
- [126] O. C. MANTEL, H. S. J. VAN DER ZANT, A. J. STEINFORT, C. DEKKER, A. C. TRÆHOLT, AND H. W. ZANDBERGEN. "Thin films of the charge-density-wave oxide RbMoO₃ by pulsed-laser deposition". *Phys. Rev. B*, **55** (7) : p. 4817, February 1997.
- [127] M. MARCHEVSKY, M. J. HIGGINS, AND S. BHATTACHARYA. "Two coexisting vortex phases in the peak effect regime in a superconductor". *Nature*, **409** : p. 591, February 2001.
- [128] W. L. McMILLAN. "Theory of discommensurations and commensurate-incommensurate charge-density-wave phase transition". *Phys. Rev. B*, **14** (4) : p. 1496, August 1976.
- [129] J. McCARTEN, M. MAHER, T. L. ADELMAN, AND R. E. THORNE. "Size effects and charge-density-wave pinning in NbSe₃". *Phys. Rev. Lett.*, **63** (26) : p. 2841, December 1989.
- [130] A. MEERSCHAUT AND J. ROUXEL. "Preparation and structure of the selenide NbSe₃". *J. Less Common Metal*, **39** (2) : p. 197, 1975.
- [131] R. MOESSNER AND J. T. CHALKER. "Exact results for interacting electrons in high Landau levels". *Phys. Rev. B*, **54** (7) : p. 5006, August 1996.
- [132] P. MONCEAU. *Electronic Properties of Inorganic Quasi One-Dimensional Compounds*, volume 1 and 2. Reidel, 1985.
- [133] P. MONCEAU, N. P. ONG, A. M. PORTIS, A. MEERSCHAUT, AND J. ROUXEL. "Electric field breakdown of charge-density-wave-induced breakdown in nbse₃". *Phys. Rev. Lett.*, **37** (10) : p. 602, September 1976.
- [134] P. MONCEAU, J. PEYRARD, J. RICHARD, AND P. MOLINIÉ. "Superconductivity of the linear trichalcogenide NbSe₃ under pressure". *Phys. Rev. Lett.*, **39** (3) : p. 161, July 1977.

- [135] P. MONCEAU, J. RICHARD, AND M. RENARD. "Interference effects of the charge-density-wave motion in NbSe₃". *Phys. Rev. Lett.*, **45** (1) : p. 43, July 1980.
- [136] P. MONCEAU, J. RICHARD, AND M. RENARD. "Charge-density-wave motion in NbSe₃ : I. studies of the differential resistance $\frac{dV}{dI}$ ". *Phys. Rev. B*, **25** (2) : p. 931, January 1982.
- [137] D. E. MONCTON, J. D. AXE, AND F. J. DiSALVO. "Study of superlattice formation in 2H-NbSe₂ and 2H-TaSe₂ by neutron scattering". *Phys. Rev. Lett.*, **34** (12) : p. 734, March 1975.
- [138] A. H. MOUDDEN, J. D. AXE, P. MONCEAU, AND F. LEVY. "Q₁ charge-density wave in NbSe₃". *Phys. Rev. Lett.*, **65** (2) : p. 223, July 1990.
- [139] G. MOZURKEWICH AND G. GRÜNER. "Volume dependence of current oscillations in NbSe₃ : A finite-size effect". *Phys. Rev. Lett.*, **51** (24) : p. 2206, December 1983.
- [140] T. NATTERMANN. "Scaling approach to pinning : Charge density waves and giant flux creep in superconductors". *Phys. Rev. Lett.*, **64** (20) : p. 2454, May 1990.
- [141] N. P. ONG AND J. W. BRILL. "Conductivity anisotropy and transverse magnetoresistance of NbSe₃". *Phys. Rev. B*, **18** (10) : p. 5265, November 1978.
- [142] N. P. ONG, J. W. BRILL, J. C. ECKERT, J. W. SAVAGE, S. K. KHANNA, AND R. B. SOMOANO. "Effect of impurities on the anomalous transport properties of NbSe₃". *Phys. Rev. Lett.*, **42** (12) : p. 811, March 1979.
- [143] N. P. ONG AND P. MONCEAU. "Anomalous transport properties of a linear-chain metal : NbSe₃". *Phys. Rev. B*, **16** (8) : p. 3443, October 1977.
- [144] N. P. ONG AND G. VERMA. "Local nature of charge density wave conduction noise in niobium triselenide". *Phys. Rev. B*, **27** (7) : p. 4495, April 1983.
- [145] N. P. ONG, G. VERMA, AND K. MAKI. "Vortex-array model for charge-density-wave conduction noise". *Phys. Rev. Lett.*, **52** (8) : p. 663, February 1984.
- [146] A. W. OVERHAUSER. "Exchange and correlation instabilities of simple metal". *Phys. Rev.*, **167** (3) : p. 691, March 1968.
- [147] A. W. OVERHAUSER. "Observation of charge density waves by neutron diffraction". *Phys. Rev. B*, **3** (10) : p. 3173, May 1971.
- [148] M. PEACH AND J. S. KOEHLER. "The forces exerted on dislocations and the stress fields produced by them". *Phys. Rev.*, **80** (3) : p. 436, November 1950.
- [149] R. E. PEIERLS. *Quantum theory of solids*, volume p. 108. Oxford University Press, 1955.
- [150] A. B. PIPPARD. "A possible mechanism for the peak effect in type II superconductors". *Philos. Mag.*, **19**, 1969.
- [151] O. PLA AND F. NORRY. "Self-organized critical behavior in pinned flux lattices". *Phys. Rev. Lett.*, **67** (7) : p. 919, August 1991.
- [152] F. PORTIER. "Etude expérimentale de deux systèmes élastiques bidimensionnels : électrons à la surface de l'hélium et vortex dans BSCCO(2212)". thèse doctorale, Université Pierre et Marie Curie-Paris VI, 2002.
- [153] J. P. POUGET, R. MORET, A. MEERSCHAUT, L. GUEMAS, AND J. ROUXEL. "X-ray observation of 1-d precursor effects in NbSe₃ and a new diffuse scattering features in FeNb₃Se₁₀". *J. Phys. : C3*, **44** (6) : p. 1729, June 1983.
- [154] J. P. POUGET AND S. RAVY. "Structural aspects of the bechgaard salts and related compounds". *J. Phys. I (France)*, **6** : p. 1501, December 1996.
- [155] J. P. POUGET AND S. RAVY. "X-ray evidence of charge density wave modulations in the magnetic phases of (TMTSF)₂PF₆ and (TMTSF)₂Br". *Synth. Met.*, **85** : p. 1523, 1997.
- [156] S. RAMAKRISHNAN. "Phase slip and current flow in finite samples of charge density wave materials". *Phys. Rev. B*, **48** (8) : p. 5025, August 1993.
- [157] S. RAMAKRISHNAN, M. P. MAHER, V. AMBEGAOKAR, AND U. ECKERN. "Phase slip in charge density wave systems". *Phys. Rev. Lett.*, **68** (13) : p. 2066, March 1992.
- [158] H. REQUARDT, J. E. LORENZO, P. MONCEAU, R. CURRAT, AND M. KRISCH. "Dynamics in the charge-density-wave system NbSe₃ using inelastic x-ray scattering with mev energy resolution". *Phys. Rev. B*, **66** : p. 214303, December 2002.
- [159] H. REQUARDT, F. YA. NAD, P. MONCEAU, R. CURRAT, J. E. LORENZO, S. BRAZOVSKII, N. KIROVA, G. GRÜBEL, AND CH. VETTIER. "Direct observation of charge density wave current conversion by spatially resolved synchrotron x-ray studies in NbSe₃". *Phys. Rev. Lett.*, **80** (25) : p. 5631, June 1998.
- [160] M. J. RICE, A. R. BISHOP, J. A. KRUMHANS, AND S. E. TRULLINGER. "Weakly pinned fröhlich charge-density-wave condensate : a new, nonlinear, current-carrying elementary excitation". *Phys. Rev. Lett.*, **36** (8) : p. 432, February 1976.
- [161] M. J. RICE, P. A. LEE, AND M. C. CROSS. "Dynamics of charge-density-waves in the presence of free carriers". *Phys. Rev. B*, **20** (4) : p. 1345, August 1979.

- [162] J. RICHARD AND P. MONCEAU. "Temperature and pressure dependence of the non-linear properties of NbSe_3 ". *Solid State Commun.*, **33** : p. 635, 1980.
- [163] J. RICHARD, P. MONCEAU, M. PAPOULAR, AND M. RENARD. " $f^{-\alpha}$ noise in NbSe_3 ". *J. Phys. C*, **15** : p. 7157, 1982.
- [164] D. RIDEAU, P. MONCEAU, R. CURRAT, H. REQUARDT, F. YA. NAD, J. E. LORENZO, S. BRAZOVSKII, C. DETLEFS, AND G. GRUBEL. "X-ray scattering evidence for macroscopic strong pinning centers in the sliding cdw state of NbSe_3 ". *Europhys. Lett.*, **56** (2) : p. 289, October 2001.
- [165] K. L. RINGLAND, A. C. FINNEBROCK, Y. LI, J. D. BROCK, S. G. LEMAY, AND R. E. THORNE. "Sliding charge-density waves as rough growth fronts". *Phys. Rev. B*, **61** (7) : p. 4405, February 2000.
- [166] K. L. RINGLAND, A. C. FINNEBROCK, Y. LI, J. D. BROCK, S. G. LEMAY, AND R. E. THORNE. "Scaling in charge-density-wave relaxation : Time-resolved x-ray scattering measurements". *Phys. Rev. Lett.*, **82** (9) : p. 1923, March 1999.
- [167] A. ROSSO AND T. GIAMARCHI. "X-ray diffraction of a disordered charge density wave". *Phys. Rev. B*, **68** : p. 140201R, October 2003.
- [168] S. ROUZIÈRE, S. RAVY, J.-P. POUGET, AND S. BRAZOVSKII. "Friedel oscillations and charge-density wave pinning in quasi-one-dimensional conductors : an x-ray diffraction study". *Phys. Rev. B*, **62** (24) : p. R16231, December 2000.
- [169] S. ROUZIÈRE, S. RAVY, J.-P. POUGET, AND R. E. THORNE. "X-ray investigation of the q_1 charge-density wave modulation in substituted Ti- and Ta- NbSe_3 ". *Phys. Rev. B*, **59** (23) : p. 15121, June 1999.
- [170] M. RUBI. *Complex behaviour of glassy systems*, volume 492. Springer Verlag, 1997.
- [171] S. SCHEIDL AND V. M. VINOKUR. "Gliding dislocations in a driven vortex lattice". *Phys. Rev. B*, **56** (14) : p. R8522, October 1997.
- [172] S. SCHEIDL AND V. M. VINOKUR. "Driven dynamics of periodic elastic media in disorder". *Phys. Rev. E*, **57** (3) : p. 2574, March 1998.
- [173] J. SCHÄFER, M. SING, R. CLAESSEN, E. ROTENBERG, X. J. ZHOU, R. E. THORNE, AND S. D. KEVAN. "Unusual spectral behavior of charge density waves with imperfect nesting in a quasi-one-dimensional metal". *Phys. Rev. Lett.*, **91** (6) : p. 066401, August 2003.
- [174] C. SCHLENKER. *Low-dimensional electronic properties of molybdenum bronzes and oxides*. Kluwer, 1989.
- [175] A. SCHMID AND WR. HAUGER. "On the theory of vortex motion in an inhomogeneous superconducting film". *J. Low Temp. Phys.*, **11** : p. 667, 1973.
- [176] R. SESHADRI AND R. M. WESTERVELT. "Hexatic-to-liquid melting transition in two-dimensional magnetic-bubble lattices". *Phys. Rev. Lett.*, **66** (21) : p. 2774, May 1991.
- [177] L. J. SHAM AND B. R. PATTON. "Effect of impurity on a peierls transition". *Phys. Rev. B*, **13** (7) : p. 3151, April 1976.
- [178] S. SHAPIRO. "Josephson currents in superconducting tunneling : The effect of microwaves and other observations". *Phys. Rev. Lett.*, **11** (2) : p. 80, July 1963.
- [179] M. S. SHERWIN, A. ZETTL, AND R. P. HALL. "Switching and charge density wave transport in NbSe_3 . III. dynamical properties". *Phys. Rev. B*, **38** (18) : p. 13028, December 1988.
- [180] A.-C. SHI AND A. J. BERLINSKY. "Pinning and i-v characteristics of a two-dimensional defective flux-line lattice". *Phys. Rev. Lett.*, **67** (14) : p. 1926, September 1991.
- [181] A. J. STEINFORT, H. S. J. VAN DER ZANT, A. B. SMITS, O. C. MANTEL, P. M. L. O. SCHOLTE, AND C. DEKKER. "Epitaxial film of the charge-density-wave conductor RbMoO_3 on $\text{SrTiO}_3(001)$ ". *Phys. Rev. B*, **57** (19) : p. 12530, May 1998.
- [182] M. SUTTON, Y. LI, J. D. BROCK, AND R. E. THORNE. "X-ray intensity fluctuation spectroscopy measurements of the charge density wave phases of NbSe_3 ". *J. Phys. (France)*, **12** : p. Pr9-3, 2002.
- [183] E. SWEETLAND, A. C. FINNEBROCK, W. J. PODULKA, M. SUTTON, J. D. BROCK, D. DICARLO, AND R. E. THORNE. "X-ray-scattering measurements of the transient structure of a charge-density-wave". *Phys. Rev. B*, **50** (12) : p. 8157, September 1994.
- [184] E. SWEETLAND, C-Y TSAI, B. A. WINTNER, J. D. BROCK, AND R. E. THORNE. "Measurement of the charge-density-wave correlation length in NbSe_3 by high resolution x-ray scattering". *Phys. Rev. Lett.*, **65** (25) : p. 3165, December 1990.
- [185] J. SWIFT AND P. C. HOHENBERG. "Hydrodynamic fluctuations at the convective instability". *Phys. Rev. A*, **15** (1) : p. 319, January 1977.
- [186] T. TAKAHASHI, Y. MANIWA, H. KAWAMURA, AND G. SAITO. "Determination of SDW characteristics in $(\text{TMTSF})_2\text{PF}_6$ by $^1\text{H-NMR}$ analysis". *J. Phys. Soc. Japan*, **55** (4) : p. 1364, April 1986.
- [187] P. THOREL, R. KHAN, Y. SIMON, AND D. CRIBIER. "Fabrication et étude d'un monocristal de vortex dans le niobium supraconducteur". *J. Phys. (Paris)*, **34** : p. 447, May-June 1973.
- [188] R. E. THORNE, J. D. BROCK, AND M. SUTTON. "Comment on : Motional ordering of a charge-density wave in the sliding state". *Phys. Rev. Lett.*, **91** (4) : p. 049703, July 2003.

- [189] R. E. THORNE, J. S. HUBACEK, W. G. LYONS, J. W. LYDING, AND J. R. TUCKER. “ac-dc interference, complete mode locking, and origin of coherent oscillations in sliding charge-density-wave systems”. *Phys. Rev. B*, **37** (17) : p. 10055, June 1988.
- [190] R. E. THORNE, W. G. LYONS, J. W. LYDING, J. R. TUCKER, AND J. BARDEEN. “Charge-density-wave transport in quasi-one-dimensional conductors. I. current oscillations”. *Phys. Rev. B*, **35** (12) : p. 6348, April 1987.
- [191] Y. TOGAWA, R. ABIRU, K. IWAYA, H. KITANO, AND A. MAEDA. “Direct observation of the washboard noise of a driven vortex lattice in high-temperature superconductor, $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCuO}_y$ ”. *Phys. Rev. Lett.*, **85** (17) : p. 3716, October 2000.
- [192] A. M. TROYANOVSKI, J. AARTS, AND P. H. KES. “Collective and plastic vortex motion in superconductors at high flux densities”. *Nature*, **399** : p. 665, June 1999.
- [193] K. TSUTSUMI, T. TAKAGAKI, M. YAMAMOTO, Y. SHIOZAKI, M. IDO, AND T. SAMBONGI. “Direct electron-diffraction evidence of charge density wave formation in NbSe_3 ”. *Phys. Rev. Lett.*, **39** (26) : p. 1675, December 1977.
- [194] S. VAN SMAALEN, J. L. DE BOER, A. MEETSMA, H. GRAAFSMA, H.-S. SHEU, A. DAROVSKIKH, P. COPPENS, AND F. LEVY. “Determination of the structural distortion to the q^1 - and q^2 -type modulations in niobium triselenide NbSe_3 ”. *Phys. Rev. B*, **45** (6) : p. 3103, February 1992.
- [195] E. VAROQUAUX AND O. AVENEL. “Phase slip phenomena in superfluid helium”. *Physica B*, **197** : p. 306, 1994.
- [196] J. VOIT, L. PERFETTI, F. ZWICK, H. BERGER, G. MARGARITONDO, G. GRÜNER, H. HÖCHST, AND M. GRIONI. “Electronic structure of solids with competing periodic potential”. *Science*, **290** : p. 501, October 2000.
- [197] E. WIGNER. “On the interaction of electrons in metals”. *Phys. Rev.*, **46** : p. 1002, December 1934.
- [198] R. WÖRDENWEBER, P. H. KES, AND C. C. TSUEI. “Peak and history effects in two-dimensional collective flux pinning”. *Phys. Rev. B*, **33** (5) : p. 3172, March 1986.
- [199] U. YARON, P. L. GAMMEL, D. A. HUSE, R. N. KLEIMAN, C. S. OGLESBY, E. BUCHER, B. BATLOGG, D. J. BISHOP, K. MORTENSEN, AND K. CLAUSEN. “Structural evidence for a two-step process in the depinning of the superconducting flux-line lattice”. *Nature*, **376** : p. 753, August 1995.
- [200] U. YARON, P. L. GAMMEL, D. A. HUSE, R. N. KLEIMAN, C. S. OGLESBY, E. BUCHER, B. BATLOGG, D. J. BISHOP, K. MORTENSEN, K. CLAUSEN, C. A. BOLLE, AND F. DELACRUZ. “Neutron diffraction studies of flowing and pinned magnetic flux lattices in 2H-NbSe_2 ”. *Phys. Rev. Lett.*, **73** (20) : p. 2748, November 1994.
- [201] P. D. YE, L. W. ENGEL, D. C. TSUI, R. M. LEWIS, L. N. PFEIFFER, AND K. WEST. “Correlation lengths of the wigner-crystal order in a two-dimensional electron system at high magnetic fields”. *Phys. Rev. Lett.*, **89** (17) : p. 176802, October 2002.
- [202] P. J. YETMAN AND J. C. GILL. “Size dependent threshold fields for Fröhlich conduction in niobium triselenide : possible evidence for pinning by the crystal surface”. *Solid State Commun.*, **62** (3) : p. 201, 1987.
- [203] S. V. ZAITSEV-ZOTOV. “Classical-to-quantum crossover in charge-density wave creep at low temperatures”. *Phys. Rev. Lett.*, **71** (4) : p. 605, July 1993.
- [204] A. ZETTL AND G. GRÜNER. “Onset of charge-density-wave conduction : Switching and hysteresis in NbSe_3 ”. *Phys. Rev. B*, **26** (4) : p. 2298, August 1982.

Dynamique et structure d'une onde de densité de charge

Résumé : Ce travail s'inscrit dans une thématique propre à de nombreux systèmes physiques : un système élastique en interaction avec le désordre. Nous avons étudié la dynamique d'un système à onde de densité de charge (ODC) par le biais de mesures couplées de transport et de diffraction de rayons X dans un matériau quasi-unidimensionnel, NbSe₃. Le but de ces expériences est de comprendre la déformation de l'ODC lorsqu'elle est mue par une force extérieure, ici un champ électrique. Pour ce faire, nous avons développé un nouveau procédé de fabrication d'échantillon utilisant des techniques de micro-nano-électronique. Le monocristal est posé et collé sur une membrane de silicium sur laquelle sont lithographiés des contacts d'or enterrés dans une couche de silice. Nous avons observé qu'à la température de 100 K, lorsque l'ODC est mise en mouvement, celle-ci est mieux ordonnée le long des chaînes du cristal alors qu'elle devient moins ordonnée transversalement aux chaînes. Ce résultat est en adéquation avec les très nombreuses théories prédisant une mise en ordre dynamique du système élastique. Dans un second temps nous avons montré qu'il existe une interaction entre les deux ODC présentes dans NbSe₃ à basse température ($T < 59$ K). Nous avons observé des variations antagonistes des périodicités des deux ODC. Ce transfert de charges entre les deux types de chaînes pourrait provenir d'un phénomène de découplage entre les deux ODC. Enfin, nous présentons un modèle phénoménologique préliminaire expliquant le comportement dynamique des deux ODC.

Mots clés : onde de densité de charge, conducteur quasi-unidimensionnel, transport, diffraction, rayons X, système élastique, désordre.

Dynamic and structure of a charge density wave

Abstract : This study belongs to a thematic common to many physical systems : an elastic system in interaction with disorder. We have studied the dynamic of a charge density wave (CDW) system by means of transport and X-ray diffraction measurements in a quasi-one-dimensional material, NbSe₃. The aim of these experiments is to study the CDW deformations when the CDW is moved by an external field force, here the electrical field. We have developed a new sample fabrication process using the micro-nano-electronic technique. The monocrystal is placed and glued onto a silicon membrane equipped with gold contacts buried into a silica layer. At $T = 100$ K, when the CDW is set in motion, we have observed that the system is more ordered along the crystal chains and less ordered transversally to the chains. This result confirms a number of theories which predict a dynamical ordering of the elastic systems. In a second time, we have shown that there exists an interaction between the two CDWs present in NbSe₃ at low temperature ($T < 59$ K). We have observed antagonistic variations of the two CDW periodicities above a certain electrical field value. We interpret this charge transfer as a dynamical decoupling between the two CDWs. We present a preliminary phenomenological model which explains the observed dynamical behavior.

Key words : charge density wave, quasi-one-dimensional conductor, transport, diffraction, X-rays, elastic system, disorder.